



(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)



1-0023319

(51)⁷ A01N 43/80; A01N 25/28

(13) B

(21) 1-2012-02874

(22) 15/03/2011

(86) PCT/IB2011/000543 15/03/2011

(87) WO2011/121407 06/10/2011

(30) 902/MUM/2010 29/03/2010 IN

(45) 27/04/2020 385

(43) 25/02/2013 299A

(73) UPL LIMITED (IN)

Uniphos House, Madhu Park, 11th Road, Khar (West), Mumbai 400 052, State of Maharashtra, India

(72) SHROFF, Jaidev, Rajnikant (GB); SHROFF, Vikram, Rajnikant (GB); JADHAV, Prakash, Mahadev (IN); BECKER, Christian (FR)

(74) Công ty TNHH Tầm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)

(54) CHẾ PHẨM HUYỀN PHÙ DẠNG VIÊN NANG VÀ QUY TRÌNH ĐIỀU CHẾ
CHẾ PHẨM NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm huyền phù dạng viên nang ổn định trong bảo quản chứa clomazone được bao nang trong thành vỏ polyme của vi nang, quy trình bào chế chúng và phương pháp kiểm soát cỡ đại bằng cách sử dụng chế phẩm này.

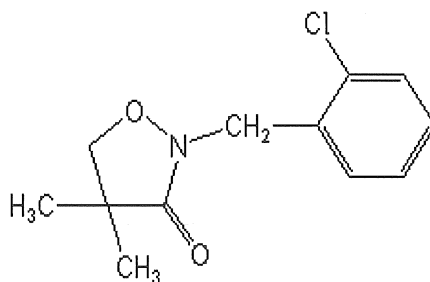
Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm hoá nông chứa clomazone được bao nang. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến chế phẩm hoá nông không bay hơi chứa clomazone được bao nang.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Clomazone là tên chung của chất diệt cỏ 2-(2-clorophenyl) metyl-4, 4-dimetyl-3-isoxazolinon. Nó là chất lỏng từ không màu đến màu nâu nhạt và nhớt ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ phòng, mà tạo thành chất rắn kết tinh màu trắng khi được làm mát. Nó không cháy trong tự nhiên.

Clomazone có công thức hoá học như sau:



Clomazone là chất diệt cỏ có hiệu quả cao, nhưng đáng tiếc là cũng dễ bay hơi. Lượng clomazone được dùng cho đất ở khu vực mục tiêu có thể di chuyển đến các khu vực xung quanh và gây ra sự bạc màu. Sự bạc màu này thường ở dạng làm trắng hoặc tẩy trắng ở mức độ nào đó, nhiều loại cây trồng, cây thân gỗ, hoặc cây cảnh. Sự tẩy trắng này, mà cũng thể hiện cơ chế hoạt động của chất diệt cỏ, có thể là tạm thời khi cây bị phơi nhiễm với nồng độ đủ thấp. Tuy nhiên, việc tẩy trắng của cây trồng, cây thân gỗ hoặc cây cảnh là không mong muốn ngay cả khi nó không dẫn đến sự tàn phá cây.

Clomazone là chất diệt cỏ phổ rộng được dùng để kiểm soát cỏ hàng năm và cỏ dại lá rộng trên các cánh đồng bông, đậu Hà Lan, bí ngô, rau, khoai lang, thuốc lá, bí mùa đông và lúa mì mùa đông. Nó có thể được dùng sớm trước khi trồng cây, trước khi nảy mầm hoặc được kết hợp trước khi trồng cây tùy thuộc vào loại cây trồng, khu vực địa lý và thời gian. Vì clomazone là chất ức chế sắc tố của cây, nên người dùng

phải sử dụng cẩn thận để tránh sự trôi hoặc bay hơi mà có thể gây tổn hại do tẩy trắng đối với tán lá không phải là đích.

Clomazone tương đối bền với sự phân hủy do ánh sáng UV. Nó dễ bay hơi và có thể bị trôi trong khi hoặc sau khi sử dụng, gây tổn thương cho cây trồng mẫn cảm, không phải là đích chẳng hạn như cây thân gỗ và cây thân bụi làm cảnh, cây hoa hồng, cây ngũ cốc nhỏ, cây cỏ linh lăng, cây hướng dương, và cây rau. Clomazone tan nhẹ trong nước, nhưng nó có xu hướng hấp thụ vào hạt đất ở mức trung bình. Do đó, nó có khả năng gây ô nhiễm nguồn nước ngầm từ mức thấp đến trung bình.

Cho đến nay, chế phẩm clomazone cô đặc nhũ hoá được không được bao nang là sẵn có. Tuy nhiên, khi sử dụng chế phẩm cô đặc nhũ hoá được thông thường, những cây trồng mẫn cảm xung quanh vùng đích dự kiến sử dụng thể hiện mức độ làm trắng khác nhau do khả năng bay hơi cao của clomazone. Do đó, mong muốn rằng chế phẩm clomazone được bao nang mà được cho là có khả năng làm giảm khả năng bay hơi của clomazone và cải thiện sự phân phối thành phần hoạt tính đến cây mục tiêu.

Nỗ lực điều chế chế phẩm clomazone được bao nang bằng cách bao nang clomazone trong vỏ polyme polyure và polyamit thường tạo ra chế phẩm mà không chỉ làm giảm ít hoặc không làm giảm khả năng bay hơi, mà còn có tính chất vật lý kém chẳng hạn như sự kết tụ không mong muốn của viên nang hoặc sự tách pha hoặc phá vỡ thành của viên nang khi phun mà dẫn đến không đạt được sự giảm khả năng bay hơi. Do đó, mong muốn tạo ra chế phẩm diệt cỏ có độ dẻo của thành vỏ polyme được cải thiện để đạt được tốc độ giải phóng thành phần hoạt tính clomazone chấp nhận được. Tin rằng sự cải thiện độ dẻo của thành vỏ polyme này về cơ bản sẽ làm giảm tính thấm của thành vỏ với thành phần hoạt tính và có thể hạn chế sự vỡ thành của viên nang khi phun, mà nhờ đó làm giảm đáng kể khả năng bay hơi của chế phẩm.

Thách thức khác trong quá trình bao nang clomazone là khả năng hoà tan trong nước tương đối cao của nó. Phương pháp bao nang đã biết bao gồm phản ứng giữa pha nước và pha hữu cơ. Đã phát hiện ra rằng độ tan thấp/nhẹ của clomazone trong nước dẫn đến việc khó tạo thành giọt nhỏ và cũng như làm tăng lượng thành phần hoạt tính tự do trong pha nước. Lượng clomazone tăng trong pha nước cũng góp phần làm tăng sử dụng “hiệu quả bùng nổ” ban đầu của clomazone do đó làm trầm trọng thêm nguy

cơ gây độc cho cây và làm tổn hại không đúng mục tiêu do khả năng bay hơi của clomazone tự do.

US 5,583,090 bộc lộ chế phẩm diệt cỏ phun được chứa chất lỏng có nước có lượng lớn vi nang rắn được tạo huyền phù trong đó có thành của viên nang bằng polyme rỗng bao nang clomazone được hoà tan trong dung môi hữu cơ trơ có nhiệt độ sôi cao.

US 5,597,780 bộc lộ quy trình điều chế chế phẩm clomazone có hiệu quả diệt cỏ bằng cách bao vi nang clomazone bằng phản ứng trùng hợp mặt phân cách giữa pha nước và pha hữu cơ. Pha hữu cơ về cơ bản chứa dung môi hydrocacbon.

