



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

(19) **Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)**

(11) 

CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

1-0023205

(51)⁷ **A61K 9/66**

(13) **B**

(21)	1-2012-03858	(22)	07.06.2011
(86)	PCT/US2011/039384 07.06.2011	(87)	WO2011/162944 29.12.2011
(30)	61/352,246 07.06.2010 US		
	61/486,581 16.05.2011 US		
(45)	25.02.2020 383	(43)	25.07.2013 304
(73)	SYNGENTA PARTICIPATIONS AG (CH) Schwarzwaldallee 215, CH-4058 Basel, Switzerland		
(72)	FOWLER, Jeffrey, David (US), KIM, Sejong (KR)		
(74)	Công ty TNHH Ban Ca (BANCA)		

(54) **CHẾ PHẨM DẠNG DỊCH ĐẶC PHÂN TÁN TRONG NƯỚC, QUY TRÌNH ĐIỀU CHẾ NÓ, PHƯƠNG PHÁP PHÒNG NGỪA HOẶC CHỐNG LÂY NHIỄM CÁC LOÀI GÂY HẠI TRONG CÁC LOÀI CÂY, HOẶC ĐIỀU CHỈNH SỰ TĂNG TRƯỞNG CỦA CÂY BẰNG CHẾ PHẨM NÀY**

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm nông hóa lỏng được làm ổn định chứa các dịch đặc phân tán trong nước, có thể chảy dòng có chứa: a) pha lỏng chứa nước liên tục; b) ít nhất một pha rắn, phân tán có chứa hệ phân tán của các hạt polyme có kích thước hạt trung bình ít nhất là một micron, trong đó mặt ngoài của các hạt có chứa chất rắn dạng keo và trong đó các hạt có ít nhất là một thành phần hoạt tính nông hóa được phân bố trong chúng, tùy ý chứa chất khoáng dạng hạt không có lỗ xốp có tác dụng làm rào cản khuếch tán để làm chậm sự giải phóng thành phần hoạt tính, và tùy ý chứa ít nhất là một hóa chất linh động không tạo liên kết ngang sao cho việc tách hóa chất này khỏi pha phân tán hoàn lại các lỗ xốp theo cách cho phép thành phần hoạt tính khuếch tán ra ngoài. Chất rắn dạng keo được dùng để làm ổn định nhựa có thể polyme hóa được ở trạng thái nhũ tương trong quá trình điều chế.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến các chế phẩm hóa học, lỏng, ổn định, cách điều chế các chế phẩm này và phương pháp phòng ngừa hoặc chống lây nhiễm các loài gây hại trong các loài cây bằng chế phẩm này, ví dụ như để chống lại các loài gây hại hoặc làm chất điều chỉnh sự tăng trưởng của cây.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các thành phần hoạt tính dùng cho nông nghiệp (các chất nông hóa) thường được cung cấp dưới dạng các dịch đặc thích hợp để pha loãng bằng nước. Nhiều dạng dịch đặc dùng cho nông nghiệp đã được biết và chúng bao gồm thành phần hoạt tính và chất mang, có thể chứa các thành phần khác nhau. Các dịch đặc trên cơ sở nước thu được bằng cách hòa tan, tạo nhũ tương và/hoặc tạo huyền phù các thành phần hoạt tính nông nghiệp trong nước. Do chuỗi cung cấp các chất bảo vệ cây trồng tương đối phức tạp, các chế phẩm dạng dịch đặc như vậy có thể được lưu trữ trong thời gian dài và có thể do lưu kho và vận chuyển, phải chịu các thay đổi nhiệt độ lớn, các kiểu rung động lặp lại và biến dạng cao. Các điều kiện của chuỗi cung cấp như vậy có thể làm tăng khả năng hư hại chế phẩm, ví dụ như kết keo, hóa đặc và đóng cặn.

Trong một số trường hợp, có thể là tốt hơn khi kết hợp các chất nông hóa khác nhau vào một chế phẩm đơn để thu được thuận lợi của các tính chất cộng lại của mỗi chất nông hóa riêng biệt, và tùy chọn, một hoặc kết hợp các tá dược để cho các tính năng sinh học tối ưu. Ví dụ như, giá thành vận chuyển và lưu trữ có thể được giảm thiểu bằng cách dùng chế phẩm trong đó nồng độ của (các) chất nông hóa hoạt tính cao tới mức có thể và trong đó mọi tá dược cần thiết là “có sẵn” trong chế phẩm, trái với việc trộn riêng từng chất trong bể. Tuy nhiên, nồng độ (các) thành phần hoạt tính nông hóa càng cao, khả năng tính ổn định của chế phẩm bị tổn hại hoặc một hay nhiều thành phần bị tách pha càng lớn.

Ngoài sự xuống cấp chế phẩm, có thể còn nhiều vấn đề phải tránh khi có mặt nhiều thành phần hoạt tính, do tính không tương hợp về vật lý hoặc hóa học giữa các chất hóa học này, ví dụ, khi thành phần hoạt tính là axit, bazơ, chất lỏng dạng dầu, chất rắn tinh thể kỵ nước hoặc chất rắn tinh thể ưa nước và (các) thành phần hoạt tính khác có các tính chất khác.

Cũng có thể là tốt để cải thiện tính hiệu quả của các chất nông hóa bằng cách kiểm soát tốc độ giải phóng của chất nông hóa từ chế phẩm vào vị trí áp dụng. Đặc biệt là, có thể là tốt khi kết hợp các chất nông hóa vào một chế phẩm đơn và kiểm soát tốc độ giải phóng chúng không phụ thuộc nhau, ví dụ như trong các trường hợp mà ở đó các cách tác động của các chất nông hóa làm chúng đối lập nhau nếu cả hai được phân phối ở cùng một tốc độ.

Hơn nữa, các hỗn hợp bể phun có thể chứa nhiều loại hóa chất và tá dược khác nhau, chúng có thể tác động với nhau và làm thay đổi hiệu lực của một hay nhiều chất nông hóa nằm trong đó. Lượng nước thiếu, không tương thích và khuấy bể không đủ có thể dẫn đến giảm hiệu quả phun, độc tố thực vật và có thể ảnh hưởng đến hiệu suất thiết bị.

Các hệ phân tán polyme trong nước có chứa thuốc diệt loài gây hại với kích thước hạt trung bình của các hạt phân tán <1000 nm thu được từ polyme hóa vi nhũ tương của các monome etylenic không no đã được biết đến, ví dụ như, từ US 2008/0171658. Hạn chế của các hệ phân tán polyme kiểu này là các vi nhũ tương được làm ổn định bằng các chất hoạt động bề mặt thông thường và do đó có kích thước hạt nhỏ và diện tích bề mặt riêng cao, điều này có thể dẫn đến việc giải phóng nhanh (các) chất nông hóa chứa trong chúng. WO99/00013 (Botts) đề cập đến các vi hạt chứa thành phần hoạt tính nông học nhưng đề cập trực tiếp đến chất phân tán lỏng làm chất phân tán; không có chất phân tán cụ thể nào được dự tính hoặc đề xuất.

Khi tính đến các điều kiện khác nhau và các tình trạng riêng biệt mà trong đó, các chế phẩm nông hóa lỏng, đậm đặc được cất trữ, vận chuyển và được dùng khắp thế giới,

vẫn cần phải có các hệ phân tán polyme trong nước có chứa các chất nông hóa, bao gồm các chất nông hóa tan trong nước, phân tán trong nước hoặc nhạy cảm với nước, có kích thước hạt trung bình của các hạt phân tán >1000 nm và chúng cho lợi thế về tính ổn định dưới ít nhất một số điều kiện và tình trạng này. Cần thiết khác đối với các chế phẩm có tải trọng cao này là sự ổn định khi pha loãng với nước dưới dải rộng của điều kiện hiện trường. Còn cần thiết khác nữa đối với các chế phẩm này là có tốc độ giải phóng của các chất nông hóa từ chế phẩm vào vị trí ứng dụng được kiểm soát và làm việc được trong các hệ có nước phức hợp và dưới các điều kiện khác nhau.

Các tính năng tương tự được đòi hỏi trong các chế phẩm thuộc các lĩnh vực phi nông nghiệp, ví dụ như để phân phối có kiểm soát các thành phần hoạt tính được, để phân phối có kiểm soát mùi vị từ thực phẩm, để phân phối có kiểm soát các thuốc nhuộm hoặc chất màu, để phân phối có kiểm soát hương thơm từ mỹ phẩm hoặc các sản phẩm dùng trong nhà, hoặc để phân phối có kiểm soát các enzym hoặc chất tẩy rửa trong các sản phẩm làm sạch. Trong các ngành công nghiệp này và các ngành khác, cần phải có khả năng để tạo ra các chế phẩm ổn định của các chế phẩm có thể được giải phóng vào vị trí đích khi ứng dụng.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm phân tán lỏng có tính ổn định được cải thiện, hữu dụng thiết thực trong điều kiện lưu trữ, vận chuyển và sử dụng. Ngoài ra, mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp chống lại hoặc phòng ngừa các loài gây hại hoặc điều hoà sự tăng trưởng của cây ở khu vực trồng chúng chẳng hạn như trong đất hoặc trên tán lá cũng như quy trình điều chế chế phẩm dạng dịch đặc phân tán trong nước.

Sáng chế đề xuất các chế phẩm nông hóa lỏng được làm ổn định bao gồm các dịch đặc phân tán trong nước, có thể chảy dòng có chứa: a) pha lỏng có nước liên tục; b) ít nhất một pha rắn được phân tán có chứa các hạt chất nền polyme có kích thước hạt trung bình ít nhất là một (1) micron, trong đó các mặt ngoài của các hạt chất nền polyme có chứa vật liệu rắn keo và trong đó các hạt chất nền polyme có ít nhất một chất hóa học được phân bố trong chúng. Các hạt chất nền polyme này được điều chế từ nhựa epoxy.

Trong một phương án, vật liệu rắn keo có trong pha rắn phân tán với lượng có tác dụng làm ổn định nhựa polyme ở trạng thái nhũ tương trong quá trình nó được dùng để điều chế pha phân tán. Trong phương án khác, các chất hoạt động bề mặt được dùng kết hợp với vật liệu keo để kiểm soát kích thước các hạt polyme linh hoạt hơn. Trong phương án khác, chất hóa học là chất rắn và được phân bố trong pha rắn phân tán, hoặc là chất lỏng và được phân bố trong pha rắn phân tán. Trong phương án khác nữa, pha lỏng liên tục là nước hoặc là hỗn hợp của nước và chất lỏng trơ lẫn được với nước hoặc chất rắn tan trong nước. Trong phương án khác, các hạt polyme cũng chứa hóa chất linh động không tạo liên kết ngang sao cho việc tách hóa chất này khỏi pha rắn phân tán hoàn lại các lỗ xốp theo cách cho phép các chất hóa học khuếch tán ra từ pha phân tán. Trong phương án khác, các polyme tạo thành các hạt polyme có chứa các nhóm ưa nước hydrat hóa khi tiếp xúc với nước, do đó tăng độ thấm của chất nền polyme và cho phép các chất hóa học khuếch tán ra từ pha phân tán. Khi có ít nhất một chất hóa học là thành phần hoạt tính nông hóa, các chế phẩm theo sáng chế có thể được dùng trực tiếp hoặc có pha loãng để chống lại các loài gây hại hoặc làm chất điều chỉnh sự tăng trưởng của thực vật.

Theo một phương án của sáng chế, đã thấy rằng các dịch đặc phân tán trong nước của các thành phần hoạt tính nông hóa trong chất lỏng chứa nước có thể được điều chế bằng cách dùng nhựa epoxy polyme hóa, hóa rắn hoặc đóng rắn, để bẫy các thành phần hoạt tính nông hóa vào nền polyme khi vật liệu rắn keo được dùng để ổn định nhựa polyme ở trạng thái nhũ tương trong phản ứng hóa rắn hoặc quá trình đóng rắn. Ít nhất một thành phần hoạt tính nông hóa có thể được phân bố trong nền polyme, nền này được phân tán thành hạt nằm trong pha lỏng có nước liên tục. Tùy chọn, các thành phần hoạt tính khác có thể được phân tán, hòa tan, nhũ tương hóa, vi nhũ tương hóa hoặc tạo huyền phù trong pha liên tục.

Tốc độ giải phóng của các thành phần hoạt tính nông hóa từ pha rắn phân tán có thể được kiểm soát bằng sự kết hợp tùy chọn vào pha phân tán của các phân tử linh động không tạo liên kết ngang, trong đó các phân tử này được chọn là không tan được hoặc tan một phần trong pha nước liên tục, trộn lẫn hoặc không trộn lẫn được với nhựa polyme mà

nhựa này sẽ tạo thành nền polyme dạng hạt, tan trong nước hoặc một số môi trường khác mà chế phẩm sẽ được đưa vào đó khi dùng, và có kích thước phân tử sao cho các khoảng trống mà chúng tạo ra trong pha phân tán khi rút ra cho phép giải phóng theo mong muốn các thành phần hoạt tính nông hóa. Các phân tử linh động không tạo liên kết ngang này có thể có mặt trong pha rắn phân tán hoặc là dưới dạng phân tán phân tử (nếu trộn lẫn được với nhựa polyme), hoặc là dưới dạng các phần ghép rời rạc (nếu không trộn lẫn được với nhựa polyme).

