



(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) 
1-0021642

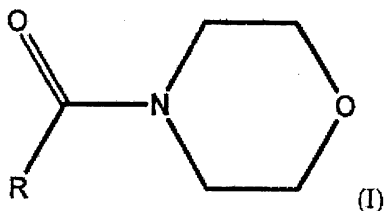
(51)⁷ **A01N 25/02**

(13) **B**

-
- | | | | | | |
|------|--|------------|------------|---------------|------------|
| (21) | 1-2012-03411 | (22) | 24.05.2011 | | |
| (86) | PCT/EP2011/058460 | 24.05.2011 | (87) | WO2011/147822 | 01.12.2011 |
| (30) | 61/348,935 | 27.05.2010 | US | | |
| | 10164080.3 | 27.05.2010 | EP | | |
| | 61/348,905 | 27.05.2010 | US | | |
| | 10164079.5 | 27.05.2010 | EP | | |
| (45) | 25.09.2019 | 378 | (43) | 25.04.2013 | 301 |
| (73) | AKZO NOBEL CHEMICALS INTERNATIONAL B.V. (NL)
Velperweg 76, 6824 BM Arnhem, the Netherlands. | | | | |
| (72) | WESTBYE, Peter (SE) | | | | |
| (74) | Công ty TNHH Tư vấn sở hữu trí tuệ Việt (VIET IP CO.,LTD.) | | | | |
-

(54) **CHẾ PHẨM XỬ LÝ THỰC VẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP XỬ LÝ THỰC VẬT NHỜ SỬ DỤNG CHẾ PHẨM NÀY**

(57) Sáng chế đề xuất chế phẩm xử lý thực vật chứa ít nhất một trong số thuốc trừ vật hại và chất điều hòa tăng trưởng thực vật; axyl morpholin có công thức (I)



trong đó R là H, CH₃ hoặc C₂H₅, và đồng dung môi không proton phân cực không phải là axyl morpholin có công thức (I).

Chế phẩm này có thể được sử dụng trong việc xử lý thực vật, và đặc biệt là rất thích hợp để ứng dụng làm chế phẩm đậm đặc dễ tan.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm chứa thuốc trừ vật hại và/hoặc chất điều hòa tăng trưởng thực vật và hệ dung môi, phương pháp sản xuất chế phẩm này, phương pháp xử lý thực vật bằng chế phẩm này, và ứng dụng hệ dung môi này làm dung môi cho thuốc trừ vật hại và/hoặc chất điều hòa tăng trưởng thực vật.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các chất nông hóa, chẳng hạn thuốc trừ vật hại và chất điều hòa tăng trưởng thực vật, thường được cung cấp cho người sử dụng cuối dưới dạng đậm đặc khác nhau để pha loãng trong nước hoặc môi trường thích hợp khác thành chế phẩm loãng mà người sử dụng cuối có thể dùng ngay. Các dạng đậm đặc này bao gồm chế phẩm rắn, ví dụ, bột, và chế phẩm lỏng. Trong nhiều ứng dụng, chế phẩm lỏng được ưu tiên do có thể tránh được việc tạo ra bụi của bột gây độc và hòa tan chậm trong chất pha loãng.

Các chế phẩm đặc dạng lỏng bao gồm chế phẩm được gọi là nhũ tương đặc và chế phẩm đậm đặc dễ tan. Nhũ tương đặc chứa chất nông hóa, dung môi không tan trong nước, và chất nhũ hóa, và khi được bổ sung vào nước, nó tự, hoặc sau khi khuấy, tạo thành nhũ tương dầu trong nước, chất nông hóa chủ yếu có mặt trong các giọt nhũ tương. Loại chế phẩm đặc này đặc biệt thích hợp cho các chất nông hóa không tan trong nước/có độ tan thấp trong nước, và trong đó nồng độ được khuyến cáo trong chế phẩm dùng ngay vượt quá độ tan của chất nông hóa.

Chế phẩm đậm đặc dễ tan chứa dung môi tan trong nước và chất nông hóa, và khi được bổ sung vào nước, tự phát, hoặc sau khi khuấy, cả dung môi và chất nông hóa đều hòa tan vào nước. Loại chế phẩm đặc này đặc biệt thích hợp cho các chất nông hóa tan được trong nước kể cả ở nồng độ vượt quá nồng độ được khuyến cáo trong chế phẩm dùng ngay.

Khi trộn chế phẩm đậm đặc dễ tan với môi trường nước, ban đầu, sẽ có nồng độ hoạt chất cao cục bộ trước khi thu được chế phẩm cân bằng. Vì vậy, có nguy cơ xảy ra kết tủa chất nông hóa khi pha loãng chế phẩm đậm đặc dễ tan trong môi trường nước.

Việc kết tủa này có thể gây ra nhiều vấn đề do việc hòa tan chậm chất kết tủa. Thậm chí trong một số trường hợp, kết tủa gần như không tan trong nước.

WO2007/028518 bộc lộ chế phẩm lỏng dễ tan chứa imidacloprid, một thuốc trừ sâu neonicotinit, trong đó N-metyl pyrrolidon (NMP) được sử dụng làm dung môi.

Tuy nhiên, đã biết NMP là chất gây độc cho hệ sinh sản (Merlet, S. et al, “Green Solvents for Agrochemicals”, Adjuvant Newsletter, tập 7, kỳ 2, tháng hai năm 2010, trang 1-3).

Một nghiên cứu về vấn đề này liên quan đến việc sử dụng NMP trong chế phẩm dùng trong nông nghiệp được mô tả trong WO2008/101620, trong đó các dialkylamit chứa gốc axyl được thế bằng nhóm hydroxy được đề xuất làm dung môi cho các chất diệt sinh vật.