Các patent này bộc lộ rằng khi chế phẩm được nêu trong các tài liệu này được phun lên trên một mảnh đất chứa thực vật, sự bay hơi của chất diệt cỏ sang mảnh đất bên cạnh chứa thực vật bị ức chế một cách hiệu quả mà về cơ bản không làm mất hiệu quả diệt cỏ của chất diệt cỏ ở mảnh đất được phun. Tuy nhiên, vấn đề làm giảm tính thấm của thành vỏ polyme đối với thành phần hoạt tính làm hạn chế hiện tượng vỡ thành của viên nang khi phun và về cơ bản làm giảm khả năng bay hơi của chế phẩm clomazone được bao vi nang vẫn còn vấn đề. Ngoài ra, vấn đề này tiếp tục tồn tại không phụ thuộc vào bản chất hoá học của thành vỏ polyme chẳng hạn như polyamit, polyure, polyuretan, polycacbonat, nhựa melamin, nhựa melamin ure, gelatin/gôm arabic hoặc dạng kết hợp liên kết chéo hoặc không liên kết chéo của chúng. Công bố WO00/10392 và WO0054590 sử dụng lignosulfonat/acryl-glyco copolyme, mỡ động vật/nhựa polyme tương ứng cho mục đích này.

Do đó, trong lĩnh vực này vẫn cần có chế phẩm clomazone được bao vi nang ổn định trong quá trình bảo quản và có khả năng pha loãng khi sử dụng nếu cần. Các nhu cầu này và nhu cầu khác của tình trạng kỹ thuật được đáp ứng bởi chế phẩm clomazone được bao vi nang được mô tả dưới đây.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế

Sáng chế được mô tả ở đây đạt được ít nhất một hoặc nhiều mục đích sau đây của sáng chế.

Theo đó, mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm ổn định trong quá trình

bảo quản chứa clomazone được bao nang.

Mục đích khác của sáng chế là đề xuất chế phẩm clomazone được bao vi nang có độ bay hơi giảm nhờ đó về cơ bản làm giảm phạm vi ảnh hưởng không mong muốn của tổn thương sai chỗ.

Mục đích khác của sáng chế là đề xuất chế phẩm diệt cỏ chứa lượng có hiệu quả diệt cỏ của clomazone được bao vi nang thể hiện hiệu quả sinh học đáng kể để phòng trừ cỏ dại không mong muốn.

Mục đích khác của sáng chế là đề xuất chế phẩm diệt cỏ chứa clomazone được bao vi nang, trong đó vi nang chứa clomazone này có độ dẻo thành vỏ cao và do đó chống lại sự vỡ thành vỏ.

Mục đích khác của sáng chế là đề xuất chế phẩm diệt cỏ chứa clomazone được bao vi nang duy trì được hiệu quả sinh học trong thời hạn sử dụng của nó.

Mục đích khác của sáng chế là đề xuất phương pháp về cơ bản làm giảm sự bay hơi xa đích của chế phẩm clomazone được bao vi nang.

Các mục đích này và các mục đích khác của sáng chế đạt được bằng cách thực hiện sáng chế được mô tả ở đây.

Do đó, theo khía cạnh này, sáng chế đề xuất chế phẩm huyền phù dạng viên nang ổn định trong bảo quản chứa lượng có hiệu quả diệt cỏ của clomazone được bao nang trong thành vỏ polyme của vi nang, vi nang này khác biệt ở chỗ chứa lượng có hiệu quả làm ổn định của ít nhất một chất phụ trợ được chọn từ dẫn xuất epoxy hoá của axit béo hoặc este.

Chế phẩm huyền phù dạng viên nang của clomazone chứa lượng có hiệu quả diệt cỏ của clomazone được bao vi nang, vi nang này chứa lượng có hiệu quả diệt cỏ của clomazone được bao nang trong thành polyme, thành polyme này được tạo thành bằng phản ứng trùng hợp mặt phân cách xảy ra giữa pha hữu cơ được phân tán trong pha nước, pha hữu cơ này khác biệt ở chỗ chứa lượng có hiệu quả làm ổn định của ít nhất một chất phụ trợ được chọn từ dẫn xuất epoxy hoá của axit béo hoặc este.

Quy trình bào chế chế phẩm huyền phù dạng viên nang, quy trình này bao gồm các bước:

(a) tạo thành dung dịch nước chứa ít nhất một chất hoạt động bề mặt;

(b) tạo thành pha hữu cơ bằng cách bổ sung lượng có hiệu quả diệt cỏ của clomazone vào lượng có hiệu quả làm ổn định của ít nhất một chất phụ trợ được chọn từ dẫn xuất epoxy hoá của axit béo hoặc este của chúng và bổ sung thành phần cấu tạo nên thành thứ nhất vào pha hữu cơ này;

(c) phân tán pha hữu cơ này trong dung dịch nước để thu được nhũ tương; và

(d) bổ sung thành phần cấu tạo nên thành thứ hai vào pha nước và cho phép thành phần cấu tạo nên thành thứ hai này phản ứng với thành phần cấu tạo nên thành thứ nhất được chứa trong nhũ tương để tạo ra thành polyme bao nang lượng có hiệu quả diệt cỏ này của clomazone.

Phương pháp kiểm soát cỏ dại ở vị trí mọc của chúng bao gồm bước dùng cho vị trí mọc cỏ dại lượng có hiệu quả diệt cỏ của clomazone được bao nang theo sáng chế hoặc chế phẩm huyền phù dạng viên nang thu được bằng quy trình theo sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Đã bất ngờ phát hiện ra rằng sự có mặt của lượng có hiệu quả làm ổn định của ít nhất một chất phụ trợ được chọn từ dẫn xuất epoxy hoá của axit béo hoặc este của chúng làm giảm khả năng bay hơi của chế phẩm clomazone được bao nang. Ngoài ra đã phát hiện ra rằng sự có mặt của ít nhất một chất phụ trợ cải thiện bất ngờ độ dẻo của thành vỏ polyme bằng cách đó về cơ bản làm giảm tính thấm của thành vỏ với thành phần hoạt tính. Không bị bó buộc bởi lý thuyết, đã phát hiện ra rằng sự giảm đáng kể tính thấm của thành vỏ với thành phần hoạt tính về cơ bản làm giảm khả năng bay hơi của chế phẩm clomazone được bao nang. Sự giảm khả năng bay hơi của clomazone cho đến nay về cơ bản đạt được mặc dù lượng lớn các chế phẩm thông thường đã cố gắng để đạt được điều này.

Do đó, theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất chế phẩm huyền phù dạng viên nang ổn định trong bảo quản chứa lượng có hiệu quả diệt cỏ của clomazone được bao nang trong thành vỏ polyme của vi nang, vi nang này đặc trưng ở chỗ chứa lượng có hiệu quả làm ổn định của ít nhất một chất phụ trợ được chọn từ dẫn xuất epoxy hoá của axit béo hoặc este của chúng.

Theo một phương án, chất phụ trợ được ưu tiên được chọn từ chất hữu cơ thu được từ dầu thực vật hoặc mỡ động vật được epoxy hóa và polyme và copolyme khối

lượng phân tử thấp của terpen. Tốt hơn là, chất hữu cơ thu được từ dầu thực vật hoặc mỡ động vật được epoxy hoá được chọn từ dầu đậu nành được epoxy hoá và dầu lanh được epoxy hoá mặc dù các dầu thực vật được epoxy hoá khác không bị loại trừ.

Do đó, theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất chế phẩm huyền phù dạng viên nang ổn định trong bảo quản chứa lượng có hiệu quả diệt cỏ của clomazone được bao nang trong thành vỏ polyme của vi nang, vi nang này khác biệt ở chỗ chứa lượng có hiệu quả làm ổn định của ít nhất một chất phụ trợ được chọn từ dẫn xuất epoxy hoá của axit béo hoặc este của chúng; và ít nhất một thành phần khác được chọn từ chất làm dẻo, chất dính hoặc chất tạo màng.

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất chế phẩm huyền phù dạng viên nang của clomazone chứa lượng có hiệu quả diệt cỏ của clomazone được bao vi nang, vi nang này chứa lượng có hiệu quả diệt cỏ của clomazone được bao nang trong thành polyme, thành polyme này được tạo thành bằng phản ứng trùng hợp mặt phân cách xảy ra giữa pha hữu cơ được phân tán trong pha nước, pha hữu cơ này khác biệt ở chỗ chứa lượng có hiệu quả làm ổn định của ít nhất một chất phụ trợ được chọn từ dẫn xuất được epoxy hoá của axit béo hoặc este của chúng.