Tốc độ giải phóng của các thành phần hoạt tính nông hóa từ pha rắn phân tán có thể được kiểm soát thêm bằng sự kết hợp tùy chọn vào pha phân tán của các khoáng dạng hạt không có lỗ xốp làm rào cản khuếch tán. Với mục đích của sáng chế, không có lỗ xốp có nghĩa là khoáng không có các lỗ lớn hơn các phân tử riêng lẻ của thành phần hoạt tính nông hóa, sao cho hệ số khuếch tán của chất nông hóa qua các hạt khoáng nhỏ hơn $10^{-15} \text{ m}^2/\text{s}$.

Các dịch đặc phân tán trong nước theo sáng chế có thời gian bảo vệ hữu ích dài cho các chất tan trong nước, phân tán trong nước, nhạy cảm với nước và các chất nông hóa khác sao cho độ ổn định hóa học và vật lý của chế phẩm được cải thiện và tạo ra lợi ích thực tế trong lưu trữ, vận chuyển và sử dụng. Các dịch đặc phân tán theo sáng chế cũng cho phép kết hợp thuận lợi nhiều thành phần hoạt tính trong một chế phẩm đơn, bất kể chúng là lỏng hay rắn, bằng cách kết hợp chúng, tách rời hoặc cùng nhau trong các hạt nền polyme tương hợp về vật lý. Các dịch đặc phân tán theo sáng chế cũng cho khả năng kiểm soát tốc độ giải phóng chất nông hóa từ dịch đặc hoặc chế phẩm pha loãng để dùng vào vị trí đích và nâng cao tính năng sinh học chống lại các loài gây hại đích.

Các dịch đặc phân tán trong nước theo sáng chế cũng có lợi ích ngoài lĩnh vực nông nghiệp trong đó cần điều chế các chế phẩm ổn định và phân phối các hóa chất cho vị trí đích. Đối với các mục đích này, các chất nông hóa có thể được thay thế bằng các hóa chất khác khi cần. Trong bối cảnh của sáng chế, các hóa chất bởi vậy bao gồm bất kỳ chất xúc tác, tá dược, vắc-xin, vec-tơ gen, thuốc, chất thơm, chất tạo hương vị, enzym, bào tử

hoặc khối định hình quần thể (CFU) khác, chất tẩy rửa, thuốc nhuộm, chất tạo màu, chất kết dính hoặc các thành phần khác trong đó cần đến sự giải phóng hóa chất từ chế phẩm. Ngoài ra, các dịch đặc phân tán trong nước có thể được làm khô để điều chế các sản phẩm bột hoặc hạt theo yêu cầu.

Chất nền polyme của pha phân tán có thể được tạo thành bằng cách hòa tan hoặc tạo huyền phù ít nhất một thành phần hoạt tính nông hóa trong hỗn hợp lỏng không nước có chứa dạng nóng chảy của nhựa epoxy, nhũ tương hóa dịch đặc phân tán nói trên vào nước lỏng được đun nóng đến kích thước giọt trung bình 1 – 200 micron, chất lỏng này cũng chứa vật liệu rắn keo làm chất ổn định nhũ tương (Pickering); và làm nguội nhũ tương này để tạo thành các hạt polyme nhiệt dẻo.

Bản mô tả sáng chế còn bộc lộ các hạt polyme có chứa chất nông hóa gài vào, chất nông hóa này hoặc là được phân tán đồng nhất hoặc không đồng nhất trong các hạt trên, hoặc là có dưới dạng khu trú trong các hạt trên và trong đó vùng mặt ngoài của các hạt có chứa vật liệu rắn keo.

Sáng chế cũng bao gồm phương pháp chống hoặc kiểm soát các loài gây hại hoặc điều chỉnh sự tăng trưởng thực vật ở các điểm như đất hoặc bộ lá, bao gồm việc xử lý các điểm nói trên bằng dịch đặc phân tán theo sáng chế hoặc phân tán dịch đặc theo sáng chế trong nước hoặc phân bón lỏng và xử lý các điểm nói trên bằng chế phẩm pha loãng bằng nước thu được để dùng.

Mô tả chi tiết sáng chế

Do đó, trong một phương án, các chế phẩm dạng dịch đặc phân tán trong nước theo sáng chế bao gồm:

- a) pha nước lỏng, liên tục, tùy ý có chứa ít nhất một hóa chất; và
- b) ít nhất một pha rắn, phân tán, có chứa các hạt polyme có kích thước hạt trung bình ít nhất là một micron, trong đó mặt ngoài các hạt này có chứa vật liệu rắn keo có mặt ở lượng có tác dụng ổn định các hạt polyme ở trạng thái nhũ tương trong quá trình chúng

được dùng để điều chế pha phân tán và trong đó các hạt polyme có ít nhất một hóa chất được phân bố trong nó.

Sáng chế đề xuất chế phẩm dạng dịch đặc phân tán trong nước bao gồm (a) pha lỏng nước liên tục; và (b) ít nhất một pha rắn, được phân tán có chứa các hạt nền polyme có kích thước hạt trung bình ít nhất là từ 1 đến 200 μm và được điều chế từ nhựa epoxy, trong đó mặt ngoài của các hạt nền polyme có chứa vật liệu rắn keo và trong đó các hạt nền polyme có ít nhất một thành phần hoạt tính nông hóa được phân bố trong chúng.

Vật liệu rắn keo là chất ổn định nhũ tương keo Pickering.

Trong một phương án, các hạt chất nền polyme có chứa chất nông hóa gài vào, chất nông hóa này hoặc là được phân tán đồng nhất hoặc không đồng nhất trong các hạt trên, hoặc là có dưới dạng khu trú trong các hạt trên.

Trong bối cảnh của sáng chế, kích thước hạt hoặc giọt trung bình để chỉ trung bình thể tích – khối lượng, được chỉ định chung là $D(v;0,5)$.

Trong một phương án, thành phần hoạt tính nông hóa là chất rắn và được phân bố trong pha phân tán rắn hoặc là chất lỏng và được phân bố trong pha phân tán rắn.

Trong một phương án, thành phần hoạt tính nông hóa (a.i.) trong pha phân tán là chất tan trong nước, phân tán trong nước hoặc nhạy cảm với nước.

Sáng chế bộc lộ các dịch đặc phân tán để dùng trong các chế phẩm nông hóa lỏng theo sáng chế là các dịch được tạo thành khi dùng các chất hóa cứng, các monome, oligome, tiền polyme hoặc các hỗn hợp của chúng thể hiện phản ứng hóa rắn hoặc polyme hóa chậm khi kết hợp với các chất hóa cứng ở các điều kiện bên ngoài. Đặc biệt thích hợp là các chất hóa cứng, các monome, oligome, tiền polyme hoặc các hỗn hợp của chúng thể hiện tăng không đáng kể về độ nhớt dưới các điều kiện bên ngoài trong thời gian ít nhất là 15 phút, đặc biệt hơn là 30 phút, đặc biệt nhất là 1 giờ, sau khi trộn với chất hóa cứng.

Nhựa nhiệt rắn có thể polyme hóa được hiểu là bao gồm tất cả các phân tử có thể được polyme hóa hoặc hóa rắn không đảo ngược được để tạo thành chất nền polyme không bị nóng chảy hoặc biến dạng ở nhiệt độ cao dưới điểm phân hủy nhiệt. Phản ứng polyme hóa có thể được khơi mào bằng nhiệt, bằng cách thêm các tác nhân hóa rắn hóa học hoặc bằng cách rọi tia thích hợp để tạo ra các gốc hoặc các ion, như bằng cách rọi tia nhìn thấy, UV, sóng cực ngắn hoặc các tia điện từ khác, hoặc rọi chùm điện từ. Các ví dụ bao gồm các phenol, ure, melamin, epoxy, polyeste, silicon, cao su, polyisoxyanat, polyamin và polyuretan. Ngoài ra, các nhựa nhiệt rắn dẻo hóa sinh học hoặc có thể bị phân hủy do vi khuẩn có thể được dùng, bao gồm epoxy hoặc các nhựa polyeste dẫn xuất từ các vật liệu thiên nhiên như dầu thực vật, đậu tương hoặc gỗ và tương tự.

Nhựa nhiệt dẻo có thể polyme hóa được hiểu là bao gồm tất cả các phân tử có thể được polyme hóa hoặc hóa rắn để tạo thành chất nền polyme có thể nóng chảy hoặc biến dạng ở nhiệt độ cao dưới điểm phân hủy nhiệt. Phản ứng polyme hóa có thể được khơi mào bằng nhiệt, bằng cách thêm các tác nhân hóa rắn hóa học hoặc bằng cách rọi tia thích hợp để tạo ra các gốc hoặc các ion, như bằng cách rọi tia nhìn thấy, UV, sóng cực ngắn hoặc các tia điện từ khác, hoặc rọi chùm điện từ. Các ví dụ về các monome không no etylenic thích hợp bao gồm styren, vinyl axetat, α -metylstyren, metyl methacrylat, được mô tả trong US 2008/0171658 và tương tự. Các ví dụ về các polyme nhiệt dẻo dùng cho các hạt polyme có thể được điều chế từ việc polyme hóa vi nhũ tương tại chỗ bao gồm polymetylmethacrylat, polystyren, polystyren-co-butadien, polystyren-co-acrylonitril, polyacrylat, polyalkyl acrylat, polyalkyl axetat, polyacrylonitril hoặc các copolyme của chúng.

Các nhựa nhiệt dẻo có thể đóng rắn được hiểu là bao gồm tất cả các phân tử có thể hòa tan trong dung môi dễ bay hơi sao cho dung môi có thể được cho bay hơi bằng cách đun nóng để tạo ra chất nền polyme có thể nóng chảy hoặc biến dạng ở các nhiệt độ cao dưới điểm phân hủy nhiệt. Dung môi dễ bay hơi được chọn là loại không trộn lẫn với pha nước liên tục và dễ bay hơi đủ để tách loại một cách thuận lợi khỏi chế phẩm bằng cách đun nóng đến nhiệt độ dưới nhiệt độ gây ra bất kỳ phân hủy đáng kể nào. Các ví dụ

bao gồm các polyme của các monome etylenic không no được mô tả trên, cũng như các polyme như xeluloza axetat, polyacrylat, polycaprolacton và polylactic axit. Cũng có thể lưu ý đến polymethylmetacrylat, polystyren, polyetylviny axetat, xeluloza axetat, polyacrylat, polyacrylonitril, polyamit, polyalkylenterephtalat, polycacbonat, polyeste, polyphenylen oxit, polysulfon, polyimit, polyeterimit, polyuretan, polyvinyliden clorua, polyvinyl clorua, polypropylen và các loại sáp v.v.. Ngoài ra, các loại polyme hóa dẻo sinh học hoặc bị vi khuẩn phân hủy như tinh bột nhiệt dẻo, polylactic axit, polyhydroxy alkanoat, polycaprolacton, polyesteramit cũng thích hợp để dùng trong điều chế các hạt polyme. Các ví dụ về dung môi dễ bay hơi bao gồm các alkan như hexan và heptan, các dung môi thơm như benzen và toluen và các dung môi được halogen hóa như diclometan và triclometan. Các ví dụ khác về các polyme và dung môi thích hợp được mô tả trong WO2011/040956A1.

Theo ngữ cảnh của sáng chế, polyme để tạo ra các hạt chất nền polyme là nhựa epoxy.

Theo sáng chế, các hạt polyme của pha phân tán có kích thước hạt trung bình từ 1 đến 200 micron, đặc biệt hơn là từ 1 đến 100 micron và đặc biệt nhất, từ 2 đến 80 micron.

Các nhựa có thể polyme hóa và các dung dịch polyme thích hợp là các chất hầu như không trộn lẫn với chất lỏng chứa được dùng trong pha liên tục.

Trong bối cảnh của sáng chế, vật liệu rắn keo là chất mà các tính chất đáng quan tâm của nó được xác định bởi các tương tác bề mặt của nó với các vật liệu khác. Do đó các vật liệu rắn keo nhất thiết phải có diện tích bề mặt riêng cao, điển hình là khoảng 10 m²/g. Ví dụ như, các vật liệu rắn keo có khả năng làm ổn định nhũ tương của các chất lỏng không trộn lẫn, như được mô tả, ví dụ trong WO 2008/030749. Khi dùng cho mục đích này, các vật liệu rắn keo này có thể được gọi là các vật liệu keo Pickering, các vật liệu keo ổn định nhũ tương, hoặc các thuật ngữ tương tự khác. Các phép thử chức năng đã được biết để xem vật liệu rắn keo có khả năng làm ổn định hệ nhũ tương khi được dùng trong đó hay không. Một phép thử như vậy được mô tả dưới đây. Không phải tất cả các

vật liệu rắn keo đều có khả năng làm ổn định nhũ tương của mọi cặp chất lỏng không trộn lẫn đã cho, và phép thử chức năng như vậy có thể được dùng bởi những người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này để xác định vật liệu keo thích hợp.

Như đã nêu trên, tốc độ giải phóng các thành phần hoạt tính nông hóa từ pha rắn phân tán có thể được kiểm soát thêm bởi việc kết hợp tùy chọn trong pha phân tán các khoáng dạng hạt không có lỗ xốp làm rào cản khuếch tán. Trong một số trường hợp, cùng một chất khoáng dạng hạt không có lỗ xốp được dùng làm rào cản khuếch tán trong pha phân tán cũng có thể được dùng làm vật liệu keo ổn định nhũ tương. Trong trạng thái này, chất khoáng dạng hạt cần phải được thêm vào ở hai thời điểm riêng biệt trong quy trình điều chế như được mô tả dưới đây – thứ nhất, thêm vào dịch đặc pha phân tán để hợp nhất vào các hạt của pha phân tán, và thứ hai, thêm vào pha nước liên tục để ổn định nhũ tương.