Tuy nhiên, như Merlet, S. và các đồng tác giả (nêu trên) đã báo cáo, một số chất diệt sinh vật hay dùng trên thị trường, như Imidacloprid, có độ tan không cao trong các dialkylamit chứa gốc axyl được thế bằng nhóm hydroxy này.

Vì vậy, trong lĩnh vực này cần phải tìm ra các dung môi có thể thay thế NMP trong các chế phẩm lỏng dễ tan chứa chất nông hóa, đồng thời duy trì độ tan cao các chất nông hóa.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

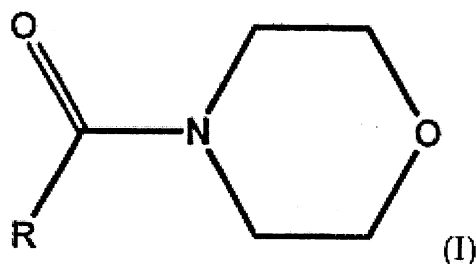
Một mục đích của sáng chế này là khắc phục ít nhất một phần các hạn chế của giải pháp kỹ thuật đã biết và đề xuất hệ dung môi có thể được sử dụng trong chế phẩm lỏng dễ tan và ít nhất có thể thay thế một phần việc sử dụng NMP.

Một mục đích khác của sáng chế là đề xuất hệ dung môi cho các chất nông hóa cho phép chế phẩm đặc chứa dung môi và chất nông hóa này khi trộn với môi trường nước không làm kết tủa hoặc chỉ kết tủa ít hoạt chất.

Tác giả sáng chế này đã bất ngờ phát hiện ra rằng một số axyl morpholin mạch ngắn, ví dụ, N-formyl, N-axetyl và N-propionyl morpholin, có thể được dùng để đạt được mục đích này.

Đặc biệt đã phát hiện ra rằng hệ dung môi chứa axyl morpholin mạch ngắn và đồng dung môi không proton phân cực có thể được dùng để đạt được mục đích này.

Do đó, theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề xuất chế phẩm chứa thuốc trừ vật hại và/hoặc chất điều hòa tăng trưởng thực vật, axyl morpholin có công thức (I)



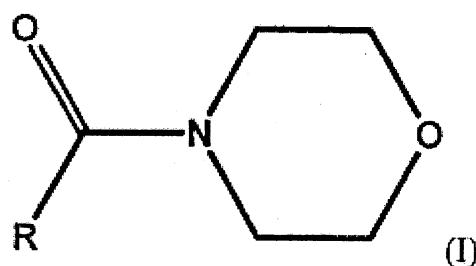
trong đó R là H, CH₃ hoặc C₂H₅, và đặc biệt là đồng dung môi không proton phân cực không phải là axyl morpholin có công thức (I).

Theo khía cạnh thứ hai, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất chế phẩm nêu trên chứa ít nhất 90% nước, bằng cách trộn chế phẩm nêu trên chứa nhiều nhất 10% nước với môi trường nước.

Theo khía cạnh thứ ba, sáng chế đề xuất phương pháp xử lý thực vật, bao gồm bước cho thực vật này tiếp xúc với chế phẩm nêu trên.

Tiếp theo, sáng chế mô tả việc sử dụng chế phẩm theo sáng chế để xử lý thực vật.

Ngoài ra, sáng chế mô tả việc sử dụng axyl morpholin của công thức (I), hoặc hệ dung môi chứa axyl morpholin của công thức (I)



trong đó R là H, CH₃ hoặc C₂H₅, và đồng dung môi không proton phân cực không phải là axyl morpholin có công thức (I), làm dung môi cho thuốc trừ vật hại và/hoặc chất điều hòa tăng trưởng thực vật.

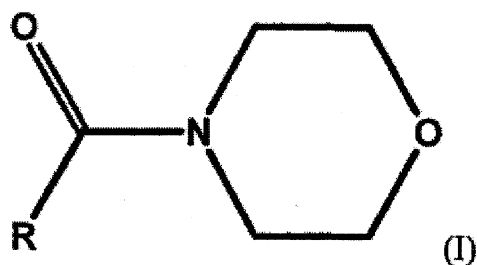
Lưu ý rằng sáng chế đề cập đến tất cả các phương án kết hợp có thể của các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo.

Mô tả chi tiết sáng chế

Chế phẩm theo sáng chế, chứa:

a) một hoặc nhiều thuốc trừ vật hại và/hoặc một hoặc nhiều chất điều hòa tăng trưởng thực vật;

b) một hoặc nhiều axyl morpholin có công thức (I)



trong đó R là H, CH₃ hoặc C₂H₅; và đặc biệt là

c) một hoặc nhiều đồng dung môi không proton phân cực không phải là axyl morpholin có công thức (I).

Khi được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “thuốc trừ vật hại” chỉ hợp chất hữu cơ có khả năng ngăn ngừa, tiêu diệt, đẩy lùi, hoặc làm giảm số lượng vật gây hại bất kỳ.

Khi được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “chất điều hòa tăng trưởng thực vật” chỉ hợp chất hữu cơ, nhờ tác động sinh lý học sẽ thúc đẩy hoặc làm chậm tốc độ tăng trưởng hoặc tốc độ chín hoặc nếu không làm thay đổi tính chất của cây trang trí hoặc cây mùa vụ hoặc các sản phẩm của chúng.

Thuốc trừ vật hại được dự tính để sử dụng trong sáng chế này bao gồm, nhưng không giới hạn ở, thuốc diệt nấm, thuốc diệt cỏ, thuốc trừ sâu, thuốc diệt ve bét, thuốc diệt giun tròn, thuốc diệt ve bét và thuốc diệt nhuyễn thể.