Tuy nhiên, cần hiểu rằng sự có mặt của pha nước và pha hữu cơ này để trùng hợp mặt phân cách không bị giới hạn cụ thể. Phản ứng trùng hợp mặt phân cách thích hợp cho chế phẩm được bao nang theo sáng chế có thể được tạo ra bằng phản ứng giữa các thành phần cấu tạo nên thành có mặt ở hai chất lỏng về cơ bản không trộn lẫn, mà pha hữu cơ và pha nước của nó tạo thành phương án được ưu tiên. Ngoài ra, hai thành phần cấu tạo nên thành này có thể giống nhau hoặc khác nhau hoặc các thành phần cấu tạo nên thành giống nhau hoặc khác nhau này có thể chỉ nằm trong pha thứ nhất hoặc chỉ nằm trong pha thứ hai hoặc được phân bố giữa các pha không trộn lẫn thứ nhất và thứ hai này.

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất quy trình điều chế chế phẩm huyền phù dạng viên nang, quy trình này bao gồm các bước:

(a) tạo thành dung dịch nước chứa ít nhất một chất hoạt động bề mặt;

(b) tạo thành pha hữu cơ bằng cách bổ sung lượng có hiệu quả diệt cỏ của clomazone đến lượng có hiệu quả làm ổn định của ít nhất một chất phụ trợ được chọn

từ dẫn xuất được epoxy hoá của axit béo hoặc este của chúng và bổ sung thành phần cấu tạo nên thành thứ nhất vào pha hữu cơ này;

(c) phân tán pha hữu cơ này trong dung dịch nước để thu được nhũ tương; và

(d) bổ sung thành phần cấu tạo nên thành thứ hai vào nhũ tương này và cho thành phần cấu tạo nên thành thứ hai phản ứng với thành phần cấu tạo nên thành thứ nhất chứa trong nhũ tương để tạo thành polyme bao nang lượng có hiệu quả diệt cỏ của clomazone.

Thành polyme của viên nang theo sáng chế có thể là vật liệu cấu tạo nên thành vỏ đã biết bất kỳ và tốt hơn là được chọn từ polyure, polyuretan, polyamit, polycacbonat, polysulfonamit, ure formaldehyt, nhựa melamin formaldehyt, nhựa melamin ure, thành vỏ gelatin/gôm arabic hoặc dạng kết hợp liên kết chéo hoặc không liên kết chéo của chúng. Tốt hơn là, thành polyme viên nang này là thành polyure.

Theo một phương án, việc phân tán dung dịch nước này trong pha hữu cơ để thu được nhũ tương bao gồm bước trộn dung dịch nước này trong pha hữu cơ có khuấy trộn tốc độ cao để thu được nhũ tương. Tốt hơn là, nhũ tương này bao gồm hạt có kích thước nằm trong khoảng từ 0,1 micromet đến 200 micromet, tốt hơn là từ 1 micromet đến 50 micromet và tốt hơn nữa là từ 2 micromet đến 10 micromet.

Theo phương án khác, việc cho phép các thành phần cấu tạo nên thành phần ứng với nhau bao gồm bước cho phép phản ứng hoá học xảy ra có gia nhiệt hoặc không gia nhiệt trong khoảng thời gian định trước đến khi xảy ra sự trùng hợp hoàn toàn. Tốt hơn là, sự trùng hợp hoàn toàn của các thành phần cấu tạo nên thành xảy ra trong khoảng từ 15 phút đến 5 giờ, tốt hơn là từ nửa giờ đến 4 giờ và tốt hơn nữa là từ nửa giờ đến 2 giờ.

Sự trùng hợp mặt phân cách giữa các thành phần cấu tạo nên thành có thể được thực hiện ở nhiệt độ môi trường xung quanh hoặc ở nhiệt độ cao. Theo đó, phạm vi nhiệt độ cho phản ứng này là từ 5°C đến 90°C, tốt hơn là từ 10°C đến 70°C và tốt hơn nữa là từ 15°C đến 60°C.

Theo phương án khác, việc cho phép các thành phần cấu tạo nên thành phần ứng với nhau bao gồm bước giữ nhũ tương trong khoảng thời gian đủ để cho phép hoàn thành về cơ bản phản ứng trùng hợp giữa các thành phần cấu tạo nên thành sao

cho các giọt nhỏ chất lỏng trong pha hữu cơ được chuyển hóa thành viên nang chứa vỏ polyure bọc thành phần hoạt tính clomazone.

Thành polyme của viên nang theo sáng chế được tạo thành bằng cách sử dụng phản ứng trùng hợp mặt phân cách bằng cách cho thành phần cấu tạo nên thành thứ hai được bổ sung vào dung dịch nước tiếp xúc với thành phần cấu tạo nên thành thứ nhất có mặt trong pha hữu cơ như thường đã biết trong lĩnh vực.

Thành phần cấu tạo nên thành thứ nhất tốt hơn là được chọn từ polyisoxyanat, polyaxit clorua, polycloroformat và polysulfonyl clorua. Thành phần cấu tạo nên thành thứ hai tốt hơn là được chọn từ polyamin và/hoặc rượu đa chức. Tốt hơn là, polyisoxyanat phản ứng với polyamin để tạo ra thành của viên nang polyure theo sáng chế.

Polyisoxyanat được ưu tiên làm thành phần cấu tạo nên thành thứ nhất có thể được chọn từ tetrametylen diisoxyanat, pentametylen diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, toluen diisoxyanat, diphenylmeten-4,4'-diisoxyanat, polymetylen polyphenylen isoxyanat, 2,4,4'-diphenyl ete triisoxyanat, 3,3'-dimetyl-4,4'-diphenyl diisoxyanat, 3,3'-dimetoxi-4,4'-diphenyl diisoxyanat, 1,5-naphtylen diisoxyanat và 4,4,4''-triphenylmetan triisoxyanat. Thành phần cấu tạo nên thành thứ nhất polyisoxyanat được ưu tiên là toluen diisoxyanat hoặc polymetylen polyphenylisoxyanat.

Polyamin được ưu tiên làm thành phần cấu tạo nên thành thứ hai có thể được chọn từ etylendiamin, propylen-1,3-diamin, tetrametylendiamin, pentametylendiamin, 1,6-hexametylendiamin, dietylentriamin, trietylentetramin, tetraetylenpentamin, pentaetylenhexamin, 4,9-dioxadodecan-1, 12-diamin, 1,3-phenylendiamin, 2,4- và 2,6-toluendiamin và 4,4'-diaminodiphenylmetan hoặc muối cộng axit của chúng. Polyamin được ưu tiên theo sáng chế được chọn từ etylendiamin, dietylentriamin, trietylentetramin và tetraetylenpentamin.

Thành phần cấu tạo nên thành thứ nhất có mặt trong pha hữu cơ này bao gồm từ khoảng 2% đến 25% khối lượng của pha hữu cơ, tốt hơn là từ 5% đến 20% khối lượng. Thành phần cấu tạo nên thành thứ hai có mặt ở pha nước có lượng nằm trong khoảng từ 0,3% đến 7% khối lượng của tổng khối lượng của chế phẩm, tốt hơn là từ 1% đến 5% khối lượng.

Lượng tương đối của pha hữu cơ và pha nước không có tính quyết định đối với quy trình theo sáng chế. Thông thường, pha hữu cơ có thể bao gồm lên đến khoảng 75% thể tích của tổng lượng nhũ tương và bao gồm các giọt nhỏ rời rạc của pha hữu cơ được phân tán trong dung dịch nước.

Không phát hiện ra là cỡ giọt nhỏ trong nhũ tương có tính quyết định đối với chế phẩm và quy trình theo sáng chế nhưng có thể phát hiện là nằm trong khoảng từ 0,1 micromet đến 200 micromet, tốt hơn là từ 1 micromet đến 50 micromet, mà có thể còn được làm thích ứng bằng cách sử dụng dụng cụ cắt lớn đến tốt hơn là nằm trong khoảng từ khoảng 2 micromet đến khoảng 10 micromet.