Trong phương án khác, ái lực của các chất lỏng chứa nước thích hợp để dùng trong pha liên tục a) đối với thành phần hoạt tính nông hóa phân bố trong pha rắn phân tán b) là sao cho hầu như toàn bộ thành phần hoạt tính nông hóa lưu lại trong pha rắn phân tán và hầu như không di chuyển vào pha liên tục. Những người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này sẽ dễ dàng có thể xác định xem một chất lỏng chứa nước cụ thể có đáp ứng được tiêu chuẩn này đối với một hợp chất nông hóa riêng biệt không, bằng cách theo quy trình thử tiêu chuẩn bất kỳ để xác định hệ số phân bố của hợp chất (trong trường hợp này là thành phần hoạt tính nông hóa của pha phân tán) giữa pha liên tục và pha rắn phân tán. Bởi vì, pha rắn phân tán b) là không trộn lẫn được với pha liên tục a).

Trong phương án khác, các chất lỏng chứa nước thích hợp để dùng trong pha liên tục a) là các dung dịch nước của chất tan trong nước.

Các chất tan trong nước thích hợp để dùng trong pha liên tục bao gồm các muối như các halogenua, nitrat, sulfat, cacbonat, phosphat, nitrit, sulfit, nitrua và sulfua của amoni và của các kim loại như các kim loại nhóm 1 đến 12 của bảng tuần hoàn. Các chất

tan thích hợp khác bao gồm các loại đường và các osmolyt như các polysacarit, protein, betain và các amino axit.

Trong một phương án, các chất lỏng chứa nước thích hợp để dùng trong pha liên tục a) là hỗn hợp của nước và các chất lỏng không nước hầu như trộn lẫn được với nước. Trong bối cảnh của sáng chế, thuật ngữ “hầu như trộn lẫn được với nước” nghĩa là chất lỏng không nước tạo thành một pha khi có mặt trong nước ở nồng độ lên tới ít nhất là 50 % theo khối lượng.

Các chất lỏng không nước hầu như có thể trộn lẫn được với nước thích hợp để dùng trong pha liên tục a) bao gồm, ví dụ như propylen cacbonat; glycol trộn lẫn được với nước được chọn từ etylen glycol, dietylen glycol, trietylen glycol, propylen glycol, dipropylen glycol, tripropylen glycol, butylen glycol, hexylen glycol và các polyetylen glycol có khối lượng phân tử tới khoảng 800; glycol axetyl hóa như di(propylen glycol) methyl ete axetat hoặc propylen glycol diaxetat; trietyl phosphat; etyl lactat; gamma-butyrolacton; alcohol trộn lẫn được với nước như propanol hoặc tetrahydrofurfuryl alcohol; N-metyl pyrrolidon; dimetyl lactamit; và các hỗn hợp của chúng. Trong một phương án, chất lỏng không nước hầu như trộn lẫn được với nước được dùng trong pha liên tục a) là dung môi cho ít nhất một thành phần hoạt tính nông hóa tùy chọn.

Trong phương án khác, chất lỏng không nước hầu như trộn lẫn được với nước được dùng trong pha liên tục a) trộn lẫn hoàn toàn với nước ở mọi tỷ lệ. Tùy chọn, chất lỏng chứa nước, hầu như trộn lẫn được với nước được dùng trong pha liên tục a) là chất rắn dạng sáp như polyetylen glycol có khối lượng phân tử cao hơn khoảng 1000 và hỗn hợp của chất rắn dạng sáp này với nước được duy trì trong trạng thái lỏng bằng cách tạo chế phẩm ở nhiệt độ cao.

Những người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này sẽ hiểu rõ rằng lượng nước và trạng thái tự nhiên và lượng của chất lỏng không nước hầu như trộn lẫn được với nước hoặc chất tan trong nước có thể được thay đổi để tạo ra các chất lỏng chứa nước trộn

lẫn thích hợp để dùng trong pha liên tục a) và các lượng này có thể được xác định mà không cần thực nghiệm không cần thiết. Trong một phương án, pha liên tục nước có chứa 5 đến 95 % theo khối lượng, ưu tiên hơn là 30 đến 90 % theo khối lượng etylen glycol với đối trọng là nước. Trong phương án khác, pha liên tục nước có chứa 5 đến 95 % theo khối lượng, ưu tiên hơn là 30 đến 90 % theo khối lượng glyxerol với đối trọng là nước.

Trong một phương án, khi dịch đặc được pha loãng trong nước, một số chất nông hóa khuếch tán chậm khỏi các hạt chất nền polyme. Tốc độ giải phóng chất nông hóa từ các hạt polyme đã tạo nhũ tương trong bể phun có thể được điều chỉnh, ví dụ như bằng cách thay đổi kích thước các hạt polyme phân tán trong dịch đặc, nồng độ thành phần hoạt tính trong polyme, pH của hệ phân tán trong bể phun, tùy chọn gồm cả các khoáng dạng hạt không có lỗ xốp (làm rào cản khuếch tán) trong các hạt polyme, và lượng cũng như bản chất của các polyme nhiệt dẻo hoặc nhựa polyme hóa được bao gồm các monome, oligome, tiền polyme và/hoặc các chất hóa cứng được dùng để tạo thành các hạt polyme.

Về mặt này, pha phân tán cũng có thể có một hoặc nhiều hóa chất linh động không tạo liên kết ngang sao cho việc tách hóa chất này khỏi pha phân tán để lại các lỗ xốp theo cách cho phép hóa chất khuếch tán ra từ pha phân tán. Hóa chất linh động có thể được chọn để khuếch tán ra nhanh trong dịch đặc chế phẩm, sao cho chất nền polyme còn lại các lỗ xốp đến mức chất nông hóa được giải phóng nhanh khi pha loãng trong nước. Tùy chọn, hóa chất linh động có thể được chọn là loại có thể tan hạn chế trong pha liên tục nước, sao cho hóa chất linh động này khuếch tán chậm khỏi nền polyme sau khi chế phẩm được pha loãng trong nước hoặc được áp dụng vào vị trí đích của nó, sao cho chất nông hóa chỉ được giải phóng chủ yếu ở vị trí đích. Các ví dụ bao gồm các chất hoạt động bề mặt, dung môi, các oligome, polyme, copolyme, axit, bazơ, các dầu tự nhiên hoặc tổng hợp, các alcohol tự nhiên hoặc tổng hợp, các hợp chất hầu như tan được trong nước hoặc các hợp chất hầu như không tan được trong nước. Trong một phương án cụ thể, hóa chất linh động được chọn sao cho có tính tan hạn chế trong pha liên tục nước cụ thể, ví dụ như axit hữu cơ có thể được chọn là hầu như không tan trong pha liên tục nước có tính axit, ngay khi pha loãng trong nước hoặc áp dụng vào vị trí đích, pH là cao hơn trong dịch đặc

phân tán sao cho axit hữu cơ (hóa chất linh động) được tan ra khỏi nền polyme, để lại các lỗ xốp và cho phép thành phần hoạt tính được giải phóng. Trong một phương án cụ thể khác, hóa chất linh động được chọn sao cho có tính tan hạn chế trong các môi trường nước, nhưng có tính tan cao trong các vật liệu sáp như biểu bì thực vật, sao cho hóa chất linh động này chỉ được tách khỏi chất nền khi tiếp xúc với lá cây, và thành phần hoạt tính khi đó chỉ được giải phóng chủ yếu trên bề mặt lá.

Trong phương án khác, giải phóng thành phần hoạt tính nông hóa nhạy với pH đạt được bằng cách tạo ra nền polyme với lượng dư các nhóm amin. Khi pha loãng, các nhóm amin bị hydrat hóa, nhưng tốc độ và quy mô hydrat hóa tăng lên ở pH thấp. pH khi pha loãng trong bể phun có thể được kiểm soát bằng cách bao gồm vào pha phân tán các chế phẩm bazơ, nhưng sau khi áp dụng, pH cuối cùng lại trở thành trung tính và tốc độ giải phóng tăng lên. Tùy chọn, nền polyme được tạo ra với lượng các nhóm axit hoặc các bazơ khác cao hơn các amin. Bản chất độ nhạy với pH có thể được điều chỉnh thêm bằng cách chọn các nhóm axit hoặc bazơ có các giá trị tương ứng pK_a hoặc pK_b khác nhau.

Trong phương án khác, biên dạng giải phóng thành phần hoạt tính từ pha phân tán có thể được biến đổi bằng cách kết hợp các monome có thể liên kết ngang, có chứa các nhóm ưa nước sao cho khi pha loãng vào nước, các hạt nền polyme bị hydrat hóa và trương nở đến mức nền trở nên dễ thấm hơn. Trong một phương án cụ thể, các monome có thể liên kết ngang là nhựa glyxerol diglycidyl ete epoxy. Trong một phương án cụ thể khác, các monome có thể liên kết ngang là nhựa polypropylenoxit diglycidyl ete epoxy.

Hóa chất linh động không tạo liên kết ngang trong pha phân tán có thể tùy ý được chọn để cũng thể hiện là chất hoạt động bề mặt hoặc tác nhân phân tán trong dịch đặc phân tán lỏng được dùng để điều chế các chế phẩm nông hóa lỏng theo sáng chế. Nếu chọn theo cách này, hóa chất linh động sẽ hấp phụ lên bề mặt các hạt có trong dịch đặc phân tán và do đó làm ổn định sự phân tán của các hạt này. Tính năng này có thể quan sát được trong ít nhất một trong các cách sau: các hạt sẽ được phân bố rời rạc, không giống với các khối kết tụ trong dịch đặc phân tán khi quan sát bằng kính hiển vi, độ nhớt của dịch đặc phân tán sẽ giảm khi hóa chất linh động được thêm vào, hoặc các hạt sẽ có xu

hướng nằm lại trong pha phân tán lớn hơn thay vì không tìm thấy trong pha liên tục khi các chế phẩm nông hóa lỏng được pha chế. Các ví dụ về các hóa chất linh động thích hợp hữu dụng cho mục đích này bao gồm các copolyme của α -olefin và N-vinylpyrrolidon, ví dụ như các copolyme vinylpyrrolidon alkyl hóa như các Agrimer (ví dụ, Agrimer[®] AL-22, trên cơ sở 1-ethenylhexadexyl-2-pyrrolidinon) (International Specialty Products (ISP) Corporation), hoặc các copolyme của α -olefin và etylen glycol, ví dụ như Atlox 4914 của Croda Corp, hoặc các chất hoạt động bề mặt silicon hữu cơ như Silwet L-77 (Momentive Performance Chemicals).

Trong một phương án, các chế phẩm dạng dịch đặc phân tán trong nước theo bản mô tả này bao gồm hỗn hợp của các loại hạt polyme, mỗi loại có chứa một hoặc nhiều hơn một hoạt chất nông hóa. Mỗi hóa chất này được chứa trong các hạt polyme cùng hoặc khác pha phân tán, và mỗi hạt của pha phân tán tương ứng tùy ý có chứa hóa chất linh động và/hoặc chất nền polyme khác nhau như được mô tả ở trên, sao cho mỗi chất hoá nông hoặc hỗn hợp hóa chất có một biên dạng giải phóng khác nhau. Tùy chọn, mỗi pha phân tán rắn tương ứng có thể có các kích thước hạt khác nhau.

Trong một phương án, các chế phẩm dạng dịch đặc phân tán trong nước theo sáng chế bao gồm pha rắn dưới dạng các hạt chất nền polyme được tạo huyền phù, phân tách mịn có chứa vật liệu rắn keo ở mặt ngoài của chúng và chứa ít nhất một thành phần hoạt tính nông hóa, trong đó kích thước hạt trung bình của các hạt polyme này đặc biệt là nằm trong dải từ 1- 100 và nhất là nằm trong dải từ 2 – 80 micron.

Thuật ngữ “thành phần hoạt tính nông hóa” là để chỉ các hóa chất và chế phẩm sinh học, khi được mô tả ở đây, chúng có tác dụng giết chết, phòng ngừa hoặc kiểm soát sinh trưởng của các loài gây hại không mong muốn, như các loài thực vật, côn trùng, chuột, vi sinh vật, tảo, nấm, vi khuẩn và tương tự (như các thành phần hoạt tính diệt loài gây hại). Thuật ngữ này cũng áp dụng cho các hợp chất có tác động như tá dược để thúc đẩy hấp thu và phân phối các thành phần hoạt tính khác. Thuật ngữ này cũng áp dụng cho các hợp chất kiểm soát tăng trưởng thực vật theo cách mong muốn (ví dụ như các chất điều chỉnh sự tăng trưởng của thực vật), cho hợp chất mô phỏng phản ứng đề kháng kích

hoạt toàn thân tự nhiên tìm thấy trong các loài thực vật (ví dụ như chất kích hoạt thực vật) hoặc cho hợp chất làm giảm phản ứng độc tính thực vật đối với thuốc diệt cỏ (ví dụ như chất an toàn). Nếu có nhiều hơn một, các thành phần hoạt tính nông hóa hiện diện một cách độc lập với lượng có hiệu lực sinh học khi chế phẩm được pha loãng nếu cần, trong thể tích thích hợp của chất mang, như nước, và được áp dụng cho đích dự định, ví dụ như tán lá của thực vật hoặc nơi trồng chúng.