Các chất nông hóa được ưu tiên được dự tính để sử dụng trong sáng chế bao gồm, nhưng không giới hạn ở, thuốc trừ vật hại và chất điều hòa tăng trưởng thực vật thuộc nhóm triazol, strobilurin, hợp chất alkylenbis (đithiocarbamat), benzimidazol, axit phenoxy cacboxylic, axit benzoic, axit amin, sulfonylure, triazin, triazolinon, axit pyridin cacboxylic, neonicotinit, amidin, phosphat hữu cơ, và pyrethroit.

Ví dụ về thuốc diệt nấm được dự tính để sử dụng trong sáng chế bao gồm, nhưng không giới hạn ở, thuốc diệt nấm thuộc nhóm triazol (ví dụ, tebuconazol,

tetraconazol, cyproconazol, epoxiconazol, difenconazol, propiconazol, prothioconazol, metconazol), strobilurin (ví dụ, trifloxystrobin, azoxystrobin, fluoxastrobin, pyraclostrobin), hợp chất alkylenbis (đithiocarbamat) (ví dụ, mancozeb) và benzimidazol (ví dụ, carbendazim).

Ví dụ về thuốc diệt cỏ được dự tính để sử dụng trong sáng chế bao gồm, nhưng không giới hạn ở, axit phenoxy cacboxylic (ví dụ, axit 2,4-D, MCPA), axit benzoic (ví dụ, axit Dicamba), axit amin (ví dụ, glufosinat), sulfonylure (ví dụ, metylsulfuron-metyl, rimsulfuron), triazin (ví dụ, atrazin và simazin), triazolinon (ví dụ, amicarbazon) và axit pyridin cacboxylic (ví dụ, triclopyr).

Ví dụ về thuốc trừ sâu được dự tính để sử dụng trong sáng chế bao gồm, nhưng không giới hạn ở, neonicotinit (ví dụ, thiamethoxam, clothianidin, thiacloprid, dinotefuran, acetamiprid, nitenpyram, imidacloprid), amidin (ví dụ, amitraz), phosphat hữu cơ (ví dụ, chlorpyrifos) và pyrethroid (ví dụ, permethrin, bifenthrin, deltamethrin).

Ví dụ về các chất điều hòa tăng trưởng thực vật được dự tính để sử dụng trong sáng chế bao gồm, nhưng không giới hạn ở, axit phosphonic (ví dụ, ethephon), gibberellin cytokinin (ví dụ, 6-benzylaminopurin) và auxin (ví dụ, axit 1-naphtylaxetic).

Chế phẩm theo sáng chế tốt hơn là chứa neonicotinit, axit phenoxy cacboxylic, axit benzoic hoặc triazol, tốt hơn nữa là imidacloprid.

Để tìm hiểu việc mô tả chi tiết của mỗi thuốc trừ vật hại và chất điều hòa tăng trưởng thực vật nêu trên, tham khảo sổ tay hướng dẫn, ví dụ, “The e-Pesticide Manual v4.0” của BCPC Publications Ltd, Alton, Hampshire. (ISBN 1 901396 42 8).

Thuốc trừ vật hại và chất điều hòa tăng trưởng thực vật đặc biệt được dự tính để sử dụng trong chế phẩm theo sáng chế chứa các chất tan trong nước ở nồng độ được khuyến cáo trong chế phẩm dùng ngay, tức là, thuốc trừ vật hại hoặc chất điều hòa tăng trưởng thực vật tốt hơn là ở dạng dung dịch trong chế phẩm dùng ngay.

Trong trường hợp sáng chế này, độ tan trong nước được hiểu là được đo theo phương pháp ASTM E 1148-87 “Standard Test Method for Measurements of Aqueous Solubility” (“Phương pháp thử nghiệm chuẩn để đo độ tan trong nước”).

Chế phẩm theo sáng chế có thể chứa một thuốc trừ vật hại hoặc chất điều hòa tăng trưởng thực vật hoặc có thể chứa hỗn hợp gồm hai hoặc nhiều thuốc trừ vật hại khác nhau hoặc hai hoặc nhiều chất điều hòa tăng trưởng thực vật hoặc hỗn hợp chứa ít nhất một thuốc trừ vật hại với ít nhất một chất điều hòa tăng trưởng thực vật.

Các axyl morpholin được dự tính để sử dụng trong chế phẩm theo sáng chế là 4-formyl morpholin ($R = H$, cũng được gọi là N-formyl morpholin hoặc NFM), 4-axetyl morpholin ($R = CH_3$, cũng được gọi là N-axetyl morpholin hoặc NAM), 4-propionyl morpholin ($R = C_2H_5$, cũng được gọi là N-propionyl morpholin hoặc NPM) cũng như hỗn hợp bất kỳ của hai hoặc nhiều chất này. Tốt hơn là, trong đó, đồng dung môi không proton phân cực không phải là axyl morpholin có công thức chung (I) được chứa trong chế phẩm này, chế phẩm theo sáng chế chứa 4-formyl morpholin, và tốt hơn nữa là, 4-formyl morpholin, có mặt với lượng ít nhất 50% khối lượng, tốt nhất là với lượng 100% khối lượng của axyl morpholin có công thức (I) có mặt trong chế phẩm.