Theo một phương án, phản ứng tạo ra thành thường diễn ra đến khi hoàn thành trong khoảng từ vài phút đến vài giờ. Theo phương án được ưu tiên, phản ứng này thường được cho phép diễn ra trong từ khoảng nửa giờ đến khoảng 2 đến 3 giờ.

Dung dịch nước bao gồm ít nhất một chất hoạt động bề mặt. Tốt hơn là, chất hoạt động bề mặt này có thể được chọn từ nhóm bao gồm muối axit lignosulfonic được ethoxyl hoá, muối axit lignosulfonic, lignin được oxi hoá, muối lignin, muối của copolyme styren-maleic anhydrit, rượu polyvinyllic, muối của este một phần của copolyme styren-maleic anhydrit, muối một phần của axit polyacrylic và muối một phần của terpolyme axit polyacrylic.

Tốt hơn là, chất hoạt động bề mặt là lignosulfonat của canxi hoặc natri hoặc hỗn hợp của chúng hoặc lignin giấy kraft được cải biến với nhóm axit sulfonic bậc cao hoặc dạng kết hợp của chúng ở tỷ lệ thích hợp bất kỳ.

Tốt hơn là, chất hoạt động bề mặt có mặt với lượng nằm trong khoảng từ khoảng 0,5% đến khoảng 1,5% khối lượng của chế phẩm.

Thuật ngữ “lượng có hiệu quả diệt cỏ” của clomazone là lượng clomazone mà khi được dùng ở lượng đó sẽ tạo ra kiểm soát cần thiết đối với cỏ dại. Lượng cụ thể phụ thuộc vào nhiều yếu tố bao gồm, ví dụ, cây trồng, cỏ dại cần phải được phòng trừ và điều kiện môi trường. Tuy nhiên, sự lựa chọn lượng hoạt chất thích hợp cần dùng thuộc về kỹ năng của người có kiến thức trung bình trong lĩnh vực và không được coi là làm giới hạn cụ thể.

Lượng có hiệu quả làm ổn định của chất phụ trợ được chọn từ dẫn xuất được

epoxy hoá của axit béo hoặc este của chúng là lượng đủ để về cơ bản làm tăng độ dẻo của thành vỏ polyme bao nang và tiếp đó làm giảm thiểu khả năng bay hơi của clomazone để tạo ra chế phẩm hoá nông ổn định trong bảo quản có thời hạn sử dụng hợp lý về mặt thương mại ít nhất là khoảng 2 năm. Ví dụ, lượng có hiệu quả làm ổn định của chất phụ trợ được chọn từ dẫn xuất được epoxy hoá của axit béo hoặc este của chúng có thể lên đến khoảng 70% khối lượng pha hữu cơ trong chế phẩm.

Chế phẩm được bao vi nang theo sáng chế chứa thành phần hoạt tính clomazone với lượng nằm trong khoảng từ khoảng 10% đến khoảng 50%.

Theo phương án được ưu tiên, thành vỏ polyme theo sáng chế chiếm từ khoảng 20% khối lượng đến khoảng 40% khối lượng pha hữu cơ trong chế phẩm. Theo phương án được ưu tiên khác, thành vỏ polyme chiếm khoảng 31% tổng khối lượng pha hữu cơ trong chế phẩm.

Tốc độ giải phóng clomazone từ chế phẩm được bao nang theo sáng chế được phát hiện là phụ thuộc vào độ dày của thành. Trừ khi có quy định khác, độ dày của thành được định nghĩa trong bản mô tả này là tỷ lệ phần trăm của vật liệu cấu tạo nên thành với pha dầu.

Theo một phương án, lượng của thành polyme của chế phẩm viên nang theo sáng chế thay đổi từ khoảng 2,5% đến khoảng 25%. Đã phát hiện ra rằng tốc độ giải phóng tối ưu của thành phần hoạt tính mà về cơ bản không làm tăng chi phí chế phẩm sẽ phụ thuộc vào loại chất làm ổn định chẳng hạn như đã nêu ở trên kết hợp với pha hữu cơ. Tốt hơn là, lượng của thành polyme của chế phẩm viên nang so với pha hữu cơ sẽ thay đổi trong khoảng từ 6% đến 20%.

Đã phát hiện ra rằng việc tăng lượng thành polyme của chế phẩm viên nang so với pha hữu cơ về cơ bản làm giảm tốc độ giải phóng lớn nhất trong không khí. Chế phẩm được điều chế bằng cách sử dụng diethylentriamin dưới dạng thành phần thành amin và chứa khoảng 20% dầu đậu nành được epoxy hoá. Chế phẩm "A" có lượng thành polyme của chế phẩm viên nang so với pha hữu cơ là khoảng 10% trong khi chế phẩm "B" được điều chế với lượng của thành polyme của chế phẩm viên nang so với pha hữu cơ là khoảng 20%. Đã phát hiện ra rằng tốc độ giải phóng trong không khí (theo % thành phần hoạt tính) phụ thuộc nhiều vào lượng của thành polyme của chế phẩm viên nang so với pha hữu cơ.

Mẫu số	Lượng của thành polyme của chế phẩm viên nang so với pha hữu cơ	Tốc độ giải phóng trong không khí sau 2 giờ ở 50°C (theo %)*
1	Chế phẩm A: 10% thành	9,2
2	Chế phẩm B: 20% thành	1,9

*Tốc độ giải phóng trong không khí ở 50°C so với lượng ban đầu của thành phần hoạt tính có mặt ở chế phẩm.

Tốt hơn là, chế phẩm huyền phù dạng viên nang theo sáng chế chứa chất chống tạo bọt ở lượng nằm trong khoảng từ khoảng 0,01% đến khoảng 5% khối lượng chế phẩm. Chất chống tạo bọt thích hợp này là đã biết trong lĩnh vực và không bị giới hạn cụ thể.

Huyền phù dạng viên nang theo sáng chế có thể còn chứa chất cải biến độ lưu biến. Chất cải biến độ lưu biến được ưu tiên bao gồm gồm xanthan và/hoặc đất sét, mà có thể có mặt với lượng nằm trong khoảng từ khoảng 0,01% đến khoảng 1% khối lượng chế phẩm.

Chế phẩm huyền phù dạng viên nang theo sáng chế có thể còn được trung hoà bằng axit khoáng để điều chỉnh độ pH trong giới hạn mong muốn. Theo đó, chế phẩm theo sáng chế còn chứa axit trung hoà với lượng từ khoảng 0,1% đến khoảng 10%, mà axit này có thể là axit khoáng hoặc axit hữu cơ. Tốt hơn nếu axit khoáng là axit clohydric.

Theo phương án được ưu tiên, chế phẩm theo sáng chế có thể còn chứa chất diệt khuẩn ở lượng nằm trong khoảng từ khoảng 0,01% đến khoảng 3% khối lượng chế phẩm.

Theo phương án được ưu tiên nhất, este béo được epoxy hoá là dầu mỡ và chất béo từ động thực vật được epoxy hoá và tốt hơn nữa là dầu đậu nành được epoxy hoá.

Do đó, theo phương án này, sáng chế đề xuất quy trình điều chế chế phẩm huyền phù dạng viên nang, quy trình này bao gồm các bước:

(a) tạo thành dung dịch nước chứa ít nhất một chất hoạt động bề mặt;

(b) tạo thành pha hữu cơ bằng cách bổ sung lượng có hiệu quả diệt cỏ của clomazone đến lượng có hiệu quả làm ổn định của ít nhất một chất phụ trợ được chọn từ dẫn xuất epoxy hoá của axit béo hoặc este của chúng và polyme và copolyme của terpen và bổ sung thành phần cấu tạo nên thành thứ nhất vào pha hữu cơ này;

(c) phân tán pha hữu cơ này trong dung dịch nước để thu được nhũ tương;

và

(d) bổ sung thành phần cấu tạo nên thành thứ hai vào nhũ tương và cho phép thành phần cấu tạo nên thành thứ hai này phản ứng với thành phần cấu tạo nên thành thứ nhất chứa trong nhũ tương để cấu tạo nên thành polyme bao nang lượng có hiệu quả diệt cỏ của clomazone.