Các ví dụ về các thành phần hoạt tính nông hóa thích hợp để dùng trong pha liên tục a) hoặc pha phân tán b) theo sáng chế bao gồm, nhưng không giới hạn ở: các thuốc diệt nấm như azoxystrobin, clorothalonil, xyprodinil, difenoconazol, fludioxonil, mandipropamid, picoxystrobin, propiconazol, pyraclostrobin, tebuconazol, thiabendazol và trifloxystrobin; các thuốc diệt cỏ như acetoclo, alaclo, ametryn, anilofos, atrazin, azafenidin, benfluralin, benfuresat, bensulid, benzfendizon, benzofenap, bixyclopyron, bromobutyl, bromofenoxim, bromoxynil, butaclo, butafenaxil, butamifos, butralin, butylat, cafenstrol, carbetamid, cloridazon, clorpropham, clorthal-dimetyl, clorthiamit, xinidon-etyl, xinmetylin, clomazon, clomeprop, cloransulam-metyl, xyanazin, xycloat, desmedipham, desmetryn, dichlobenil, diflufenican, dimepiperat, dimetaclo, dimetametryn, dimethenamid, dimethenamid-P, dinitramin, dinoterb, diphenamid, dithiopyr, EPTC, esprocarb, etalfluralin, ethofumesat, etobenzanil, fenoxaprop-etyl, fenoxaprop-P-etyl, fentrazamid, flamprop-metyl, flamprop-M-isopropyl, fluazolat, flucloralin, flufenacet, flumiclorac-pentyl, flumioxazin, florocloridon, flupoxam, flurenol, fluridon, flurtamon, fluthiacet-metyl, indanofan, isoxaben, isoxaflutol, lenacil, linuron, mefenacet, mesotrion, metamidron, metazaclo, metabenzthiazuron, metyldymron, metobenzuron, metolaclo, metosulam, metoxuron, metribuzin, molinat, naproanilit, napropamid, neburon, norflurazon, orbencarb, oryzalin, oxadiargyl, oxadiazon, oxyflorfen, pebulat, pendimetalin, pentanoclo, pethoxamid, pentoxazon, phenmedipham, pinoxaden, piperophos, pretilaclo, prodiamin, profluazol, prometon, prometryn, propaclo, propanil, propazin, propham, propisoclo, propyzamid, prosulfocarb, pyraflufen-etyl, pyrazogyl, pyrazolynat, pyrazoxyfen, pyributicarb, pyridat, pyriminobac-metyl, quinclorac, siduron, simazin, simetryn, S-metolaclo, sulcotrion, sulfentrazone, tebutam, tebuthiuron, terbaxil,

terbumeton, terbutylazin, terbutryn, thenylclo, thiazopyr, thidiazimin, thiobencarb, tiocarbazil, trialat, trietazin, trifluralin, và vernolat; các chất an toàn cho thuốc diệt cỏ như benoxacor, diclormit, fenclorazol-etyl, fenclorim, flurazol, fluxofenim, furilazol, isoxadifen-etyl, mefenpyr; cation kim loại kiềm, kim loại kiềm thổ, sulfoni hoặc amoni của mefenpyr; mefenpyr-dietyl và oxabetrinil; các thuốc trừ sâu như abamectin, clothianidin, emamectin benzoat, gama xyhalothrin, imidacloprit, xyhalothrin và các đồng phân đối ảnh của nó như lambda xyhalothrin, tefluthrin, permethrin, resmethrin và thiametoxam; các thuốc diệt giun tròn như fenamiphos và aldicarb.

Ngoài ra, các thành phần hoạt tính nông hóa dễ bay hơi như các chất có áp suất hơi ít nhất là 1 Pa ở nhiệt độ thường cũng thích hợp để gài vào pha phân tán b). Các ví dụ về các thành phần hoạt tính dễ bay hơi này bao gồm các thuốc diệt giun tròn như metyl bromua, metyl iodua, cloropicrin và 1,3-dicloropropen.

Trong một phương án, các thành phần hoạt tính trong pha liên tục có thể ở trong trạng thái dung dịch, nhũ tương, vi nhũ tương, vi nang hoặc hạt hay hạt mịn. Trong bối cảnh của sáng chế, hạt mịn là hạt căn bản là nhỏ hơn kích thước các hạt polyme rắn của pha phân tán, sao cho nhiều (ít nhất là 10) hạt thành phần hoạt tính nằm trong mỗi hạt pha phân tán, ngược lại, hạt không mịn là hạt chỉ nhỏ hơn không đáng kể kích thước các hạt polyme rắn của pha phân tán, sao cho mỗi hạt polyme chỉ chứa vài hạt thành phần hoạt tính.

Các khía cạnh khác theo sáng chế bao gồm phương pháp phòng ngừa hoặc chống lây nhiễm các loài thực vật bởi các loài gây hại, và điều chỉnh sự tăng trưởng của thực vật bằng cách pha loãng một lượng chế phẩm đặc bằng chất mang lỏng thích hợp, như nước hoặc phân bón lỏng và đưa vào thực vật, cây, động vật và nơi khu trú khi cần. Các chế phẩm theo sáng chế cũng có thể kết hợp vào các hệ thống dòng chảy liên tục với nước trong thiết bị áp dụng phun để không cần bể chứa cho sản phẩm pha loãng.

Các chế phẩm dạng dịch đặc phân tán trong nước có thể được lưu trữ một cách thuận tiện trong thùng chứa mà từ đó, chúng được đổ, hoặc bơm ra hoặc chất mang lỏng được thêm vào đó trước khi sử dụng.

Các lợi thế của các chế phẩm dạng dịch đặc phân tán trong nước theo sáng chế bao gồm: ổn định lưu trữ trong thời gian dài, ví dụ 6 tháng hoặc lâu hơn ở nhiệt độ phòng; nhiều chất nông hóa có các trạng thái vật lý khác nhau có thể kết hợp thuận tiện trong các hệ phân tán của các hạt rắn tương hợp với nhau; các biên dạng giải phóng của các chất nông hóa có thể kiểm soát linh hoạt và độc lập với nhau; thao tác đơn giản cho người dùng vì pha loãng bằng nước, hoặc chất mang lỏng khác để pha chế hỗn hợp áp dụng; giảm sa lắng huyền phù trong thời gian lưu trữ hoặc khi pha loãng; các chế phẩm có thể dễ dàng phân tán hoặc tạo huyền phù lại mà chỉ cần khuấy nhẹ và không dễ bị kết tụ khi pha loãng bằng các dung dịch phân bón để pha chế các hỗn hợp áp dụng.

Tỷ lệ áp dụng chế phẩm theo sáng chế phụ thuộc vào số các nhân tố bao gồm, ví dụ như các thành phần hoạt tính được chọn để dùng, tính đồng nhất của loài gây hại được kiểm soát hoặc thực vật mà tăng trưởng của nó được kiểm chế và các chế phẩm được chọn để dùng và hợp chất được áp dụng cho tán lá, đất, để hấp thu qua rễ hay bằng hệ thống nước tưới. Tuy nhiên, theo chỉ dẫn chung, tỷ lệ áp dụng là từ 1 đến 2000 g thành phần hoạt tính cho mỗi hecta là thích hợp, cụ thể là từ 2 đến 500 g thành phần hoạt tính cho mỗi hecta.

Trong một phương án, các tỷ lệ thích hợp để các thành phần hoạt tính nông hóa được dùng trong các chế phẩm theo sáng chế là tương đương với các tỷ lệ hiện hành cho trên các nhãn sản phẩm thịnh hành có chứa các thành phần hoạt tính này. Ví dụ như, azoxystrobin nhãn Quadris[®] có thể được áp dụng ở tỷ lệ từ 112g đến 224g thành phần hoạt tính/hecta và hỗn hợp trộn trước của azoxystrobin (75g/L)/propiconazol(125g/L) nhãn Quilt[™] có thể được áp dụng ở tỷ lệ từ 0,75 -1,5 L/ha

Trong một phương án theo sáng chế, có thể có thành phần thêm nữa để kiểm soát pH của nước dùng pha loãng chế phẩm trước khi dùng.

Nếu có vật liệu hoạt tính nông hóa rắn, thành phần hoạt tính rắn này có thể được nghiền đến kích thước hạt mong muốn trước khi phân tán vào nhựa polyme hóa được (các monome, oligome, và/hoặc tiền polyme, v.v.) sẽ tạo thành các hạt nền polyme. Chất rắn có thể được nghiền trong trạng thái khô khi dùng thiết bị nghiền khí hoặc thiết bị thích hợp khác khi cần để đạt được kích thước hạt mong muốn. Kích thước hạt có thể là kích thước hạt trung bình khoảng 0,2 đến khoảng 20 micron, thích hợp là khoảng 0,2 đến khoảng 15 micron, thích hợp hơn là khoảng 0,2 đến khoảng 10 micron.

Khi được dùng ở đây, thuật ngữ “lượng có tác dụng nông hóa” nghĩa là lượng hợp chất có hoạt tính nông hóa kiểm soát đối nghịch hoặc làm thay đổi các loài gây hại đích hoặc điều chỉnh sự tăng trưởng của thực vật (PGR). Ví dụ như, trong trường hợp các thuốc diệt cỏ, “lượng có tác dụng diệt cỏ” là lượng thuốc diệt cỏ đủ để kiểm soát hoặc làm thay đổi tăng trưởng của cây cỏ. Các tác dụng kiểm soát hoặc làm thay đổi bao gồm mọi sự làm chệch khỏi phát triển tự nhiên, ví dụ như giết chết, làm chậm phát triển, làm bông lá, bạc màu, còi cọc và tương tự. Thuật ngữ cây để chỉ mọi bộ phận vật lý của cây, bao gồm hạt, cây giống con, cây non, rễ, thân củ, thân cây, cọng lá, tán lá và quả. Trong trường hợp thuốc diệt nấm, thuật ngữ “thuốc diệt nấm” sẽ có nghĩa là chất giết chết hoặc kìm hãm cốt yếu sự tăng trưởng, phát triển, phân chia, sinh sản hoặc lan rộng của nấm. Khi được dùng ở đây, thuật ngữ “lượng có hiệu quả diệt nấm” hoặc “lượng có tác dụng kiểm soát hoặc làm giảm nấm” liên quan đến hợp chất diệt nấm là lượng giết chết hoặc kìm hãm cốt yếu sự tăng trưởng, phát triển, phân chia, sinh sản hoặc lan rộng của một lượng nấm đáng kể. Khi được dùng ở đây, thuật ngữ “thuốc trừ sâu”, “thuốc diệt giun tròn” hoặc “thuốc diệt bọ mát” nghĩa là chất giết chết hoặc kìm hãm cốt yếu sự tăng trưởng, phát triển, sinh sản hoặc lan rộng của các loài sâu, giun tròn hoặc bọ mát. “Lượng có hiệu quả” trừ sâu, diệt giun tròn hoặc diệt bọ mát là lượng giết chết hoặc kìm hãm cốt yếu sự tăng trưởng, phát triển, sinh sản hoặc lan rộng của số đáng kể các loài sâu, giun tròn hoặc bọ mát.

Trong một khía cạnh, khi được dùng ở đây, “điều chỉnh tăng trưởng (thực vật)”, “chất điều chỉnh sự tăng trưởng của thực vật”, PGR, “điều chỉnh” hoặc “sự điều chỉnh” bao gồm các phản ứng thực vật sau; kìm hãm dân dài tế bào, ví dụ làm giảm chiều cao thân và khoảng cách gióng, làm chắc thành thân cây, nhờ đó tăng khả năng chống đổ rạp; rút gọn tăng trưởng cho các loài cây cảnh để sản xuất thương mại các cây có chất lượng được cải thiện; thúc đẩy ra quả tốt hơn; làm tăng số lượng bầu nhụy nhằm tăng sản lượng; thúc đẩy lão hóa sự hình thành các mô làm quả rụng, làm rụng lá cây non và các bụi cây cảnh và các cây được bán theo thứ đặt hàng trong mùa rụng lá; làm rụng lá cây để ngắt chuỗi nhiễm ký sinh trùng; thúc chín nhằm lập trình thu hoạch nhờ giảm thu hoạch từ một đến hai lần hái và ngắt quãng chuỗi thức ăn đối với các côn trùng gây hại.

Trong khía cạnh khác, “điều chỉnh tăng trưởng (thực vật)”, “chất điều chỉnh sự tăng trưởng của thực vật”, PGR, “điều chỉnh” hoặc “sự điều chỉnh” cũng bao gồm việc sử dụng chế phẩm như được xác định theo sáng chế để làm tăng sản lượng và/hoặc cải thiện sức sống của các cây trồng trong nông nghiệp. Theo một phương án của sáng chế, các chế phẩm theo sáng chế được dùng để cải thiện sức đề kháng chống lại các yếu tố gây áp lực như nấm, vi khuẩn, vi rút và/hoặc côn trùng và các yếu tố gây áp lực như áp lực do nóng, áp lực do chất dinh dưỡng, áp lực do lạnh, áp lực do hạn hán, áp lực do tia UV và/hoặc áp lực do muối của cây trồng trong nông nghiệp.

Việc lựa chọn các tỷ lệ áp dụng liên quan đến việc đưa ra mức hoạt tính diệt vật gây hại mong muốn đối với chế phẩm theo sáng chế là thông lệ đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này. Các tỷ lệ áp dụng sẽ phụ thuộc vào các yếu tố như mức cấp bách của loài gây hại, tình trạng của cây, thời tiết và các tình trạng tăng trưởng cũng như hoạt tính của các thành phần hoạt tính nông hóa và mọi hạn chế về tỷ lệ áp dụng ghi trên nhãn.