Tuy nhiên, đối với các chế phẩm không chứa đồng dung môi không proton phân cực bất kỳ không phải là axyl morpholin có công thức chung (I), và đặc biệt là đối với các chế phẩm trong đó thuốc trừ vật hại là N,N'-bis-[(1-formamido-2,2,2-triclo)etyl]piperazin, sẽ tốt hơn nếu axyl morpholin được chọn trong số 4-axetyl morpholin và 4-propionyl morpholin.

Các axyl morpholin như vậy là các hợp chất đã biết và có trên thị trường từ các nhà cung cấp hóa chất chuẩn.

Ngoài axyl morpholin có công thức (I), chế phẩm theo sáng chế tốt hơn là còn chứa một hoặc nhiều dung môi không proton phân cực không phải là axyl morpholin có công thức (I), trong bản mô tả này được gọi là “đồng dung môi không proton phân cực”.

Đồng dung môi không proton phân cực tốt hơn là được chọn từ các dung môi có điểm bốc cháy ít nhất là $65^\circ C$, khi được đo theo DIN 51758 “Flash and Fire Points by Cleveland Open Cup Tester”.

Đồng dung môi không proton phân cực tốt hơn là được chọn từ nhóm bao gồm sulfoxit, amit, hydrocarbyl- hoặc hydrocarbylen cacbonat, và hỗn hợp gồm hai hoặc nhiều chất này. Các sulfoxit được ưu tiên bao gồm dimetyl sulfoxit. Các hydrocarbyl

cacbonat được ưu tiên bao gồm di-alkyl cacbonat, chẳng hạn như các chất có mạch alkyl C_1 - C_8 . Các hydrocarbylen-cacbonat được ưu tiên bao gồm alkylene cacbonat, tốt hơn nữa là alkylene C_2 - C_4 cacbonat, tốt nhất là propylen cacbonat. Tốt hơn nữa là, đồng dung môi không proton phân cực được chọn từ nhóm bao gồm đimetyl sulfoxit, propylen cacbonat và hỗn hợp của chúng, tốt nhất là propylen cacbonat.

Chế phẩm theo sáng chế không chứa đồng dung môi không proton phân cực không phải axyl morpholin có công thức chung (I) tốt hơn là bao gồm a) thuốc trừ vật hại và/hoặc chất điều hòa tăng trưởng thực vật với lượng nằm trong khoảng từ 10, tốt hơn nữa là từ 20, tốt nhất là từ 25, đến 70, tốt hơn nữa là đến 60, tốt nhất là đến 50% khối lượng, và b) axyl morpholin có công thức chung (I) với lượng nằm trong khoảng từ 10, tốt hơn nữa là từ 20, tốt nhất là từ 25, đến 90, tốt hơn nữa là đến 80, tốt nhất là đến 70% khối lượng.

Chế phẩm theo sáng chế còn chứa đồng dung môi không proton phân cực không phải là axyl morpholin có công thức chung (I), tốt hơn là bao gồm a) thuốc trừ vật hại và/hoặc chất điều hòa tăng trưởng thực vật với lượng nằm trong khoảng từ 10, tốt hơn nữa là từ 20, tốt nhất là từ 25, đến 70, tốt hơn nữa là đến 60 và tốt nhất là đến 50% khối lượng; b) axyl morpholin của công thức chung (I) với lượng nằm trong khoảng từ 10, tốt hơn nữa là từ 20, tốt nhất là từ 25, đến 89, tốt hơn nữa là đến 80, tốt nhất là đến 70% khối lượng, và c) dung môi không proton phân cực không phải là axyl morpholin có công thức (I) với lượng nằm trong khoảng từ 1, tốt hơn nữa là từ 5, tốt nhất là từ 10 đến 50, tốt hơn nữa là đến 40, tốt nhất là đến 30% khối lượng, được tính dựa trên tổng khối lượng của thành phần a), b) và c) trong chế phẩm, tức là không tính nước hoặc các thành phần bổ sung trong quá trình tính toán.

Khi đồng dung môi không proton phân cực không phải là axyl morpholin có công thức (I) có mặt, thì tỷ lệ khối lượng giữa b) axyl morpholin có công thức (I) và c) dung môi không proton phân cực không phải là axyl morpholin có công thức (I) nằm trong khoảng từ 5:95, tốt hơn là từ 30:70, tốt hơn nữa là từ 50:50, tốt hơn nữa là từ 70:30, tốt hơn nữa là từ 75:25 và tốt nhất là từ 78:22, đến 95:5, tốt hơn là đến 90:10, tốt hơn nữa là đến 85:15 và tốt nhất là đến 82:18, ví dụ, bằng 80:20.

Đặc biệt là, khi axyl morpholin có công thức (I) là 4-formyl morpholin (N-formyl-morpholin) và dung môi không proton phân cực là propylen cacbonat thì tỷ lệ

khối lượng giữa thành phần b) và c) nằm trong khoảng từ 70:30, tốt hơn nữa là từ 75:25 và tốt nhất là từ 78:22, đến 90:10, tốt hơn nữa là đến 85:15 và tốt nhất là đến 82:18, chẳng hạn bằng 80:20.

Trong các phương án được ưu tiên này, a) là neonicotinit, tốt hơn là imidacloprid, b) là 4-formyl morpholin, và c) là propylen cacbonat.

Tốt hơn là a), b), và, khi có mặt, c) chiếm trong khoảng từ 60, tốt hơn nữa là từ 70, tốt nhất là từ 80 đến 100% khối lượng của tổng khối lượng của các thành phần không phải nước của chế phẩm theo sáng chế.

Chế phẩm theo sáng chế thường được điều chế theo cách sao cho các thành phần được trộn với một thành phần khác theo tỷ lệ mong muốn và đến nồng độ mong muốn. Nói chung, chế phẩm điều chế được ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10 đến 50°C. Các thiết bị thích hợp được sử dụng để điều chế các chế phẩm nông hóa là thích hợp làm thiết bị điều chế chế phẩm theo sáng chế.