Tốt hơn là, bước tạo thành dung dịch nước bao gồm bước bổ sung chất hoạt động bề mặt và ít nhất một thành phần khác được chọn từ chất cải biến độ lưu biến, chất cải biến tỷ trọng và chất diệt khuẩn vào một lượng nước. Theo phương án được ưu tiên, chất chống tạo bọt cũng được bổ sung vào dung dịch nước.

Theo phương án được ưu tiên khác nữa, bước phân tán pha hữu cơ này trong dung dịch nước để thu được nhũ tương được thực hiện đến cỡ hạt mong muốn.

Theo phương án được ưu tiên khác, sau khi bổ sung pha hữu cơ vào dung dịch nước, phản ứng được cho tiếp diễn trong thời gian đã định trước, tốt hơn là từ một đến hai giờ trong khi khuấy.

Sau đó, hỗn hợp phản ứng được trung hoà bằng axit vô cơ, tốt hơn là axit clohydric. Sự trung hoà được thực hiện tốt hơn là độ pH của chế phẩm nằm trong khoảng từ khoảng 6 đến khoảng 9.

Sau đó, gồm xanthan tốt hơn là được bổ sung có khuấy.

Theo phương án khác, chất cải biến độ lưu biến có thể không được bổ sung vào dung dịch nước nhưng có thể được bổ sung ngay trước hoặc sau khi bổ sung gồm xanthan.

Theo phương án được ưu tiên, chất diệt khuẩn được bổ sung để thu được chế phẩm mục tiêu.

Theo phương án được ưu tiên, quy trình theo sáng chế được thực hiện ở nhiệt độ cao để tăng cường tốc độ tạo ra thành polyme. Theo phương án này, quy trình theo sáng chế tốt hơn là được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ khoảng 5°C đến khoảng 90°C, và tốt hơn nữa là được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ khoảng 10°C đến khoảng 70°C, và tốt hơn nữa là từ khoảng 15°C đến khoảng 60°C.

Este béo được epoxy hoá được ưu tiên theo sáng chế có thể còn được chọn từ dầu cọ được epoxy hoá, dầu hạt nho được epoxy hoá, dầu hướng dương được epoxy hoá, dầu đậu lạc được epoxy hoá, dầu hạt bông được epoxy hoá, dầu hạt cọ được epoxy hoá, dầu dừa được epoxy hoá, dầu đậu nành được epoxy hoá, dầu ô liu được epoxy hoá và dầu lanh được epoxy hoá. Tốt hơn là, dầu đậu nành được epoxy hoá hoặc dầu lanh được epoxy hoá có thể được sử dụng. Tuy nhiên, cần hiểu rằng việc lựa chọn dầu thực vật cụ thể không phải là giới hạn cụ thể.

Cỡ hạt trung bình của vi nang để tạo ra chế phẩm theo sáng chế có đường kính trung bình thông thường thay đổi từ khoảng một phần mười micromet lên đến khoảng hai trăm micromet, tốt hơn là từ khoảng một đến khoảng năm mươi micromet, và tốt hơn nữa là từ khoảng hai micromet đến khoảng 10 micromet. Tuy nhiên cần hiểu rằng sự phân bố cỡ hạt của vi nang không đặc biệt quan trọng. Theo một phương án, cỡ hạt của chế phẩm clomazone được bao nang theo sáng chế thay đổi từ khoảng 3 micromet đến khoảng 25 micromet.

Sự phân tán đồng nhất của clomazone được bao vi nang polyme trong nước với chất nhũ hoá hữu hiệu, như lignosulfonat được điều chế trong bước thứ nhất, có thể được pha trộn với hệ huyền phù. Chế phẩm hệ huyền phù có thể bao gồm tổ hợp của các chất, như chất hoạt động bề mặt, chất phân tán, chất chống đông, đất sét, nước, muối, polyme, và các chất làm ổn định và cân bằng tỷ trọng huyền phù khác, được chọn thích hợp để giữ vi nang trong thể huyền phù đồng nhất ổn định trong chất mang gốc nước trong khoảng thời gian kéo dài ví dụ như hai năm hoặc lâu hơn.

Cũng phát hiện ra rằng cỡ hạt mong muốn của vi nang có thể được điều chỉnh bằng cách thay đổi tốc độ nhũ hoá. Đã bất ngờ phát hiện ra rằng vi nang nhỏ hơn có khả năng giải phóng clomazone nhanh hơn trong khi vi nang lớn hơn có khả năng giải phóng clomazone chậm hơn.

Phạm vi rộng của các chất này có thể được sử dụng, và tổ hợp tối ưu cho mỗi hệ huyền phù cụ thể của thành phần hoạt tính có thể thay đổi. Đất sét thích hợp bao gồm đất sét bentonit và đất sét atapungit và hỗn hợp của chúng. Sự có mặt của ít nhất một đất sét thường được sử dụng trong hệ huyền phù cải thiện độ ổn định của vi nang được tạo huyền phù và cụ thể là hỗ trợ sự phân bố lại của vi nang khi lắng trong trường hợp

đôi khi xảy ra hiện tượng vi nang bị lắng xuống và sự phân bố lại của chúng là cần thiết.

Theo một phương án, chất tăng cường độ nhót có thể được chọn từ metylxenluloza, etyl xenluloza, carboxymetyl xenluloza, carbopol không phải là gồm xanthan đã nêu ở trên. Theo phương án được ưu tiên về quy trình bất kỳ theo sáng chế được mô tả trong bản mô tả, tốt hơn là chất cải biến độ nhót này có thể được bổ sung sau bước trung hoà để dễ trộn trong quá trình nhũ hoá.

Sáng chế còn đề cập đến phương pháp kiểm soát cỏ dại ở vị trí nó mọc bằng cách dùng lượng có hiệu quả diệt cỏ của clomazone được bao vi nang theo sáng chế hoặc chế phẩm huyền phù dạng viên nang thu được bằng quy trình theo sáng chế tại vị trí mọc cỏ dại.

Tốt hơn là, sáng chế đề xuất phương pháp phòng trừ loài thực vật không mong muốn bao gồm bước dùng cho tán lá của cây hoặc cho đất hoặc nước chứa hạt hoặc cơ quan sinh sản khác của chúng, lượng có hiệu quả diệt cỏ của clomazone được bao vi nang theo sáng chế hoặc chế phẩm huyền phù dạng viên nang thu được bằng quy trình theo sáng chế. Tốt hơn là, phương pháp theo sáng chế bao gồm bước dùng lượng có hiệu quả diệt cỏ của chế phẩm clomazone được bao vi nang theo sáng chế trên cánh đồng có cây được trồng.

Theo một phương án, cây trồng được ưu tiên có thể được chọn từ cây bông, cây lúa, cây lúa mì, cây đậu tương, cây thuốc lá, cây khoai lang, cây ăn quả, cây họ bầu bí, cây đậu Hà Lan và đậu xanh mọng, cây cải bắp và cây cà chua.

Theo phương án được ưu tiên, cây trồng được ưu tiên là cây lúa. Theo phương án này, lượng có hiệu quả diệt cỏ của chế phẩm clomazone được bao vi nang nằm trong khoảng từ 0,58 lít đến 1,74 lít (từ 1 đến 3 panh Anh) của chế phẩm được ưu tiên cho mỗi mẫu Anh cánh đồng trồng lúa.

Có lợi nếu chế phẩm vi nang được điều chế theo sáng chế hoặc thu được bằng quy trình theo sáng chế có thể được sử dụng trực tiếp làm chế phẩm diệt cỏ hoặc có thể được pha loãng với nước để sử dụng.