Khía cạnh khác của tài liệu này mà không phải là một phần của sáng chế, đề cập đến chế phẩm phun loãng trong nước để chống các loài gây hại hoặc điều chỉnh sự tăng trưởng của thực vật tại chỗ bao gồm

a) pha nước liên tục bao gồm chất mang lỏng thích hợp, như nước hoặc phân bón lỏng, với lượng đủ để thu được nồng độ cuối mong muốn của mỗi thành phần hoạt tính trong chế phẩm phun;

b) ít nhất một pha rắn, phân tán, có chứa các hạt polyme được điều chế từ nhựa có thể hóa rắn hoặc polyme hóa hoặc polyme nhiệt dẻo đông rắn được, trong đó bề mặt ngoài của các hạt này có chứa vật liệu keo rắn và trong đó các hạt có ít nhất một thành phần hoạt tính nông hóa phân bố trong chúng; và

c) tùy ý, ít nhất một thành phần hoạt tính nông hóa được phân tán, hòa tan, tạo huyền phù, tạo vi nhũ tương và/hoặc tạo nhũ tương trong chất mang lỏng.

Trong phương án khác mà không phải là một phần của sáng chế, tài liệu này đề cập đến chế phẩm thuốc trừ sâu loãng và/hoặc PGR để áp dụng thể tích siêu nhỏ (ULV) bao gồm:

a) pha liên tục chứa dung môi làm chất mang có điểm bốc cháy khoảng 55°C với lượng đủ để thu được nồng độ cuối mong muốn của mỗi thành phần hoạt tính trong chế phẩm ULV;

b) ít nhất một pha rắn, phân tán, có chứa các hạt polyme được điều chế từ nhựa có thể hóa rắn hoặc polyme hóa hoặc polyme nhiệt dẻo đông rắn được, trong đó bề mặt ngoài của các hạt này có chứa vật liệu keo rắn và trong đó các hạt có ít nhất một thành phần hoạt tính nông hóa phân bố trong chúng.

Khía cạnh khác mà không phải là một phần của sáng chế được bộc lộ trong tài liệu này đề cập đến phương pháp chống hoặc phòng ngừa các loài gây hại trên các cây trồng hữu ích hoặc điều chỉnh tăng trưởng của các cây này, phương pháp nói trên bao gồm:

1) xử lý diện tích mong muốn, như các thực vật, các bộ phận của thực vật hoặc nơi trồng chúng bằng chế phẩm đặc bao gồm:

a) pha lỏng trong nước liên tục, tùy ý có chứa ít nhất một thành phần hoạt tính nông hóa, và cũng tùy ý có chứa ít nhất một thành phần axit hoặc bazơ;

b) ít nhất một pha rắn, phân tán, có chứa các hạt polyme được điều chế từ nhựa có thể hóa rắn hoặc polyme hóa hoặc polyme nhiệt dẻo đông rắn được, trong đó bề mặt ngoài của các hạt này có chứa vật liệu keo rắn và trong đó các hạt có ít nhất một thành phần hoạt tính nông hóa phân bố trong chúng; hoặc

2) pha loãng chế phẩm đặc, nếu cần, trong chất mang thích hợp như nước, phân bón lỏng hoặc dung môi làm chất mang có điểm bốc cháy khoảng 55°C với lượng đủ để thu được nồng độ cuối mong muốn của mỗi thành phần hoạt tính nông hóa; và sau đó xử lý diện tích mong muốn, như các cây, các bộ phận của cây hoặc nơi trồng chúng bằng chế phẩm phun loãng hoặc ULV.

Thuật ngữ cây để chỉ mọi bộ phận vật lý của cây, bao gồm hạt, cây giống con, cây non, rễ, thân củ, thân cây, cọng lá, tán lá và quả. Thuật ngữ địa điểm trồng để chỉ nơi cây đang trồng hoặc dự định trồng.

Chế phẩm theo sáng chế là thích hợp cho tất cả các phương pháp áp dụng thường dùng trong nông nghiệp, như áp dụng trước nảy mầm, áp dụng sau nảy mầm, sau thu hoạch và phủ hạt. Các chế phẩm theo sáng chế là thích hợp cho các áp dụng trước hoặc sau thu hoạch cho diện tích gieo trồng.

Các chế phẩm theo sáng chế là đặc biệt thích hợp để chống và/hoặc phòng ngừa các loài gây hại trên các cây trồng có ích hoặc để điều chỉnh tăng trưởng các cây này. Các cây trồng có ích được ưu tiên bao gồm cải dầu, ngũ cốc như lúa mạch, yến mạch, lúa mạch đen và lúa mì, bông, ngô, đậu tương, củ cải đường, các loại quả, quả mọng, quả hạch, rau, hoa, cây thân gỗ, cây bụi và cỏ. Các thành phần được dùng trong chế phẩm theo sáng chế có thể được áp dụng trong nhiều cách khác nhau đã biết đối với những người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này. Tỷ lệ mà các chế phẩm được áp dụng phụ thuộc vào chủng loại riêng biệt của loài gây hại được kiểm soát, mức độ kiểm soát yêu cầu, và thời gian và phương pháp áp dụng.

Cây trồng cũng được hiểu là cũng bao gồm các cây trồng đã được làm cho chịu đựng được thuốc diệt cỏ hoặc các loại thuốc diệt cỏ (như các chất ức chế ALS, GS, EPSPS, PPO, ACCase và HPPD) bằng các phương pháp gây giống thông thường hoặc bằng công nghệ gen. Ví dụ về cây đã được làm cho chịu đựng được các imidazolinon, như imazamox, bằng các phương pháp gây giống thông thường là cải dầu mùa hè Clearfield® (canola). Ví dụ về cây đã được làm cho chịu đựng được các loại thuốc diệt cỏ bằng phương pháp công nghệ gen bao gồm, ví dụ như các giống ngô kháng glyphosat và glufosinat có thể nua được dưới tên thương mại RoundupReady® và LibertyLink®.

Cây trồng cũng được hiểu là các cây trồng đã được làm cho chịu đựng được các loài côn trùng gây hại bằng các phương pháp công nghệ gen, ví dụ như ngô Bt (kháng sâu đục thân Châu Âu), bông Bt (kháng một quả bông) và cả khoai tây Bt (kháng bọ cánh cứng Colorado). Các ví dụ về ngô Bt là ngô lai Bt 176 của NK® (Syngenta Seeds). Độc tố Bt là protein được tạo thành trong tự nhiên bởi vi khuẩn đất *Bacillus thuringiensis*. Các ví dụ về các độc tố hoặc các cây chuyển gen có thể tổng hợp các độc tố này được mô tả trong EP-A-451 878, EP-A-374 753, WO 93/07278, WO 95/34656, WO 03/052073 và EP-A-427 529. Các ví dụ về các cây chuyển gen bao gồm một hay nhiều gen mã hóa kháng sâu bọ và biểu hiện một hoặc nhiều độc tố là KnockOut® (ngô), Yield Gard® (ngô), NuCOTIN33B® (bông), Bollgard® (bông), NewLeaf® (khoai tây), NatureGard® và Protexcta®. Các cây trồng hoặc các hạt giống của chúng có thể kháng được cả thuốc diệt cỏ và đồng thời cả côn trùng ăn hại (các kết quả chuyển gen “chồng nhau”). Ví dụ như, hạt có thể có khả năng biểu hiện protein trừ sâu Cry3 và đồng thời chịu được glyphosat.

Cây trồng cũng được hiểu là bao gồm các cây trồng thu được bằng các phương pháp gây giống thông thường hoặc bằng công nghệ gen và bao gồm các đặc điểm được gọi là đầu ra (như tính ổn định lưu trữ được cải thiện, giá trị dinh dưỡng cao hơn và mùi vị được cải thiện).

Các cây hữu ích khác bao gồm các thảm cỏ, ví dụ như trong sân golf, bãi cỏ, công viên và ven đường hoặc các mảng cỏ trồng để bán, và các cây cảnh như cây hoa, cây bụi.

Diện tích trồng cây là diện tích đất mà trên đó các cây trồng đã được trồng hoặc trên đó hạt của các cây trồng này đã được gieo, và cũng là diện tích đất mà trên đó dự định để trồng các cây trồng này.

Các thành phần hoạt tính khác như thuốc diệt cỏ, chất điều chỉnh tăng trưởng, thuốc diệt tảo, thuốc diệt nấm, thuốc diệt vi khuẩn, thuốc diệt vi rút, thuốc diệt côn trùng, thuốc diệt bộ máy, thuốc diệt giun tròn hoặc thuốc diệt động vật thân mềm có thể có trong các chế phẩm theo sáng chế hoặc có thể được thêm vào dưới dạng chất trộn bẻ với các chế phẩm này.

Các chế phẩm theo sáng chế có thể có thêm các phụ gia trợ khác. Các phụ gia như vậy bao gồm chất làm đặc, chất làm tăng tính chảy dòng, tác nhân phân tán, chất tạo nhũ tương, chất làm ẩm, chất chống tạo bọt, chất kháng sinh, chất nhờn, chất độn, chất kiểm soát rửa trôi, chất làm tăng lắng đọng, tá dược, chất làm chậm bay hơi, chất chống đông lạnh, chất tạo mùi hấp dẫn côn trùng, chất chống tia UV, chất thơm và tương tự. Chất làm đặc có thể là hợp chất tan hoặc có khả năng trương trong nước, ví dụ như các polysaccharit của xanthan (ví dụ, các anionic heteropolysaccharit như RHODOPOL® 23 (Xanthan Gum)(Rhodia, Cranbury, NJ)), các alginat, guar hoặc xeluloza; các chất phân tử lớn tổng hợp, như các polyme trên cơ sở xeluloza biến tính, các polycarboxylat, bentonit, montmorillonit, hectonit, hoặc atapulgite. Các chất chống đông lạnh có thể là, ví dụ như etylen glycol, propylen glycol, glyxerol, dietylen glycol, sacaroza, các muối tan trong nước như natri clorua, sorbitol, trietylen glycol, tetraetylen glycol, ure, hoặc các hỗn hợp của chúng. Các chất chống tạo bọt điển hình là các dầu silicon, polydialkylsiloxan, đặc biệt là các polydimethylsiloxan, các este flo béo hoặc các perfloroalkylphosphonic/perfloroalkylphosphonic axit hoặc các muối và các hỗn hợp của chúng. Các chất tạo bọt thích hợp là các polydimethylsiloxan, như Dow Corning® Antifoam A, Antifoam B hoặc Antifoam MSA. Các chất kháng sinh điển hình bao gồm 1,2-benzisothiazolin-3-one, có thể mua được như PROXEL® GXL (Arch Chemicals).

Các chế phẩm theo sáng chế có thể được trộn với phân bón và vẫn duy trì được tính ổn định của chúng.

Các chế phẩm theo sáng chế có thể được dùng trong các phương pháp nông nghiệp thông thường. Ví dụ, các chế phẩm theo sáng chế có thể được trộn với nước và/hoặc phân bón và có thể được dùng trước và/hoặc sau nảy mầm cho nơi khu trú mong muốn bằng bất cứ cách nào, như bể phun từ máy bay, thiết bị tưới, thiết bị phun bơm trực tiếp, thùng phun đeo vai, bể tắm gia súc, thiết bị trang trại dùng cho phun dưới đất (ví dụ như máy phun cần, máy phun cầm tay), và tương tự. Nơi khu trú mong muốn có thể là đất, cây, và tương tự.

Trong phạm vi của bản mô tả này có bốn phương pháp khác nhau để tạo ra các hạt polyme của pha phân tán có chứa hóa chất, chúng được mô tả theo cách mà trong đó hóa chất là thành phần hoạt tính nông nghiệp. Mỗi phương pháp đều cho pha phân tán có chứa chất nền polyme rắn với ít nhất một thành phần hoạt tính nông nghiệp được phân bố trong đó, một vật liệu rắn keo ở bề mặt, tùy chọn một hóa chất linh động không có liên kết ngang sao cho khi tách hóa chất này khỏi pha phân tán để lại các lỗ xốp theo cách cho phép (các) thành phần hoạt tính nông nghiệp khuếch tán khỏi pha phân tán, tùy chọn, nền polyme có các nhóm ưa nước bị hydrat hóa khi tiếp xúc với nước và làm cho nền có khả năng thấm qua theo cách cho phép (các) thành phần hoạt tính nông nghiệp khuếch tán khỏi pha phân tán, và tùy chọn, khoáng không xốp làm cho pha phân tán có khả năng không thấm qua cao hơn đối với các thành phần hoạt tính nông nghiệp.

Phương pháp thứ nhất bao gồm các bước sau:

1. điều chế dịch đặc phân tán bằng cách hòa tan hoặc tạo huyền phù ít nhất một thành phần hoạt tính nông nghiệp trong hỗn hợp lỏng không nước có thể hóa rắn có chứa ít nhất một nhựa có thể liên kết ngang thích hợp (bao gồm các monome, oligome, tiền polyme hoặc các hỗn hợp của chúng), tùy chọn trong đó nhựa có chứa các nhóm ưa nước, tùy ý chứa chất hóa cứng, xúc tác hoặc khơi mào thích hợp và một hoặc nhiều thành phần

được chọn từ các khoáng dạng hạt không xếp làm rào cản khuếch tán và/hoặc các hóa chất linh động không tạo liên kết ngang;

2. nhũ tương hóa dịch đặc phân tán nói trên vào chất lỏng chứa nước để có kích thước giọt trung bình từ 1 – 200 micron, chất lỏng này cũng chứa vật liệu rắn keo làm chất ổn định nhũ tương (Pickering), và tùy ý chứa, chất hóa cứng, xúc tác hoặc khơi mào thích hợp nhất định có thể khuếch tán vào các giọt nhựa phân tán chưa hóa rắn; và

3. tiến hành tạo liên kết ngang hoặc hóa rắn hỗn hợp nhựa có thể liên kết ngang để tạo thành các hạt polyme nhiệt rắn đã hóa rắn.