Theo một phương án, chế phẩm theo sáng chế chứa ít hơn 10, tốt hơn là ít hơn 5, tốt hơn nữa là ít hơn 2, và tốt nhất là ít hơn 1% khối lượng nước, tính theo tổng khối lượng chế phẩm, chế phẩm trong bản mô tả này dưới đây được gọi là “chế phẩm đặc”.

Trong chế phẩm đặc theo sáng chế, nồng độ thuốc trừ vật hại hoặc chất điều hòa tăng trưởng thực vật tốt hơn là bằng hoặc thấp hơn độ tan của thuốc trừ vật hại hoặc chất điều hòa tăng trưởng thực vật trong dung môi, tức là, trong hỗn hợp axyl morpholin có công thức (I) và đồng dung môi không proton phân cực. Vì vậy, chế phẩm đặc này tốt hơn là chế phẩm trong đồng nhất.

Theo một phương án khác, chế phẩm theo sáng chế chứa ít nhất 90, tốt hơn là ít nhất 95, tốt hơn nữa là ít nhất 99% khối lượng nước, tính theo tổng khối lượng chế phẩm, trong bản mô tả này dưới đây được gọi là “chế phẩm loãng”.

Trong chế phẩm loãng này, nồng độ thuốc trừ vật hại hoặc chất điều hòa tăng trưởng thực vật, tốt hơn là bằng hoặc thấp hơn độ tan của thuốc trừ vật hại hoặc chất điều hòa tăng trưởng thực vật trong chế phẩm loãng. Vì vậy, chế phẩm loãng này tốt hơn là chế phẩm trong đồng nhất.

Chế phẩm loãng theo sáng chế thường có nồng độ thuốc trừ vật hại hoặc chất điều hòa tăng trưởng thực vật khớp với nồng độ được khuyến cáo cho mục đích sử

dụng cuối, ví dụ, xử lý thực vật, của thuốc trừ vật hại hoặc chất điều hòa tăng trưởng thực vật.

Chế phẩm loãng theo sáng chế có thể thu được bằng cách trộn chế phẩm đặc theo sáng chế với môi trường nước. Môi trường nước thông thường là nước máy.

Chế phẩm đặc có thể được bổ sung vào môi trường nước, hoặc môi trường nước có thể được bổ sung vào chế phẩm đặc. Thông thường, phương pháp đứng trước được sử dụng.

Axyl morpholin có công thức (I) và đồng dung môi không proton phân cực không phải là axyl morpholin có công thức (I) cùng nhau tạo thành hệ dung môi trong đó thuốc trừ vật hại và/hoặc chất điều hòa tăng trưởng thực vật rất dễ tan.

Axyl morpholin được dự tính để sử dụng trong sáng chế có điểm nóng chảy lớn hơn nhiệt độ phòng, và do đó không sử dụng được ngay trong hệ dung môi cho chế phẩm dùng trong nông nghiệp mà ưu tiên ở trạng thái lỏng ở và hơi thấp hơn nhiệt độ phòng bình thường. Tuy nhiên, khi được trộn với thuốc trừ vật hại và/hoặc các chất điều hòa tăng trưởng thực vật, thường tạo ra chế phẩm lỏng ở nhiệt độ phòng.

Thuốc trừ vật hại và chất điều hòa tăng trưởng thực vật có độ tan cao trong axyl morpholin có công thức (I). Tuy nhiên, khi bổ sung chế phẩm đặc chứa thuốc trừ vật hại/chất điều hòa tăng trưởng thực vật và axyl morpholin, nhưng không chứa đồng dung môi không proton phân cực bất kỳ vào môi trường nước, trong một số trường hợp, thuốc trừ vật hại/chất điều hòa tăng trưởng thực vật bị kết tủa. Bằng cách bổ sung đồng dung môi không proton phân cực vào chế phẩm đặc, xu hướng kết tủa được giảm, và nếu tạo ra một ít kết tủa, thì nó dễ dàng hòa tan trong chế phẩm loãng thu được.

4-formyl morpholin và propylen cacbonat và/hoặc dimetyl sulfoxit hiện là hệ dung môi được ưu tiên để sử dụng trong sáng chế.

Theo các phương án được ưu tiên, chế phẩm theo sáng chế về cơ bản là không hoặc chứa ít hơn 5, tốt hơn là ít hơn 2% khối lượng dung môi proton amit.

Chuyên gia trong lĩnh vực này sẽ nhận biết rằng ngoài thuốc trừ vật hại và/hoặc chất điều hòa tăng trưởng thực vật, axyl morpholin có công thức (I) và đồng dung môi không proton phân cực, chế phẩm theo sáng chế có thể tùy ý bao gồm d) các thành

phần bổ sung. Ví dụ về các thành phần bổ sung này bao gồm, ví dụ, một hoặc nhiều tá chất, chẳng hạn chất tăng cường hiệu lực sinh học làm tăng hiệu lực sinh học của các chất nông hóa, chất giữ ẩm, chất gây thấm, chất biến đổi tính lưu biến, chất hoạt động bề mặt, chất kết dính, chất làm giảm rửa trôi và/hoặc các thành phần bổ sung khác thường được sử dụng trong các chế phẩm nông hóa.

Chế phẩm theo sáng chế tốt hơn là chứa các thành phần bổ sung d) với lượng nằm trong khoảng từ 0, tốt hơn nữa là từ 5, tốt nhất là từ 10, đến 40, tốt hơn nữa là đến 30, tốt nhất là đến 20% khối lượng, được tính dựa trên tổng khối lượng các thành phần a), b), c) và d) trong chế phẩm, tức là không tính nước bất kỳ trong quá trình tính toán.