Theo cách khác, các thành phần khác chẳng hạn như chất chống lắng, chất điều chỉnh độ pH, chất chống đông và chất tương tự có thể được bổ sung vào chế phẩm vi

nang được điều chế bằng quy trình theo sáng chế để tạo thành chế phẩm diệt cỏ vi nang cô đặc mà không nằm ngoài phạm vi của sáng chế.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1

Pha hữu cơ được điều chế với thành phần hoạt tính clomazone, polymetylen polyphenylisoxyanat và dầu đậu nành được epoxy hoá. Dung dịch nước được điều chế bằng cách bổ sung chất hoạt động bề mặt lignosulfonat ở lượng yêu cầu trong nước. Pha hữu cơ và dung dịch nước được trộn với nhau để tạo thành nhũ tương. Sau đó, diethylentriamin được bổ sung vào nhũ tương để cho phép diethylentriamin được bổ sung này trùng hợp với cầu liên kết chéo isoxyanat để tạo thành vi nang bao nang clomazone được trộn trong dầu đậu nành được epoxy hoá được chọn. Sau thời gian phản ứng khoảng 1 giờ, sau đó dung dịch được trung hoà bằng axit clohydric để tạo ra chế phẩm sau đây:

Clomazone kỹ thuật	32,19
Nước	34,38
Chất hoạt động bề mặt lignosulfonat	1,44
DETA	4,12
Axit clohydric	0,85
Dầu đậu nành được epoxy hoá	8,05
Muối vô cơ	10,97

Ví dụ 2

Pha hữu cơ được điều chế với thành phần hoạt tính clomazone, polymetylen polyphenylisoxyanat và polyme pinen (20% của pha hữu cơ) để điều chế viên nang chiếm 6% tổng khối lượng viên nang. Dung dịch nước được điều chế bằng cách bổ sung chất hoạt động bề mặt lignosulfonat ở lượng yêu cầu trong nước. Pha hữu cơ và dung dịch nước được trộn với nhau để tạo thành nhũ tương. Sau đó, diethylentriamin được bổ sung vào nhũ tương để cho phép diethylentriamin được bổ sung này trùng hợp với cầu liên kết chéo isoxyanat để tạo thành vi nang mà bao nang clomazone được trộn

trong polyme pinen. Sau đó, chất chống tạo bọt, rượu polyvinyllic và gôm xanthan có thể tùy ý được bổ sung.

Clomazone kỹ thuật	32,13
Canxi clorua	10,50
Nước	40,54
Piccolyt AO Plus	8,032
Vorant M 220	2,046
DETA	1,035
Propylen glycol	3,00
Các thành phần khác	2,71

Ví dụ 3

Chế phẩm so sánh sau đây được điều chế theo quy trình được mô tả trong ví dụ 2. Pha hữu cơ được điều chế với thành phần hoạt tính clomazone, polymetylen polyphenylisoxyanat để điều chế viên nang chiếm 20% tổng khối lượng viên nang. Không sử dụng polyme pinen trong chế phẩm này.

Clomazone (96,8%)	32,13
Vorant M 220	6,411
Piccolyt AO Plus	0,000
Kelig 100	2,500
Canxi clorua	8,000
Nước	38,43
Etylen glycol	5,000
DETA	3,242
Các thành phần khác	4,290

Hiệu quả của polyme pinen đối với tốc độ giải phóng trong không khí

Tốc độ giải phóng sau 12 giờ trong không khí ở 50°C đối với chế phẩm được mô tả trong ví dụ 2 là 8,7% thành phần hoạt tính. Ví dụ 3, mà có lượng thành polyme

(20% của pha hữu cơ là thành polyme) lớn hơn nhiều nhưng không có polyme pinen ở pha hữu cơ, có tốc độ giải phóng clomazone sau 12 giờ trong không khí ở 50°C là 45,07%. Do đó đã phát hiện ra rằng việc tăng độ dày thành là không đủ để hạn chế khả năng bay hơi của clomazone. Cũng bất ngờ phát hiện ra rằng việc bổ sung polyme terpen chẳng hạn như polyme pinen hoặc axit béo được epoxy hoá hoặc este của chúng là thiết yếu để làm giảm sự bay hơi của thành phần hoạt tính.

Lượng hoạt chất tự do trong nước

Tin rằng lượng clomazone tăng trong pha nước có thể được cho là sử dụng “hiệu quả bùng nổ” clomazone bằng cách đó làm trầm trọng thêm nguy cơ gây độc cây trồng và làm tổn hại không đúng mục tiêu do khả năng bay hơi của clomazone tự do. Do đó, lượng hoạt chất tự do (trong nước) của chế phẩm theo sáng chế ví dụ chế phẩm ở ví dụ 1 trên đây so với lượng hoạt chất tự do của chế phẩm được bao nang về độ bền có thể so sánh và có sẵn trên thị trường. Phương pháp đo lượng hoạt chất tự do giải phóng vào nước như sau:

0,25 g mỗi chế phẩm được phân tán trong 70g (70ml) nước, được trộn trong 2 phút bằng thanh khuấy từ tính, được lọc trong chân không qua phễu Buchner (với thiết bị lọc GFC Whatman 0,7 μ m, đường kính 9 cm), được rửa bằng 60g (60 ml) nước, và được chiết trong phễu tách với 26,5g (40ml) hexan. Pha hữu cơ được thu gom và 1 microlit được bơm lên cột GC. Kết quả được báo cáo trong bảng 2 dưới đây. Thành phần hoạt tính tự do đo được trong pha nước được báo cáo theo % thành phần hoạt tính tự do so với tổng lượng thành phần hoạt tính có mặt trong chế phẩm.

Bảng 2

Chế phẩm	Lượng hoạt chất tự do (%) trong tổng lượng chế phẩm
Chế phẩm thương mại 360 ME	0,98%
Ví dụ 1	0,50%

Do đó đã phát hiện ra rằng sự có mặt của dầu thực vật được epoxy hoá về cơ bản cải thiện việc bao nang thành phần hoạt tính theo sáng chế, mà được phản ánh dưới dạng lượng thành phần hoạt tính đo được trong pha nước giảm.

Giảm khả năng bay hơi

Thử nghiệm trên cánh đồng được thực hiện ở cây lúa mì xuân trên đất sét pha

Harriston có độ pH 7,7. Việc xử lý được thực hiện trên các chậu rộng trồng cây rộng 38,1 cm (15”) dài 8m được tách ra bởi băng rộng trồng cây 15’ của cây lúa mỳ xuân (24 hàng cách nhau 19,05cm (7,5’’)). Cây trồng được lặp lại 4 lần và được sắp xếp theo thiết kế khối ngẫu nhiên hoàn chỉnh. Các chậu này là đất trồng hoặc được phủ bởi cỏ dại, trước đó gieo hạt kê và hạt đậu tằm. Việc xử lý được thực hiện bằng cách sử dụng bình phun đeo lưng có động cơ CO₂ được lắp một vòi phun bằng đồng Teejet 8002 được định cỡ để phân phối 339,3 L/ha (36,3 US gal/ac) nước. Đất được làm ẩm tại thời điểm phun bằng cách làm ẩm bổ sung (sử dụng nước) trên các lần lặp 3 và 4. Nhiệt độ là 18-22°C, độ ẩm trung bình và không có gió trong quá trình xử lý. Việc xử lý được đánh giá về ảnh hưởng của việc bay hơi sang hàng cây lúa mỳ liền kề bằng cách xác định hàng bị tẩy trắng hoặc chết ở một phía của băng xử lý vào các ngày 1, 3, 6, 10, 14, 21 và 34 sau khi xử lý (DAT). Các chậu cũng được đánh giá theo thang điểm 1 – 9 (thang điểm trình bày dưới đây).