Phương pháp thứ hai về cơ bản giống với phương pháp thứ nhất, ngoại trừ là dịch đặc phân tán có chứa nhựa polyme hóa được làm chất lỏng không nước thay cho nhựa có thể liên kết ngang. Thay cho phản ứng hóa rắn ở bước 3, các hạt của pha phân tán được tạo thành bằng phản ứng polyme hóa, sao cho thu được pha phân tán bao gồm các hạt polyme nhiệt dẻo thay vì các hạt polyme nhiệt rắn.

Phương pháp thứ ba bao gồm các bước sau:

1. hòa tan hoặc tạo huyền phù ít nhất một thành phần hoạt tính nông hóa trong hỗn hợp chất lỏng không nước có chứa ít nhất một polyme có thể hóa rắn thích hợp được hòa tan trong dung môi dễ bay hơi, và một hoặc nhiều thành phần tùy chọn được chọn từ các khoáng dạng hạt không xếp làm rào cản khuếch tán và/hoặc các hóa chất linh động không tạo liên kết ngang;

2. nhũ tương hóa dung dịch nói trên vào chất lỏng chứa nước để có kích thước giọt trung bình 1 – 200 micron, chất lỏng này cũng chứa vật liệu rắn keo làm chất ổn định nhũ tương (Pickering); và

3. tiến hành cho bay hơi dung môi dễ bay hơi bằng cách đun nóng nhũ tương đến nhiệt độ khoảng 30-120°C trong khoảng 0,1- 10 giờ để tạo các hạt polyme nhiệt dẻo rắn.

Phương pháp điều chế thứ tư bao gồm các bước sau:

1. điều chế dịch đặc phân tán bằng cách hòa tan hoặc tạo huyền phù ít nhất một thành phần hoạt tính nông hóa trong hỗn hợp lỏng không nước có thể hóa rắn có chứa

dạng nóng chảy của ít nhất một polyme nhiệt dẻo có thể đông rắn thích hợp và một hoặc nhiều thành phần tùy chọn được chọn từ các khoáng dạng hạt không xếp làm rào cản khuếch tán và/hoặc các hóa chất linh động không tạo liên kết ngang,

2. nhũ tương hóa dịch đặc phân tán nói trên vào chất lỏng chứa nước đã được đun nóng để có kích thước giọt trung bình 1 – 200 micron, chất lỏng này cũng chứa vật liệu rắn keo làm chất ổn định nhũ tương (Pickering); và

3. làm lạnh nhũ tương để thu được các hạt polyme nhiệt dẻo.

Trong một phương án của bản mô tả này, dịch đặc phân tán được điều chế bằng cách:

a. hòa tan hoặc tạo huyền phù ít nhất một thành phần hoạt tính nông hóa trong hỗn hợp lỏng không nước (đã trộn trước) có chứa ít nhất một nhựa có thể hóa rắn hoặc polyme hóa thích hợp (bao gồm các monome, oligome, tiền polyme hoặc các hỗn hợp của chúng), tùy chọn chất hóa cứng, xúc tác hoặc khơi mào thích hợp và một hoặc nhiều thành phần tùy chọn được chọn từ các khoáng dạng hạt không xếp (làm rào cản khuếch tán) và/hoặc các hóa chất linh động không tạo liên kết ngang;

b. nhũ tương hóa dung dịch hoặc huyền phù nói trên vào chất lỏng nước để có kích thước giọt trung bình 1 – 200 micron, chất lỏng này cũng chứa vật liệu rắn keo làm chất ổn định nhũ tương (Pickering) và tùy chọn, chất hóa cứng, xúc tác hoặc khơi mào thích hợp nào đó có thể khuếch tán vào các giọt nhựa phân tán chưa hóa rắn hoặc chưa polyme hóa; và

c. tiến hành tạo liên kết ngang, hóa rắn hoặc polyme hóa hỗn hợp nhựa để tạo thành các hạt polyme nhựa nhiệt rắn đã hóa rắn hoặc nhiệt dẻo đã polyme hóa có ít nhất một thành phần hoạt tính nông nghiệp phân bố trong chúng và ít nhất một vật liệu rắn keo trên bề mặt của chúng và sau khi hóa rắn, các hạt này được phân tán trong chất lỏng chứa nước.

Trong một phương án, dịch đặc phân tán được điều chế bằng cách thêm chất hóa cứng qua pha liên tục, sau khi nhũ tương Pickering được tạo thành, sao cho hỗn hợp trộn trước của pha phân tán không hóa rắn được. Tùy chọn, một chất hóa cứng phản ứng rất

chậm thứ nhất có thể được dùng trong dịch đặc phân tán, và sau đó chất hóa cứng đóng rắn nhanh thứ hai, chất tăng tốc hoặc xúc tác có thể được thêm vào qua pha liên tục. Các chất thứ hai này được thêm vào pha liên tục sau khi pha phân tán đã được nhũ tương hóa, do đó chúng cần được chọn là chất trộn lẫn được trong pha liên tục. Các chất hóa cứng đóng rắn nhanh trộn lẫn được trong nước bao gồm dietylen triamin, trietylen tetramin, xylen diamin, polyetylen glycol diamin, và polyoxypropylen diamin. Các hỗn hợp chất hóa cứng cũng có thể được dùng cho linh hoạt hơn.

Trong một phương án, dịch phân tán dạng đặc được điều chế bằng cách thêm hỗn hợp trộn trước của pha phân tán vào hỗn hợp trộn trước của pha liên tục, trong đó:

1) hỗn hợp trộn trước của pha phân tán được điều chế bằng cách pha trộn bằng máy trộn biến dạng trượt cao: ít nhất một thành phần hoạt tính nông nghiệp, ít nhất một monome, oligome, tiền polyme hoặc hỗn hợp của chúng của nhựa có thể hóa rắn hoặc polyme hóa thích hợp, một chất hóa cứng, xúc tác hoặc khơi mào thích hợp, một hóa chất linh động không tạo liên kết ngang tùy chọn, và một chất khoáng không xốp dạng hạt tùy chọn làm rào cản khuếch tán;

2) hỗn hợp trộn trước của pha liên tục được điều chế bằng cách pha trộn bằng máy trộn biến dạng trượt thấp: chất lỏng chứa nước với vật liệu rắn keo làm chất ổn định nhũ tương.

Các hỗn hợp thu được của hỗn hợp trộn trước của pha phân tán và hỗn hợp trộn trước của pha liên tục được khuấy dưới điều kiện biến dạng trượt cao trong thời gian thích hợp để tạo thành nhũ tương Pickering và sau đó được đun nóng hoặc phơi sáng hoặc bức xạ điện từ khác (UV, sóng cực ngắn) khi cần, để polyme hóa pha phân tán. Mức biến dạng trượt và thời gian nhũ tương hóa có thể được xác định dễ dàng bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này, được hướng dẫn bởi quan sát sau: nếu mức biến dạng trượt là quá thấp, nhũ tương và các hạt chất nền polyme thu được là tương đối thô và có thể lớn hơn mong muốn; nếu thay vào đó, mức biến dạng trượt là quá cao hoặc thời gian quá lâu, vật liệu keo ổn định nhũ tương cuối cùng thoát hết ra khỏi pha liên tục, làm mọi bề mặt phân cách mới giữa các pha phân tán và liên tục không được bảo vệ một cách có

hiệu quả, vào lúc này, sự ngưng tụ nhanh hoặc kết bông dị thể pha phân tán xảy ra và nhũ tương Pickering mất hiệu quả.

Trong một phương án, hỗn hợp của hỗn hợp trộn trước của pha phân tán và hỗn hợp trộn trước của pha liên tục được khuấy dưới điều kiện biên dạng trượt cao trong 5-10 phút và đun nóng đến nhiệt độ khoảng 30-120°C trong khoảng 0,1- 10 giờ để thực hiện phản ứng hóa rắn.

Trong một phương án, dịch đặc phân tán được điều chế bằng cách:

a. hòa tan hoặc tạo huyền phù ít nhất một thành phần hoạt tính nông hóa trong hỗn hợp lỏng không nước có chứa ít nhất một polyme thích hợp được hòa tan trong dung môi dễ bay hơi, và một hoặc nhiều thành phần tùy chọn được chọn từ các khoáng dạng hạt không xốp (làm rào cản khuếch tán) và/hoặc các hóa chất linh động không tạo liên kết ngang;

b. nhũ tương hóa dung dịch nói trên vào chất lỏng chứa nước để có kích thước giọt trung bình 1 – 200 micron, chất lỏng này cũng chứa vật liệu rắn keo làm chất ổn định nhũ tương (Pickering); và

c. tiến hành cho bay hơi dung môi dễ bay hơi bằng cách đun nóng nhũ tương đến nhiệt độ khoảng 30-120°C trong khoảng 0,1- 10 giờ để tạo các hạt polyme nhiệt dẻo rắn có ít nhất một thành phần hoạt tính nông nghiệp phân bố trong chúng và các vật liệu keo rắn ở mặt ngoài của chúng và các hạt này được phân tán trong chất lỏng chứa nước. Nếu cần, chất lỏng có thể được thêm tiếp vào pha liên tục để thay thế cho chất lỏng bất kỳ bị mất mát trong quá trình cho bay hơi.

Các nhựa có thể polyme hóa thích hợp để dùng trong điều chế các hạt polyme rắn của pha rắn phân tán bao gồm các nhựa nhiệt rắn như nhựa epoxy, nhựa phenolic, nhựa aminoplast và nhựa polyester.

Các nhựa có thể polyme hóa thích hợp khác để dùng trong điều chế các hạt polyme rắn của pha rắn phân tán bao gồm các nhựa nhiệt dẻo như các styren, methyl metacrylat, và acrylic.

Các polyme nhiệt dẻo thích hợp bao gồm các polyme của các nhựa nhiệt dẻo đã được mô tả trên, cũng như các polyme như xeluloza axetat, polyacrylat, polycaprolacton và axit polylactic.

Theo sáng chế, nhựa epoxy được sử dụng để tạo các hạt chất nền polyme. Đối với các epoxy, tất cả các di- và polyepoxit monome, các tiền polyme thông thường hoặc các hỗn hợp của chúng đều là các nhựa epoxy thích hợp để thực hiện sáng chế. Trong một phương án, các nhựa epoxy thích hợp là các nhựa lỏng ở nhiệt độ thường. Các di- và polyepoxit có thể là các hợp chất béo, vòng béo hoặc thơm. Ví dụ điển hình về các hợp chất này là các diglycidyl ete của bisphenol A, glyxerol hoặc resorcinol, các glycidyl ete và β -methylglycidyl ete của các diol hoặc polyol béo hoặc vòng béo, bao gồm các ete của bisphenol A hydro hóa, etylen glycol, 1,2-propandiol, 1,3-propandiol, 1,4-butandiol, dietylen glycol, polyetylen glycol, polypropylen glycol, glyxerol, trimetylolpropan hoặc 1,4-dimetylolxyclohexan hoặc của 2,2-bis(4-hydroxyxyclohexyl)-propan, các glycidyl ete của các di- và polyphenol, điển hình là resorxinol, 4,4'-dihydroxydiphenylmetan, 4,4'-dihydroxydiphenyl-2,2-propan, các novolak và 1,1,2,2-tetrakis(4-hydroxyphenyl)etan, Các ví dụ khác là các hợp chất N-glycidyl, bao gồm các hợp chất diglycidyl của etylen ure, 1,3-propylen ure hoặc 5-dimethylhydantoin hoặc của 4,4'-metylen-5,5'-tetrametyldihydantoin, hoặc các hợp chất như triglycidyl isoxyanurat hoặc các epoxy có thể bị phân hủy sinh học/dẫn xuất sinh học (trên cơ sở dầu thực vật).

Các hợp chất glycidyl khác quan trọng trong kỹ thuật là các glycidyl este của các carboxylic axit, đặc biệt là các di- và polycarboxylic axit. Ví dụ điển hình là các glycidyl este của suxinic axit, adipic axit, azelaic axit, sebaxic axit, phthalic axit, terephthalic axit, tetra và hexahydrophthalic axit, isophthalic axit hoặc trimellitic axit hoặc của các axit béo polyme hóa một phần, ví dụ như các axit béo dime hóa.

Ví dụ của các hợp chất polyepoxit khác với glycidyl là các diepoxit của vinylcyclohexen và dicyclopentadien, 3-(3',4'-epoxyxyclohexyl)-8,9-epoxy-2,4-dioxaspiro[5.5]undecan, 3',4'-epoxyxyclohexylmetyl este của 3,4-epoxyxyclohexancarboxylic axit, butadien diepoxit hoặc isopren diepoxit, các dẫn xuất linoleic epoxy hóa hoặc polybutadien epoxy hóa.

Các nhựa epoxy thích hợp khác là các diglycidyl ete hoặc các diglycidyl ete biến tính của các dihydric phenol hoặc dihydric alcohol béo có 2 đến 4 nguyên tử cacbon, ưu tiên là các diglycidyl ete hoặc diglycidyl ete biến tính của 2,2-bis(4-hydroxyphenyl)-propan và bis(4-hydroxyphenyl)metan hoặc hỗn hợp của các nhựa epoxy này.