Theo các phương án được ưu tiên, chế phẩm theo sáng chế chứa ít nhất một chất hoạt động bề mặt. Việc bổ sung chất hoạt động bề mặt vào chế phẩm này có thể ngăn ngừa chế phẩm đặc của sáng chế không lưu lại trên bề mặt của môi trường nước khi được bổ sung vào đó, và còn có thể tác động như tá chất và/hoặc chất gây thấm.

Ví dụ về các chất hoạt động bề mặt để sử dụng trong sáng chế này bao gồm các chất hoạt động bề mặt không ion hóa, ion hóa, lưỡng tính, ion lưỡng tính, cation và hỗn hợp của hai hoặc nhiều chất này.

Các chất hoạt động bề mặt không ion hóa bao gồm, nhưng không giới hạn ở, rượu được alcoxyl hóa, tốt hơn là etoxyl hóa và/hoặc được propoxyl hóa, tốt hơn là chứa từ 8 đến 22 nguyên tử cacbon; alkyl(poly)glycosit, chẳng hạn, C₄-C₁₀ alkyl(poly)glycosit mạch thẳng hoặc phân nhánh; và sorbitan hoặc este sorbitol được alcoxyl hóa, tốt hơn là được etoxyl hóa. Các rượu được etoxyl hóa ưu tiên có mức độ etoxyl hóa nằm trong khoảng từ 1 đến 50, tốt hơn nữa là 2 đến 20, tốt nhất là từ 3 đến 10. Một số rượu được alcoxyl hóa được dự tính để sử dụng trong sáng chế bao gồm rượu dựa trên rượu có mạch phân nhánh, chẳng hạn rượu Guerbet, ví dụ, 2-propylheptanol và 2-ethylhexanol, và rượu C₁₀- hoặc C₁₃-OXO, tức là, hỗn hợp rượu có thành phần chính được tạo ra bởi ít nhất một rượu C₁₀- hoặc C₁₃ phân nhánh, và các rượu có trên thị trường như rượu Exxal của Exxon Mobile Chemicals và rượu Neodol của Shell Chemicals.

Các chất hoạt động bề mặt anion bao gồm, nhưng không giới hạn ở, sulfosuccinat, các muối của axit alkylbenzen sulfonic, chẳng hạn canxi hoặc natri dodecylbenzen sulfonat, alkyl sulphonat, ete alkyl sulphat, este phosphat của rượu

được alcoxyl hóa, tốt hơn là được etoxyl hóa và/hoặc được propoxyl hóa tùy ý, xylene sulfonat và các muối cumen sulfonat, naphthalen hoặc alkyl naphthalen sulfonat, có thể được ngưng tụ.

Chất hoạt động bề mặt cation bao gồm, nhưng không giới hạn ở, amin béo hoặc amin ete được alcoxyl hóa, tốt hơn là được etoxyl hóa và/hoặc được propoxyl hóa, và các hợp chất amoni bậc bốn được alcoxyl hóa, tốt hơn là được etoxyl hóa và/hoặc được propoxyl hóa, chẳng hạn các chất có trên thị trường như Berol 556 và Berol R648 (có thể mua được của Akzo Nobel Surface Chemistry AB, Sweden)

Các chất hoạt động bề mặt ion lưỡng tính/lưỡng tính bao gồm, nhưng không giới hạn ở, các chất hoạt động bề mặt betain, chẳng hạn alkyl-, alkylamidoalkylen và sulfo betain, các chất hoạt động bề mặt amin oxit, chẳng hạn alkyl- và alkylamidoalkylen amin oxit, imino dipropionat béo và iminoglyxinat béo.

Các chất hoạt động bề mặt có thể chiếm trong khoảng từ 0, tốt hơn là từ 0,5, tốt hơn nữa là từ 1 đến 20, tốt hơn là đến 15, tốt hơn nữa là đến 10% khối lượng, được tính dựa trên tổng khối lượng của các thành phần a), b), c) (khi có mặt) và d) trong chế phẩm, tức là không tính nước trong quá trình tính toán.

Phương pháp xử lý thực vật là một khía cạnh riêng của sáng chế. Phương pháp này bao gồm bước cho thực vật này tiếp xúc với chế phẩm theo sáng chế. Chế phẩm theo sáng chế có thể được dùng cho thực vật bằng cách phun, tưới, phun mù, tiêm, hoặc quét lên trên. Tốt hơn là, việc tiếp xúc của thực vật được thực hiện bằng cách phun chế phẩm loãng lên trên. Tốt hơn là, việc tiếp xúc của thực vật được thực hiện bằng cách phun chế phẩm loãng nêu trên.

Mức dùng chế phẩm theo sáng chế có thể thay đổi trong khoảng rộng. Mức dùng này có thể phụ thuộc vào thuốc trừ vật hại và/hoặc chất điều hòa tăng trưởng thực vật trong chế phẩm và vào hàm lượng của chúng trong chế phẩm. Tất nhiên, mong muốn rằng lượng chế phẩm được cho tiếp xúc với thực vật chứa một lượng thuốc trừ vật hại và/hoặc chất điều hòa tăng trưởng thực vật có hiệu quả để đáp ứng mục đích của chế phẩm.

Chế phẩm của sáng chế có thể được sử dụng để xử lý tất cả thực vật và các bộ phận của thực vật. Trong trường hợp sáng chế này, thực vật được hiểu với nghĩa là tất

cả thực vật và quần thể thực vật, chẳng hạn, các cây đại hoặc cây mùa vụ mong muốn và không mong muốn, cũng như bộ phận bất kỳ của thực vật.