Thang đánh giá:

- 1: Không tổn thương
- 2: tẩy trắng nhẹ, không giảm chiều cao
- 3: giảm chiều cao nhẹ với tẩy trắng nhiều hơn
- 4: từ 1 đến 2 hàng chết với một số tẩy trắng
- 5: từ 1 đến 2 hàng chết với tẩy trắng nhiều hơn
- 6: từ 2 đến 3 hàng chết với một số tẩy trắng
- 7: từ 2 đến 3 hàng chết với tẩy trắng nhiều hơn
- 8: từ 4 đến 5 hàng chết với tẩy trắng trong toàn bộ chậu
- 9: tất cả các cây đều chết

Kết quả: số liệu được thể hiện trong bảng 3. Ở 1 DAT sự tẩy trắng ban đầu tối thiểu được quan sát thấy trên sự sinh trưởng cây lúa mỳ vừa mới mọc trên cây lúa mỳ liền kề với việc xử lý. Ở 3 DAT tất cả các cây lúa mỳ nhỏ bị ảnh hưởng tương tự bởi khả năng bay hơi của clomazone bằng triệu chứng tẩy trắng trên 2 – 3 lá cây lúa mỳ mới mọc và sự khác biệt xử lý là không hiển nhiên. Sự tổn thương do khả năng bay hơi giống nhau nhiều ở sự đánh giá 6 DAT so với sự đánh giá 3 DAT. Ở 10 DAT cây

lúa mỳ liền kề với chậu đối chứng ở cây lúa mỳ nhỏ trở nên rõ rệt vì vết xanh hơn nhẹ đối với lá bắc của cây cho thấy cây trong các chậu này phục hồi từ tổn hại do tẩy trắng. Vào 14 DAT cây lúa mỳ nhỏ phát triển nhanh tổn hại do tẩy trắng trong chậu được xử lý. Hàng cây lúa mỳ trong chậu không được xử lý trở nên xanh thêm dọc theo chiều rộng gieo hạt đầy đủ (24 hàng). Hầu hết cây lúa mỳ tiếp tục phục hồi khi mùa đến (21, 34 và 64 DAT), nhưng hàng tổn thương nặng gần nhất với chậu được xử lý bị chết hoặc thể hiện sự phục hồi giảm. Có sự khác biệt đáng kể về tổn thương do khả năng bay hơi giữa các chế phẩm được thử nghiệm.

Bảng 3

Xử lý	Tỷ lệ (kg a.i./Ha)	Ngày 3 (Số lượng trung bình các hàng bị ảnh hưởng)	Ngày 6 (Số lượng trung bình các hàng bị ảnh hưởng)	Ngày 10 (Số lượng trung bình các hàng bị ảnh hưởng)
Ví dụ 1	16,8	3,90	4,50	3,50
CS thương mại 360 g/L	16,8	8,50	9,80	8,00
EC 360 g/L	16,8	11,30	12,50	11,30

Số liệu thể hiện trong bảng 3 trên đây cho thấy rõ ràng rằng có sự giảm đáng kể ở số lượng hàng lúa mỳ bị ảnh hưởng vào lúc đầu với việc dùng chế phẩm này so với chế phẩm đã biết thông thường, mà phản ánh khả năng bay hơi giảm của chế phẩm theo sáng chế.

Trong thiết kế thí nghiệm giống như vậy, số lượng trung bình các hàng của cây lúa mỳ nhỏ mà được phát hiện chết và số lượng trung bình các hàng bị tẩy trắng ở cây lúa mỳ nhỏ cũng được đo đếm, mà kết quả được tổng hợp trong bảng 4 sau đây.

Bảng 4

Xử lý	Tỷ lệ (kg a.i./Ha)	Số lượng trung bình các hàng chết ở cây lúa mỳ nhỏ	Số lượng trung bình các hàng bị tẩy trắng ở cây lúa mỳ nhỏ	Kết quả khả năng gây độc cho cây
Ví dụ 1	16,8	1,75	7,13	3,60
CS thương mại 360 g/L	16,8	2,25	15,50	5,0

Đã phát hiện ra rằng có sự giảm 54% ở số lượng trung bình các hàng bị tẩy trắng ở cây lúa mỳ nhỏ và sự giảm 28,5% ở số lượng cây lúa mỳ nhỏ chết, mà được cho là dấu hiệu bất ngờ về khả năng bay hơi về cơ bản được giảm của chế phẩm theo

sáng chế. Đã phát hiện ra rằng chế phẩm của ví dụ 1 chỉ gây ra sự giảm chiều cao nhẹ ở cây bị ảnh hưởng trong khi ít nhất hai hàng được phát hiện chết với chế phẩm CS 360 g/L thương mại.

Không bị hạn chế bởi lý thuyết, tin rằng sự có mặt ở lượng có hiệu quả làm ổn định của este béo được epoxy hoá chẳng hạn như chất hữu cơ thu được từ dầu thực vật hoặc mỡ động vật được epoxy hoá về cơ bản tăng cường độ dẻo của thành vỏ polyme bằng cách đó ngăn chặn sự khuếch tán nhanh của thành phần hoạt tính clomazone và sự vỡ của thành vỏ polyme.

Giảm khả năng gây độc thực vật

Trong thiết kế thí nghiệm, các chậu vuông với cạnh 50 foot (1,52m) được đặt ở đường tròn đường kính 0,5 – 1,0 m được thiết kế làm diện tích phun mục tiêu ở mỗi chậu. Các diện tích phun mục tiêu được thiết kế được nhỏ cỡ để loại bỏ tất cả các cây màu xanh. Diện tích này được tưới nước bằng xấp xỉ 0,1 – 0,2 in nước trong một giờ phun chế phẩm thử nghiệm để đảm bảo rằng việc dùng được thực hiện cho bề mặt ẩm, đất trần. Hàng rào nhựa được đặt không có đáy hoặc nắp được đặt thẳng đứng trên diện tích sử dụng đích trước khi phun chế phẩm.

Việc phun được thực hiện với tốc độ gió là 5 mph. Dung dịch phun chứa chế phẩm thử nghiệm được điều chế bằng cách pha loãng chế phẩm thử nghiệm với nước đến tương đương 220 galông nước cho mỗi mẫu Anh và được dùng cho diện tích sử dụng đích. Dung dịch phun được dùng bên trong hàng rào nhựa, mà được lấy ra 1-2 phút sau khi dùng để đảm bảo rằng giọt nhỏ phun lắng vào đất.

Đánh giá độ độc thực vật được thu thập ở 1, 3, 7, 14 và 21 ngày sau khi dùng chế phẩm thử nghiệm. Các phép đo được thực hiện từ cạnh ngoài của vị trí phun đến vị trí của cây trồng xa nhất tính từ cạnh của vị trí phun mà đã được quan sát thấy là thể hiện triệu chứng gây độc thực vật. Triệu chứng gây độc thực vật được đánh giá là việc làm trắng cây cà chua hoặc khối lượng cây và tác dụng tẩy trắng cây lúa mì xuân. Kết quả gây độc thực vật được nêu trong bảng dưới đây:

Bảng 5

Ước tính khoảng cách 0-6 in					
	1 DAT (%)	3 DAT (%)	7 DAT (%)	14 DAT (%)	21 DAT (%)

	tổn thương)	tổn thương)	tổn thương)	tổn thương)	tổn thương)
Ví dụ 1	0	0,5	7,3	33,8	35
Chế phẩm thương mại	0,5	0,5	16,3	38,8	43,8
Ước tính khoảng cách 6-12 inso					
Ví dụ 1		0	3,0	15	20
Chế phẩm thương mại		0	6,3	27,5	27,5
Ước tính khoảng cách 12-18(24) inso					
Ví dụ 1			0	2,5	0,8
Chế phẩm thương mại			0	7,3	2,0

Đã bất ngờ phát hiện ra rằng chế phẩm theo Ví dụ 1 thể hiện mức độ tổn thương thấp hơn phù hợp (tẩy trắng lá) quan sát được rằng mỗi tham số khoảng cách khi so với chế phẩm CS 360 g/L thương mại. Bất ngờ là chế phẩm trong ví dụ 1 luôn thể hiện sự tổn thương ít hơn so với chế phẩm CS 360 g/L thương mại bất kể khoảng cách từ vị trí hoặc thời gian đánh giá. Ngoài ra, triệu chứng tổn thương (<5%) trên cây lúa mỳ được quan sát thấy từ việc xử lý chế phẩm CS 360 g/L thương mại ở 1 và 3 ngày đầu sau khi đánh giá sử dụng nhưng bất ngờ là không có sự tổn thương như vậy với chế phẩm của xử lý ở ví dụ 1.

Quy trình tương tự được thực hiện để so sánh khả năng gây độc thực vật (được đo bởi sự làm trắng cây cà chua) trên giống cà chua đỏ lớn.