Các chất hóa cứng nhựa epoxy thích hợp để thực hiện sáng chế có thể là chất hóa cứng nhựa epoxy bất kỳ, điển hình là được chọn từ các amin bậc một và bậc hai và các sản phẩm cộng của chúng, xyanamit, dixyandiamit, các polycarboxylic axit, các anhydrit của polycarboxylic axit, polyamin, polyamino-amit, các polyadduct của các amin và các polyepoxit và polyol.

Các loại hợp chất amin khác nhau (các mono, di hoặc polyamin) có thể được dùng làm chất hóa cứng như các amin béo (dietylen triamin, polyoxypropylen triamin v.v.), các amin vòng béo (isophoron diamin, aminoetyl piperazin hoặc diaminocyclohexan v.v.), hoặc các amin thơm (diamino diphenyl metan, xylen diamin, phenylen diamin v.v.). Các amin bậc một và bậc hai có thể dùng rộng rãi làm chất hóa cứng, trong khi các amin bậc ba thường có tác dụng như xúc tác.

Mặc dù các chất hóa cứng epoxy điển hình là các amin, vẫn có các lựa chọn khác và chúng cho khả năng linh hoạt hơn để thích hợp cho các hóa chất có thể không ổn định hoặc hòa tan khi có mặt amin, hoặc cho dải rộng về tốc độ hóa rắn cần đạt tới.

Ví dụ như, các chất hóa cứng thích hợp khác là các anhydrit của các axit polycarboxylic, điển hình là phthalic anhydrit, nadic anhydrit, metylnadic anhydrit, metyltetrahydrophthalic anhydrit, metylhexahydrophthalic anhydrit và ngoài ra, tetrahydrophthalic anhydrit và hexahydrophthalic anhydrit.

Theo sáng chế, các chất ổn định nhũ tương keo Pickering thuộc loại bất kỳ có thể dùng để ổn định nhũ tương trước bước đóng rắn pha phân tán vào chất nền polyme rắn, không phụ thuộc vào kiểu chất nền polyme, trong đó pha phân tán có chứa hóa chất như thành phần hoạt tính nông hóa, và tùy chọn trong đó pha phân tán có chứa phương tiện để kiểm soát tính thấm của chất nền và do đó, kiểm soát tốc độ giải phóng thành phần hoạt tính nông hóa khi áp dụng.

Cụ thể hơn, các chất rắn như các silicat và đất sét đã được phổ biến trong tài liệu để dùng làm các chất thay đổi độ nhớt trong các chế phẩm nông hóa nhằm hạn chế đóng cặn do trọng lực hoặc tách bùn do tạo mạng lưới hoặc gel trong pha liên tục, do đó làm tăng độ nhớt biến dạng trượt thấp và làm chậm chuyển dịch của các hạt nhỏ, các mixen bề mặt hoặc các giọt nhũ tương. Các vật liệu rắn keo theo sáng chế thay vào đó được dùng như quá trình trợ giúp để ổn định các giọt chứa monome của nhựa trong khi đóng rắn do hấp phụ lên bề mặt phân cách lỏng – lỏng tạm thời, do đó tạo thành rào chắn quanh các giọt đang hóa rắn sao cho các giọt đang hóa rắn tiếp xúc hoặc nằm gần nhau không bị kết khối, bất kể các giọt đang hóa rắn này có bị đọng lại trong lớp cặn hoặc bùn hay không. Có khả năng phân biệt hai chức năng khác nhau – làm thay đổi lưu biến hoặc ổn định nhũ tương, bằng phép thử chức năng như được mô tả dưới đây. Độ hiệu quả của vật liệu rắn keo trong việc ổn định nhũ tương của các giọt polyme đang hóa rắn phụ thuộc vào kích thước hạt, hình dạng hạt, nồng độ hạt, khả năng thấm ướt của hạt và tương tác giữa các hạt. Các vật liệu rắn keo cần phải đủ nhỏ để chúng có thể phủ lên bề mặt các giọt polyme phân tán lỏng đang hóa rắn, và các giọt lỏng đang hóa rắn cần phải đủ nhỏ để phân tán ổn định chấp nhận được, đề phòng lắng đọng các hạt polyme rắn thu được nếu dịch đặc phân tán có chứa các hạt này được pha loãng để dùng. Các hạt polyme cuối cùng (và do đó, cả vật liệu rắn keo) cũng cần đủ nhỏ để cho mức phân bố sản phẩm chấp nhận được ở vị trí

đích. Vật liệu rắn keo cũng cần có tính tương hợp đủ đối với cả hai chất lỏng tạo nên các pha phân tán và liên tục sao cho chúng có khả năng hấp phụ lên bề mặt phân cách lỏng – lỏng tạm thời và do đó ổn định được nhũ tương trong khi hóa rắn. Đặc tính thấm ướt, hình dạng hạt và sự thích hợp để ổn định nhũ tương kiểu Pickering có thể đánh giá dễ dàng bằng cách điều chế một chế phẩm đối chứng không có vật liệu rắn keo làm chất ổn định nhũ tương. Trong trường hợp này, các giọt polyme lỏng đang đông rắn kết tụ và tạo thành khối bền chắc thay cho việc phân tán thành các hạt polyme rắn mịn.

Trong một phương án, các vật liệu rắn keo có đường kính cỡ hạt nằm giữa các số đo về khối lượng khi được đo bằng kính hiển vi điện tử quét là 0,01 – 2,0 micron, đặc biệt là 0,5 micron hoặc nhỏ hơn, đặc biệt hơn là 0,1 micron hoặc nhỏ hơn.

Một dải rộng các chất rắn khác nhau có thể được dùng làm chất ổn định keo cho điều chế các hệ phân tán theo sáng chế bao gồm than muối, các oxit kim loại, hydroxit kim loại, cacbonat kim loại, sulfat kim loại, polyme, silicat và sét. Các chất ổn định keo thích hợp là các chất không tan trong bất kỳ pha lỏng nào có mặt trong điều chế chế phẩm đặc. Nếu một thành phần hoạt tính nông hóa nào có độ tan thấp thích hợp trong chất lỏng bất kỳ được dùng để pha loãng chế phẩm cuối, và trong cả hai pha lỏng liên tục và phân tán (tạm thời), độ tan này là thấp hơn khoảng 100 ppm ở nhiệt độ phòng, và có thể được điều chế ở kích thước hạt thích hợp, và có tính thấm ướt thích hợp đối với bề mặt phân cách lỏng – lỏng tạm thời như được mô tả ở trên, thì cũng có khả năng là thành phần hoạt tính này có thể được dùng làm chất ổn định keo. Các ví dụ về các vật liệu vô cơ dạng hạt là các hợp chất oxy của ít nhất một trong các chất calci, magie, nhôm và silic (hoặc các dẫn xuất của các chất này), như thạch anh, silicat, cẩm thạch, sét và hoạt thạch. Các vật liệu vô cơ dạng hạt có thể có sẵn trong tự nhiên hoặc được tổng hợp trong các lò phản ứng. Vật liệu vô cơ dạng hạt có thể là khoáng, được chọn, nhưng không bị giới hạn ở cao lanh, bentonit, alumin, đá vôi, bauxit, thạch cao, magie cacbonat, canxi cacbonat (cặn hoặc sa lắng), perlit, dolomit, diatomit, huntit, magiesit, boehmit, sepiolit, palygorskit, mica, vermiculit, illit, hydrotalxit, hectorit, haloysit và gibsit. Các sét thích hợp khác (ví dụ như các aluminosilicat) bao gồm các sét có chứa kaolinit, montmorillonit hoặc các

nhóm illit của khoáng sét. Các ví dụ đặc biệt khác là attapulgit, laponit và sepiolit. Các polyme kết chùm các vật liệu keo (như xanthan trong trường hợp keo cao lanh) cũng có thể cải thiện tính ổn định của các nhũ tương Pickering.

Trong một phương án, các chất vô cơ dạng hạt không có lỗ xốp cũng được phân bố trong các hạt polyme cùng với thành phần hoạt tính nông hóa để dùng làm rào cản khuếch tán tùy chọn. Rào cản khuếch tán này được điều chế bằng cách hòa tan hoặc tạo huyền phù các chất này cùng với thành phần hoạt tính nông nghiệp (ví dụ như loại nhạy cảm với nước) trong hỗn hợp lỏng không nước có thể hóa rắn được dùng để điều chế các hạt polyme nhựa nhiệt rắn hoặc nhiệt dẻo dưới dạng pha phân tán b). Các chất làm rào cản khuếch tán dạng hạt không có lỗ xốp thích hợp bao gồm than muội, các oxit kim loại, hydroxit kim loại, cacbonat kim loại, sulfat kim loại, polyme, silicat, mica và đất sét.

Trong một khía cạnh theo sáng chế, chất vô cơ dạng hạt là đất sét cao lanh. Đất sét cao lanh cũng được gọi là sét trung hoa hay cao lanh chịu nước, và có chứa chủ yếu là khoáng kaolinit ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$), silicat nhôm chịu nước (hoặc aluminosilicat).

Trong một khía cạnh theo sáng chế, chất vô cơ dạng hạt có thể là đã biến tính bề mặt. Đã biến tính bề mặt tức là bề mặt hạt vô cơ đã được biến tính để có các nhóm hoạt động. Bề mặt các hạt này có thể được biến tính khi dùng dải rộng các loại hóa chất khác nhau, có cấu trúc chung X---Y---Z, trong đó X là nửa hóa chất có tính tương hợp cao với bề mặt hạt, Z là nửa hóa chất (hoạt động) có chức năng mong muốn, và Y là nửa hóa chất nối kết X và Z với nhau.

X có thể là, ví dụ như nhóm alkoxy-silan, như tri-etoxysilan hoặc tri-metoxysilan hoặc trichlorosilan, các nhóm này là đặc biệt hữu dụng khi các hạt có nhóm silanol (SiOH) trên bề mặt của chúng. X cũng có thể là, ví dụ như nhóm axit (như nhóm carboxylic hoặc acrylic axit) các nhóm này là đặc biệt hữu dụng khi các hạt có các nhóm ba zơ trên bề mặt của chúng. X cũng có thể là, ví dụ như nhóm ba zơ (như nhóm amin), nhóm epoxy, hoặc nhóm không bão hòa (như nhóm acrylic hoặc vinyl).

Y có thể là bất kỳ nhóm hóa học nào nối kết X và Z với nhau, ví dụ như polyamit, polyisoxyanat, polyeste hoặc chuỗi alkylen; thích hợp nhất là chuỗi alkylen; và thích hợp hơn nữa là chuỗi C_{2-6} alkylen, như etylen hoặc propylen.

Các nhóm phản ứng Z có thể được chọn từ các nhóm bất kỳ, và có thể khác với Y, chúng có thể được dùng cho phản ứng có liên kết ngang.

Kiểu và lượng của vật liệu rắn keo được chọn sao cho tạo ra tính ổn định vật lý chấp nhận được của chế phẩm trong khi hóa rắn, polyme hóa, cho bay hơi dung môi hoặc các quá trình đóng rắn polyme khác. Điều này có thể xác định dễ dàng bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này bằng cách cho bay hơi thông thường dãy các chế phẩm chứa các lượng khác nhau của thành phần này. Ví dụ như, tính tương hợp của các vật liệu rắn keo để ổn định chế phẩm có thể xác minh bằng cách điều chế mẫu thử có vật liệu rắn keo và có thể xác nhận nhũ tương của các giọt là ổn định và không thể hiện kết tụ. Kết tụ biểu hiện bằng sự hình thành các giọt lớn có thể thấy được bằng mắt, và cơ bản là bởi sự hình thành lớp monome lỏng, polyme dạng tan chảy hoặc dung dịch polyme trong chế phẩm. Tính ổn định vật lý của chế phẩm trong khi hóa rắn, polyme hóa, cho bay hơi dung môi hoặc các quá trình đóng rắn polyme khác là chấp nhận được nếu không thể hiện rõ sự kết tụ đáng kể và các hạt polyme rắn có dưới dạng phân tán mịn.

Ví dụ như, trong một phương án, các vật liệu rắn keo được dùng với lượng từ 1 đến 80%, đặc biệt là từ 4 đến 50% khối lượng pha phân tán. Các hỗn hợp vật liệu rắn keo có thể được dùng.

Trong một phương án, một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt có thể tùy chọn được dùng thêm vào các chất ổn định keo cho nhũ tương Pickering, để kiểm soát một cách thuận tiện kích thước các giọt nhũ tương cùng với tốc độ biến dạng trượt được áp dụng trong quá trình nhũ tương hóa. Nếu có mặt, một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt được dùng với lượng từ 0,1% đến 90%, đặc biệt là từ 1% đến 60% khối lượng các chất ổn định keo cho nhũ tương Pickering. Trong một phương án cụ thể, các chất hoạt động bề

mặt được chọn để có HLB bằng hoặc thấp hơn 6. Trong một phương án cụ thể khác, chất hoạt động bề mặt là alkylamin 2-mol ethoxylat, hoặc có thể là nhóm alkyl có chứa từ khoảng 8 đến 18 nguyên tử cacbon.