Các bộ phận của thực vật được hiểu với nghĩa là tất cả các bộ phận và cơ quan ở trên mặt đất và ở dưới mặt đất của thực vật, bao gồm cành non, lá, gai, cuống, thân, hoa, thể quả, quả, hạt, rễ, thân củ, và thân rễ. Các bộ phận của thực vật cũng bao gồm vật liệu được thu hoạch và vật liệu nhân giống sinh dưỡng và sinh sản, ví dụ, cành, giâm, thân củ, thân rễ, cành ghép và hạt.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1: Độ tan trong axyl morpholin

Các chất nông hóa khác nhau được hòa tan trong N-formyl morpholin, N-axetyl morpholin và N-propionyl morpholin để đánh giá độ tan của hoạt chất này trong các dung môi. Điều này được thực hiện bằng cách bổ sung hoạt chất vào cốc và sau đó bổ sung dung môi cho đến khi thu được dung dịch trong. Các dung dịch được khuấy liên tục ở nhiệt độ 23°C trong suốt thử nghiệm. Khi tất cả đã được hòa tan, để yên cốc không khuấy trong 24 giờ để xem dung dịch có ổn định không (tức là không kết tủa).

Bảng 1: Độ tan của các hoạt chất trong N-formyl morpholin (NFM), N-axetyl morpholin (NAM), và N-propionyl morpholin (NPM) được tính theo gam hoạt chất trong 100 g dung môi.

Hoạt chất	NFM	NAM	NPM	Amit dimetyl của axit lactic*
Imidacloprid	30	26	19	14
Amicarbazone	26	24	24	-
Dicamba	>100	>100	>100	-
MCPA	>100	>100	>100	-
Metconazol	>25	>25	>25	-

*Giá trị trong tài liệu của *Adjuvant Newsletter* (như trên).

Ví dụ 2: Pha loãng chế phẩm chứa Imidacloprid trong nước.

Chế phẩm chứa 200 g/l Imidacloprid được bào chế cùng với 40 g/l rượu etoxylat (2-propylheptanol được etoxyl hóa bằng 8 mol EO trên mỗi mol rượu) và được pha loãng đến thể tích cuối bằng một lít bằng một trong số các dung môi N-

formyl morpholin, N-axetyl morpholin và N-propionyl morpholin cùng với đồng dung môi. Đồng dung môi được sử dụng là đimetylsulfoxit (DMSO), propylen cacbonat (PC), đimetylformamit (DMF) và etyl lactat (EL). Etyl lactat là dung môi proton và được bao gồm trong thử nghiệm để so sánh. Lượng mỗi đồng dung môi, tính theo % khối lượng trên tổng khối lượng morpholin và đồng dung môi, được cho trong bảng 2. Các dung dịch được pha loãng trong nước đến nồng độ imidacloprid cuối bằng 0,4 g/l và quá trình pha loãng được theo dõi bằng cách kiểm tra bằng mắt thường, và trong bảng dưới, các ký hiệu sau được sử dụng:

+: hòa tan một cách dễ dàng,

-: tinh thể bền.

NS: không tan

Bảng 2: Sự kết tinh của Imidacloprid khi pha loãng trong nước từ dung dịch đặc (200g/l) chứa imidacloprid được hòa tan trong N-formyl morpholin (NFM), N-axetyl morpholin (NAM), và N-propionyl morpholin (NPM) cùng với đồng dung môi (tức là, đimetylsulfoxit (DMSO), propylen cacbonat (PC), đimetyl formamit (DMF) hoặc etyl lactat (EL)).

Dung môi	Đồng dung môi	% Đồng dung môi	5%	10%	15%	20%	25%	30%	50%	95%
NFM	DMSO	-	-	+	+	+	+	+	+	+
	PC	-	-	-	+	+	+	NS	NS	NS
	DMF	-	-	-	+	+	+	+	+	+
	EL	-	-	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS
NAM	DMSO	-	-	-	+	+	+	+	+	+
	PC	-	-	-	-	NS	NS	NS	NS	NS
	DMF	-	-	-	-	+	+	+	+	+
	EL	-	-	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS
NPM	DMSO	-	NS	NS	NS	NS	-	-	+	+
	PC	-	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS
	DMF	-	NS	NS	NS	NS	NS	-	+	+
	EL	-	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS

Ví dụ 3: Pha loãng chế phẩm chứa Amicarbazon trong nước

Trong thử nghiệm tương tự như ví dụ 2 trên đây, các chế phẩm chứa 100 g/l Amicarbazon được bào chế cùng với 40 g/l rượu etoxylat (2-propylheptanol được etoxyl hóa bằng 8 mol EO trên mỗi mol rượu) và được pha loãng đến thể tích cuối bằng một lít bằng một trong số các dung môi N-formyl morpholin và N-axetyl morpholin cùng với đồng dung môi. Đồng dung môi được sử dụng là propylen cacbonat (PC), dimetylformamit (DMF) và etyl lactat (EL). Lượng mỗi đồng dung môi, tính theo % khối lượng trên tổng khối lượng morpholin và đồng dung môi, được cho trong bảng 2. Các dung dịch được pha loãng trong nước máy địa phương đến nồng độ cuối bằng 7 g/l và quá trình pha loãng được theo dõi bằng cách kiểm tra bằng mắt thường, và trong bảng dưới, các ký hiệu sau được sử dụng:

+ Không có tinh thể

- Tinh thể bền

Bảng 3: Sự kết tinh của Amicarbazon khi pha loãng trong nước từ dung dịch đặc (100g/l) chứa Amicarbazon được hòa tan trong N-formyl morpholin (NFM) và N-axetyl morpholin (NAM) cùng với đồng dung môi, tức là, lần lượt là propylen cacbonat (PC), dimetyl formamit (DMF) hoặc etyl lactat (EL).