Bảng 6

Mẫu số	Liều lượng	Tỷ lệ phần trăm làm trắng 16 DAT vụ 1	Tỷ lệ phần trăm làm trắng 29 DAT vụ 1	Tỷ lệ phần trăm làm trắng 29 DAT vụ 2	Khối lượng cây trồng trung bình theo gam ở 30 DAT
Chế phẩm của ví dụ 1	2,25 pt/a	18,3	6,7	0,0	27,513
CS 360 g/L thương mại	2,25 pt/a	33,0	25,0	16,7	11,390

Đã bất ngờ phát hiện ra rằng chế phẩm của ví dụ 1 thể hiện sự làm trắng thấp hơn đáng kể ở giống cà chua đỏ lớn so với chế phẩm thương mại. Cũng bất ngờ phát

hiện ra rằng chế phẩm của ví dụ 1 không làm còi chậm sự phát triển giống cà chua đỏ lớn tức là khối lượng cây cao hơn so với ở chế phẩm 360 g/L thương mại.

Do đó, kết luận rằng sự mở rộng tẩy trắng được quan sát thấy đối với chế phẩm của ví dụ 1 về cơ bản ít hơn so với sự mở rộng tẩy trắng được quan sát thấy đối với chế phẩm thương mại.

Ưu điểm khác của một hoặc nhiều phương án theo sáng chế

Đã phát hiện ra rằng sự bổ sung không thích hợp của chất làm ổn định và chất hoạt động bề mặt theo cách không như đã nêu trên tạo ra pha hữu cơ ở bên ngoài vi nang mà thành phần hoạt tính clomazone được bổ sung hoà tan trong đó. Sự có mặt của môi trường hữu cơ bên ngoài này chiết clomazone từ trong vi nang bằng cách đó làm tăng khả năng bay hơi của chế phẩm thu được đến mức độ tương tự với chế phẩm không được bao.

Cũng phát hiện ra rằng bằng cách bao clomazone được hoà tan trong chất phụ trợ không trộn lẫn trong nước thích hợp được chọn từ dẫn xuất được epoxy hoá của axit béo hoặc este của chúng và polyme và copolyme của terpen chẳng hạn như được mô tả trong bản mô tả, clomazone có thể được dùng trực tiếp cho bề mặt bằng cách phun. Sau đó có thể đạt được hiệu quả kiểm soát cỏ dại ở cây trồng mà không có tổn thương đáng kể đối với thực vật không được phun bên cạnh do sự bay hơi của chất diệt cỏ.

Ngoài ra đã phát hiện ra rằng chế phẩm theo sáng chế thể hiện hiệu quả sinh học đáng kể để kiểm soát cỏ dại không mong muốn, mà được duy trì trong suốt thời hạn sử dụng của chế phẩm.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm huyền phù dạng viên nang ổn định trong bảo quản chứa lượng có hiệu quả diệt cỏ của clomazone được bao nang trong thành vỏ polyme của vi nang, vi nang này khác biệt ở chỗ chứa lượng có hiệu quả làm ổn định của ít nhất một chất phụ trợ được chọn từ dẫn xuất được epoxy hoá của axit béo hoặc este của chúng.
2. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó thành vỏ polyme được tạo ra bằng cách tự ngưng tụ ít nhất một thành phần cấu tạo nên thành này.
3. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó thành vỏ polyme được tạo ra bằng cách ngưng tụ mặt phân cách của thành phần cấu tạo nên thành thứ nhất và thành phần cấu tạo nên thành thứ hai, mỗi thành phần được chứa riêng rẽ trong ít nhất hai chất lỏng không trộn lẫn; trong đó vật liệu cấu tạo nên thành vỏ polyme này được chọn từ polyure, polyuretan, polyamit, polycacbonat, polysulfonamit, ure formaldehyt, nhựa melamin, nhựa melamin ure, gelatin, thành vỏ gôm arabic, các hỗn hợp được tạo liên kết chéo và không được tạo liên kết chéo của chúng.
4. Chế phẩm theo điểm 3, trong đó chất lỏng không trộn lẫn này là pha hữu cơ và pha nước.
5. Chế phẩm theo điểm 4, trong đó pha hữu cơ được phân tán trong pha nước, sao cho cỡ hạt của pha hữu cơ được phân tán này nằm trong khoảng từ khoảng 0,1 micromet đến khoảng 200 micromet.
6. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó dẫn xuất được epoxy hoá của axit béo hoặc este của chúng là chất hữu cơ thu được từ dầu thực vật hoặc mỡ động vật được epoxy hoá được chọn từ dầu đậu nành được epoxy hoá, dầu lanh được epoxy hoá, dầu cọ được epoxy hoá, dầu hạt nho được epoxy hoá, dầu hướng dương được epoxy hoá, dầu lạc được epoxy hoá, dầu hạt bông được epoxy hoá, dầu hạt cọ được epoxy hoá, dầu dừa được epoxy hoá và dầu ô liu được epoxy hoá.
7. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm này chứa thêm ít nhất một thành phần được chọn từ chất làm dẻo, chất dính, chất chống tạo bọt, chất cải biến tính chất lưu biến, chất thay đổi tỷ trọng, axit trung hoà, chất diệt khuẩn và chất tạo màng.
8. Chế phẩm theo điểm 3, trong đó vật liệu cấu tạo nên thành vỏ polyme là polyure.

9. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm này chứa thêm chất hoạt động bề mặt được chọn từ muối axit lignosulfonic được etoxy hoá, muối axit lignosulfonic, lignin được oxi hoá, muối lignin, muối của copolyme styren-maleic anhydrit, rượu polyvinyllic, muối của este một phần của copolyme styren-maleic anhydrit, muối một phần của axit polyacrylic và muối một phần của terpolyme axit polyacrylic.

10. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm này chứa thành phần hoạt tính clomazone với lượng nằm trong khoảng từ khoảng 10% đến khoảng 50%.

11. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó thành vỏ polyme chiếm từ khoảng 20% khối lượng đến khoảng 40% khối lượng của pha hữu cơ.

12. Quy trình bào chế chế phẩm huyền phù dạng viên nang, quy trình này bao gồm các bước:

(a) tạo thành dung dịch nước chứa ít nhất một chất hoạt động bề mặt;

(b) tạo thành pha hữu cơ bằng cách bổ sung lượng có hiệu quả diệt cỏ của clomazone vào lượng có hiệu quả làm ổn định của ít nhất một chất phụ trợ được chọn từ dẫn xuất được epoxy hoá của axit béo hoặc este của chúng và bổ sung thành phần cấu tạo nên thành thứ nhất vào pha hữu cơ này;

(c) phân tán pha hữu cơ này trong dung dịch nước để thu được nhũ tương; và

(d) bổ sung thành phần cấu tạo nên thành thứ hai vào nhũ tương và cho phép thành phần cấu tạo nên thành thứ hai phản ứng với thành phần cấu tạo nên thành thứ nhất chứa trong nhũ tương để tạo ra thành polyme bao nang lượng có hiệu quả diệt cỏ của clomazone.

13. Quy trình theo điểm 12, trong đó bước tạo ra dung dịch nước bao gồm bước bổ sung chất hoạt động bề mặt vào lượng nước đã định trước và trung hoà hỗn hợp phản ứng bằng axit hữu cơ.

14. Quy trình theo điểm 12 hoặc 13, trong đó bước phản ứng giữa thành phần cấu tạo nên thành thứ nhất và thành phần cấu tạo nên thành thứ hai bao gồm bước bổ sung thành phần cấu tạo nên thành thứ hai vào nhũ tương, cho thành phần cấu tạo nên thành

thứ hai này phản ứng với thành phần cấu tạo nên thành thứ nhất chứa trong nhũ tương này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 5°C đến 90°C.

15. Phương pháp kiểm soát cỏ dại tại vị trí mọc của chúng bao gồm bước dùng lượng có hiệu quả diệt cỏ của clomazone được bao nang theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 11 hoặc chế phẩm huyền phù dạng viên nang thu được bằng quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 12 đến 14 cho vị trí cỏ mọc này.