Các ví dụ sau minh họa thêm cho một số khía cạnh của sáng chế, nhưng không có ý định giới hạn phạm vi sáng chế. Trong đó không có định nghĩa nào khác với định nghĩa và các yêu cầu bảo hộ trong bản mô tả này, các tỷ lệ phần trăm được tính theo khối lượng.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ 1 – 4 – Minh họa việc sử dụng các chất lỏng pha liên tục khác nhau

Hỗn hợp nhựa A của 19,1 g Nhựa Epoxy Loãng 635 (US Composites of West Palm Beach, FL) và 9,5 g Chất hóa cứng Epoxy 556 2:1 (cũng của US Composites) được điều chế. Các mẫu pha liên tục lỏng tiếp theo của 10 g chất lỏng sau đó được điều chế từng mẫu bằng cách trộn xoáy với 0,2 g silic oxit dạng khối Aerosil 200 làm chất ổn định keo : 9:1 etylen glycol:nước, 9:1 PEG200:nước, 9:1 glycerin:nước, và nước. Sau đó, 0,2 g hỗn hợp nhựa A được đưa vào mỗi mẫu pha liên tục và được phân tán bằng trộn xoáy. Các mẫu được đặt trên máy lắc sàn qua đêm ở nhiệt độ phòng và sau đó được kiểm tra bằng kính hiển vi quang học. Trong mỗi trường hợp, sự hiện diện hệ phân tán các hạt nhựa epoxy có đường kính khoảng 100 micron đã được xác nhận. Thực nghiệm này cho thấy rằng các hạt nhựa epoxy rắn nhỏ có thể được tạo thành trong dải rộng các pha nước lỏng liên tục khác nhau.

Các ví dụ 5 –7 – Minh họa việc sử dụng các vật liệu keo khác nhau để ổn định nhựa trước khi đóng rắn

Hỗn hợp nhựa B được điều chế bằng cách trộn lẫn 9g Nhựa Epoxy Loãng 635, 1,5g difenoconazol nghiền mịn và 4,5g Chất hóa cứng Epoxy 556 2:1. Pha liên tục lỏng tiếp theo sau đó được điều chế từng mẫu bằng cách trộn xoáy : 0,2g silic oxit dạng khối Aerosil 200 trong 9,8g nước, và 0,2 g oxit nhôm dạng khối trong 9,8g nước. Sau đó, 0,2 g hỗn hợp nhựa B được đưa vào mỗi mẫu pha liên tục và được phân tán bằng trộn xoáy. Các mẫu được đặt trên máy lắc sàn qua đêm ở nhiệt độ phòng và sau đó được kiểm tra

bằng kính hiển vi quang học. Trong mỗi trường hợp, sự hiện diện hệ phân tán các hạt nhựa epoxy có đường kính khoảng 100 micron đã được xác nhận. Ngoài ra, một mẫu được điều chế, trong đó pha liên tục lỏng không chứa một vật liệu rắn keo nào, và kết quả là cặn lớn của vật liệu epoxy rắn bám lên vách bình chứa. Thực nghiệm này cho thấy dải rộng các vật liệu rắn keo khác nhau có thể được dùng để ổn định các hệ phân tán nhựa epoxy, nhưng cũng cho thấy nếu không dùng vật liệu rắn keo thì nhựa sẽ dễ bị kết khối và cuối cùng đóng thành khối rắn.

Các ví dụ 8-16. Kết hợp các thành phần hoạt tính khác nhau vào nền polyme

Chín hỗn hợp nhựa riêng biệt khác nhau được điều chế bằng cách trộn lẫn 8 g Nhựa Epoxy Loãng 635, 4 g Chất hóa cứng Epoxy 556 2:1 và khoảng từ 1,0 đến 1,5g các thành phần hoạt tính được nghiền mịn sau: atrazin, azoxystrobin, bixylopyron, xyproconazol, difenoconazol, mesotrion, prodiamin, thiabendazol, thiametoxam. Khi kiểm tra lại đã nhận thấy rõ rằng ở các nồng độ này, bixylopyron và mesotrion hòa tan hoàn toàn trong nhựa lỏng, hầu hết xyproconazol hòa tan, và các thành phần hoạt tính khác hòa tan không đáng kể. 1g của mỗi hỗn hợp nhựa này được phân tán riêng biệt bằng khuấy xoáy vào 10 g mẫu pha liên tục lỏng, mỗi mẫu chứa 0,2 g silic oxit dạng khối Aerosil 200 phân tán trong 9,8 g nước. Các mẫu này được đặt trên máy lắc sàn qua đêm ở nhiệt độ phòng và sau đó khảo sát bằng kính hiển vi quang học. Trong mỗi trường hợp, sự có mặt hệ phân tán của các hạt nhựa epoxy có đường kính khoảng 100 micron được xác nhận. Các tinh thể thành phần hoạt tính thấy được bên trong các hạt epoxy dưới ánh sáng phân cực, ngoại trừ trong trường hợp của bixyclopyron và mesotrion, các tinh thể riêng biệt không nhìn thấy được do các thành phần hoạt tính này đã hòa tan vào nhựa epoxy – trong các trường hợp này, hạt nhựa epoxy nguyên vẹn có tính lưỡng chiết quang nhẹ, chỉ ra sự có mặt của các vùng khu trú tinh thể trong chất nền. Ví dụ này cho thấy rằng nhiều loại thành phần hoạt tính khác nhau có thể được giữ một cách có hiệu quả trong các hạt nhựa epoxy, bất kể chúng là không tan, tan một phần hoặc tan hoàn toàn trong nhựa này, và không cần sự thay đổi đáng kể trong quy trình, cũng như không cần sự có mặt của các thành phần khác.

Các ví dụ 17-18 minh họa việc giải thành phần hoạt tính vào các chất nền polystyren và polyacrylat

Điều chế chế phẩm

Pha phân tán được trộn trước bằng máy trộn biến dạng trượt như được mô tả trong bảng 1 dưới đây. Pha liên tục được trộn trước bằng máy trộn biến dạng trượt thấp. Pha phân tán trộn trước được thêm vào pha liên tục, và sau đó trộn bằng máy trộn biến dạng trượt cao trong 5- 10 phút. Để polyme hóa, chế phẩm đã được nhũ tương hóa được xử lý bằng nhiệt độ cao (70°C) trong 8 giờ. Đường kính trung bình của các hạt được xác định bằng máy đo kích thước chuyên dụng Malvern®.

Bảng 1.

	Ví dụ 17	Ví dụ 18
Pha phân tán	Atrazin 6% Monome styren 14,7% Metyl etyl keton peroxit 0,3%	Atrazin 6% Monome metylmetacrylat 14,7% Metyl etyl keton peroxit 0,3%
Pha liên tục	Aerosil A300 3% Phosphoric axit (8%) 0,05% Nước 75,95%	Aerosil A300 3% Phosphoric axit (8%) 0,05% Nước 75,95%
Đường kính hạt trung bình (µm)	13	14

Các ví dụ 19-20 minh họa việc kiểm soát tốc độ giải phóng bằng việc kết hợp phân tử linh động không tạo liên kết ngang vào chất nền polyme và các ví dụ 21-22 minh họa việc giải thành phần hoạt tính lỏng

Điều chế chế phẩm

Pha phân tán được trộn trước bằng máy trộn biến dạng trượt thấp như được mô tả trong bảng 2 dưới đây. Pha liên tục được trộn trước bằng máy trộn biến dạng trượt thấp. Pha phân tán trộn trước được thêm vào pha liên tục, và sau đó trộn bằng máy trộn biến dạng trượt cao trong 5- 10 phút. Để tăng nhanh phản ứng hóa rắn epoxy, chế phẩm đã

được trộn lẫn được xử lý bằng nhiệt độ cao (70°C) trong 3 giờ. Đường kính trung bình của các hạt được xác định bằng máy đo kích thước chuyên dụng Malvern®.

Tốc độ giải phóng

Các chế phẩm đã hóa rắn 19 và 20 được pha loãng trong nước với chất tạo nhũ tương thích hợp (Toximul TA-6, Stepfac 8180 hoặc Toximul 8320 v.v.) trong các bình thủy tinh và sau đó được khuấy. Nồng độ thành phần hoạt tính được giám sát bằng phân tích HPLC.

Bảng 2:

	Ví dụ 19	Ví dụ 20	Ví dụ 21	Ví dụ 22
Pha phân tán	Thiametoxam 5% Epoxy 635 10% Chất hóa cứng 556 5%	Thiametoxam 5% Epoxy 635 9% Chất hóa cứng 556 4,5% Polyetylen glycol (Ptl=200) 1,5%	Mefenoxam 5% Epoxy 635 10% Chất hóa cứng 556 5%	s-metolaclo 5% Epoxy 635 10% Chất hóa cứng 556 5%
Pha liên tục	Aerosil A200 2% Nước 78%	Aerosil A200 2% Nước 78%	Aerosil A200 2% Nước 78%	Aerosil A200 2% Nước 78%
Kích thước hạt trung bình (micromet)	55	45	25	27
% giải phóng thành phần hoạt tính	0,9	1,8	42	
0 giờ	1,2	2,3	51	
24 giờ	1,4	2,5	56	
48 giờ				

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm dạng dịch đặc phân tán trong nước bao gồm:
 - (a) pha lỏng nước liên tục; và
 - (b) ít nhất một pha rắn, được phân tán có chứa các hạt nền polyme có kích thước hạt trung bình ít nhất là từ 1 đến 200 μ m và được điều chế từ nhựa epoxy, trong đó mặt ngoài của các hạt nền polyme có chứa vật liệu rắn keo và trong đó các hạt nền polyme có ít nhất một thành phần hoạt tính nông hoá được phân bố trong chúng.
2. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó thành phần hoạt tính nông hóa bao gồm chất rắn và được phân bố trong pha rắn phân tán hoặc là chất lỏng và được phân bố trong pha rắn phân tán.
3. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 2, trong đó pha liên tục (a) còn bao gồm ít nhất là một thành phần hoạt tính nông hoá và thành phần hoạt tính này ở trạng thái được chọn từ dung dịch, nhũ tương, vi nhũ tương, hoặc huyền phù của các vi nang hoặc các hạt mịn.
4. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó mỗi pha rắn phân tán (b) có chứa polyme nhựa epoxy đã hóa rắn.
5. Phương pháp phòng ngừa hoặc chống lây nhiễm các loài gây hại trong các loài cây, hoặc điều chỉnh sự tăng trưởng của cây bằng cách pha loãng một lượng có hiệu quả chế phẩm dạng đặc theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4 với chất mang lỏng chứa nước được chọn từ nước và phân bón dạng lỏng, và sử dụng chế phẩm loãng này cho các loài thực vật hoặc địa điểm trồng chúng.
6. Quy trình điều chế chế phẩm dạng dịch đặc phân tán trong nước như nêu ở điểm 1 bao gồm các bước:
 - a. hòa tan hoặc tạo huyền phù ít nhất một thành phần hoạt tính nông hóa trong nhựa epoxy lỏng có thể hoá rắn, đóng rắn hoặc polyme hóa được, tùy ý chứa ít nhất

một hóa chất linh động không tạo liên kết ngang, tùy ý chứa chất khoáng dạng hạt không có lỗ xốp, và tùy ý chứa chất hoá rắn hóa học;

- b. kết hợp dung dịch hoặc huyền phù nói trên với chất lỏng chứa nước có chứa chất ổn định nhũ tương rắn, keo và tùy ý chứa chất hoá rắn hóa học và tiến hành khuấy cơ học đủ để tạo thành nhũ tương của dung dịch hoặc huyền phù nói trên; và
- c. tiến hành hoá rắn, đóng rắn hoặc polyme hóa nhựa để tạo thành hệ phân tán lỏng trong nước của các hạt nền polyme, các hạt này có chứa ít nhất một thành phần hoạt tính nông hóa và chất rắn keo được phân bố trên bề mặt các hạt nền polyme này.

7. Quy trình điều chế chế phẩm dạng dịch đặc phân tán trong nước như nêu ở điểm 1 bao gồm các bước:

- a. hòa tan hoặc tạo huyền phù ít nhất một thành phần hoạt tính nông hóa trong dung dịch của polyme epoxy nhiệt dẻo trong dung môi dễ bay hơi tùy ý chứa chất khoáng dạng hạt không có lỗ xốp và tùy ý chứa hóa chất linh động không tạo liên kết ngang.
- b. kết hợp dung dịch hoặc huyền phù nói trên với chất lỏng chứa nước có chứa chất ổn định nhũ tương rắn keo và khuấy cơ học đủ để tạo thành nhũ tương của dung dịch hoặc huyền phù nói trên; và
- c. dùng nhiệt để làm bay hơi dung môi dễ bay hơi để tạo thành hệ phân tán lỏng trong nước của các hạt nền polyme có chứa ít nhất một thành phần hoạt tính nông hóa và chất rắn keo được phân bố trên bề mặt các hạt nền polyme này.

8. Quy trình điều chế chế phẩm dạng dịch đặc phân tán trong nước như được nêu ở điểm 1 bao gồm các bước:

- a. hòa tan hoặc tạo huyền phù ít nhất một thành phần hoạt tính nông hóa ở dạng nóng chảy của nhựa epoxy tùy ý chứa chất khoáng dạng hạt không có lỗ xốp và tùy ý chứa hóa chất linh động không tạo liên kết ngang.
- b. kết hợp dung dịch hoặc huyền phù nói trên với chất lỏng chứa nước có chứa chất ổn định nhũ tương rắn keo và khuấy cơ học đủ để tạo thành nhũ tương của dung dịch hoặc huyền phù nói trên; và

- c. làm lạnh nhũ tương để đóng rắn pha phân tán và do đó tạo thành hệ phân tán lỏng trong nước của các hạt nền polyme epoxy có chứa ít nhất một thành phần hoạt tính nông hóa và chất rắn keo được phân bố trên bề mặt các hạt nền polyme này.