Dung môi	Đồng dung môi	% dung môi	Đồng 5%	10%	20%	30%	50%	95%
NFM	PC	-	-	-	+	-	-	-
	DMF	-	-	-	-	-	-	+
	EL	-	-	-	-	-	-	-
NAM	PC	-	-	-	-	-	-	-
	DMF	-	-	-	-	-	-	+
	EL	-	-	-	-	-	-	-

Ví dụ 4: Đo nhiệt lượng quét vi sai (Differential Scanning Calorimetry – DSC)

Để giám sát entalpy bay hơi, sử dụng phép đo nhiệt lượng quét vi sai. Lý do dùng các phép đo này là để xác định lực kết dính giữa N-formyl morpholin và propylen cacbonat. Các hỗn hợp (N-formyl morpholin/propylen cacbonat với các tỷ lệ khác nhau) được quét từ 20°C đến 300°C bằng cách tăng nhiệt độ lên 5°C/phút, bằng

cách sử dụng nhiệt lượng kế DSC1 của Mettler Toledo với phần mềm STARe. Các kết quả của phép đo DSC được trình bày trong bảng 4. Từ các kết quả này, rõ ràng là hỗn hợp chứa N-formyl morpholin/propylen cacbonat với tỷ lệ 80/20 (kl/kl) thể hiện mức giảm đáng kể về entalpy bay hơi, tức là hỗn hợp này có entalpy bay hơi nhỏ nhất ở hoặc gần với tỷ lệ này.

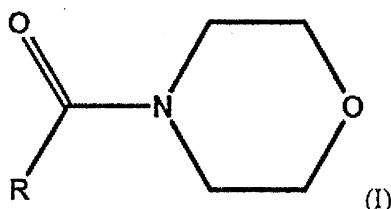
Bảng 4: Entalpy bay hơi ở các tỷ lệ khối lượng khác nhau của N-formyl morpholin (NFM) và propylen cacbonat (PC).

Tỷ lệ khối lượng NFM:PC	Entalpy bay hơi (J/g)
100:0	382
95:5	421
90:10	433
85:15	405
80:20	331
75:25	369
50:50	366
0:100	392

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm xử lý thực vật, chứa:

- a) thuốc trừ vật hại và/hoặc chất điều hòa tăng trưởng thực vật;
- b) axyl morpholin có công thức (I)



trong đó R là H; và

- c) propylen cacbonat.

trong đó tỉ lệ khối lượng giữa b) và c) nằm trong khoảng từ 70:30 đến 90:10.

2. Chế phẩm xử lý thực vật theo điểm 1, trong đó tỷ lệ khối lượng giữa 4-formyl morpholin và propylen cacbonat nằm trong khoảng từ 75:25 đến 85:15, tốt hơn là từ 78:22 đến 82:18.

3. Chế phẩm xử lý thực vật theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó thuốc trừ vật hại hoặc chất điều hòa tăng trưởng thực vật được chọn từ nhóm bao gồm triazol, strobilurin, các hợp chất alkylenbis (đithiocarbamat), benzimidazol, axit phenoxy carboxylic, axit benzoic, axit amin, sulfonylure, triazin, triazolinon, axit pyridin carboxylic, neonicotinit, amidin, phosphat hữu cơ, pyrethroit, axit phosphonic, gibberellin, cytokinin, auxin và hỗn hợp của hai hoặc nhiều chất này, ưu tiên hơn là neonicotinit, ưu tiên hơn nữa là imidacloprid.

4. Chế phẩm xử lý thực vật theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm này chứa thành phần a) với lượng nằm trong khoảng từ 10% đến 70% khối lượng;

thành phần b) với lượng nằm trong khoảng từ 10% đến 89% khối lượng; và

thành phần c) với lượng nằm trong khoảng từ 1% đến 50% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của các thành phần a), b) và c) trong chế phẩm.

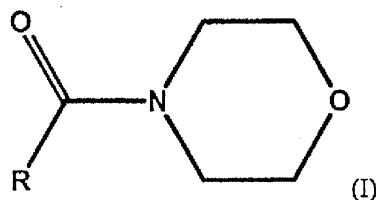
5. Chế phẩm xử lý thực vật theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm này còn chứa thành phần d) ít nhất một thành phần bổ sung được chọn từ nhóm bao gồm tá chất, chất hoạt động bề mặt, chất gây thối, chất biến đổi tính lưu biến và hỗn hợp của hai hoặc nhiều chất này.

6. Chế phẩm xử lý thực vật theo điểm 5, trong đó chế phẩm này còn chứa thành phần d) với lượng nằm trong khoảng từ 5% đến 40% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của các thành phần a), b), c) và d) trong chế phẩm.

7. Chế phẩm xử lý thực vật theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên, trong đó chế phẩm này chứa nước với lượng ít nhất là 90% khối lượng.

8. Phương pháp xử lý thực vật, bao gồm bước cho thực vật này tiếp xúc với chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7.

9. Chế phẩm dung môi dùng cho thuốc trừ vật hại và/hoặc chất điều hòa tăng trưởng thực vật, trong đó chế phẩm chứa axyl morpholin có công thức (I)



trong đó R là H, và propylen cacbonat với tỷ lệ khối lượng nằm trong khoảng từ 70:30 đến 90:10.