



(12) 发明专利申请公开说明书

(21) 申请号 89109841.0

(51) Int.Cl³

A01N 57/04

(43) 公开日 1990 年 8 月 1 日

(22) 申请日 89.12.28

(30) 优先权

[32]88.12.30 [33]US [31]292,499

(71) 申请人 孟山都公司

地址 美国密苏里州

(72) 发明人 朽方万寿雄 尔哈德·约翰·普里尔
罗纳德·欧文·理查德逊 佐藤达雄
约翰·梅尔文·瑟甘特
丹尼尔·理查德·莱特

(74) 专利代理机构 中国专利代理有限公司
代理人 齐曾度

// (A01N 57/04,25:30)

说明书页数: 32 附图页数:

(54) 发明名称 改进的草甘膦制剂

(57) 摘要

本发明涉及适合农用的干燥的水溶性除草剂组合物, 涉及使用该组合物的除草方法并涉及该组合物的制备方法。本发明也涉及适合农用的干燥的水溶性和/或水分散性除草剂组合物, 该组合物含有两种或多种除草剂, 还涉及使用该组合物的除草方法及其制备方法。

权 利 要 求 书

1、一种合乎农用的干燥的水溶性组合物，该组合物含有N-磷酰基甲基甘氨酸和一种液体表面活性剂或一种N-磷酰基甲基甘氨酸的水溶性盐和一种液体表面活性剂。

2、权利要求1的组合物，其中上述水溶性盐是一种农用有效量的N-磷酰基甲基甘氨酸的钠盐、钾盐或铵盐。

3、权利要求1和2的组合物，它另外还含有一种附加的液体表面活性剂。

4、权利要求2的组合物，其中上述组合物的粒度大于60目。

5、权利要求4的组合物，其中上述组合物的含水量约为0.01-5.0%（按该组合物总重计算）。

6、权利要求5的组合物，其中上述干燥组合物所含的水分约为该组合物总重量的0.2-2.0%。

7、权利要求3的水溶性组合物，它另外还含有一种协同除草剂。

8、权利要求7的组合物，其中上述协同除草剂选自下列化合物：
2,4-滴[(2,4-二氯苯氧基)乙酸]、麦草畏(3,6-二氯-邻-茴香酸)、毒莠定(4-氨基-3,5,6-三氯吡啶-2-羧酸)、MCPA(4-氯-邻-甲苯氧基乙酸)、bialaphos(DL-同丙氨酸-4-基-磷酸甲酯)、Scepter(2-[4,5-二氢-4-甲基-4(1-甲基乙基)-5-氧代-1H-咪唑-2-基]-3-噻啉羧酸)、Classic(2-[[[(4-氯-6-甲氧基-嘧啶-2-基)氨基]-糠基]氨基]磺酰基]-苯甲酸乙酯)、芳草枯(2,2-二氯-丙酸)、2,4-滴丙酸(+)-2-(2,4-二氯-苯氧基)丙酸、二甲四氯丁酸(MCPB)(4-(4-氯-邻-甲苯氧基)-丁酸、

草灭平(3-氨基-2,5-二氯苯甲酸)、草藻灭(7-氯杂双环(2,2,1)-庚烷-2,3-二羧酸)、mecoprop[2-(2-甲基-4-氯苯氧基)丙酸]、2,4,5-涕(2,4,5-三氯苯氧乙酸)、草芽平(2,3,6-三氯苯甲酸)以及它们的混合物等。

9、权利要求7的组合物,其中上述协同除草剂是水不溶性的。

10、权利要求9的水分散性组合物,其中上述固态水不溶性协同除草剂以细粉末的形式存在于该组合物中,它任选地包括一种分散剂,并选自下列化合物:Oust(2-[3-4,6-二甲基嘧啶-2-基]脲基磺酰基]苯甲酸)、Glean(1-(2-氯苯基磺酰基)-3-(4-甲氧基-6-甲基-1,3,5-三嗪-2-基)脲)、敌草隆(N'-3,4-二氯苯基)-N,N-二甲脲)、西玛津(2-氯-4,6-双(乙氨基)-5-三嗪)、Ally(2-[[[4-甲氧基-4-甲基-1,3,5-三嗪-2-基]氨基]羧基]-氨基]磺酰基]-苯甲酸甲酯)、Classic(2-[[[4-氯-6-甲氧基-嘧啶-2-基]氨基]-羧基]氨基-磺酰基]-苯甲酸乙酯)、利谷隆(3-(3,4-二氯苯基)-1-甲氧基-1-甲脲)、阿特拉津(2-氯-4-(乙基-氨基)-6-(异丙氨基)-均三嗪)、磺酰脲类以及它们的混合物等。

11、权利要求9的组合物,其中上述水不溶性协同除草剂是一种液体物质或一种以水分散颗粒存在于该组合物中的固体物质,并且选自下列化合物:草不绿(2-氯-2',6'-二乙基-N-甲氧基甲基乙酰苯胺)、阿特拉津(2-氯-4-(乙氨基)-6-(异丙氨基)-均三嗪)、西玛津(2-氯-4,6-双(乙氨基)-均三嗪)、fomesafen(5-[2-氯-4-(三氟甲基)-苯氧基]-H-吡唑酮)-2-

硝基苯甲酰胺)、乙氧氟甲草醚(2-氯-1-(3-乙氧基-4-硝基苯氧基)-4-(三氟甲基)苯)、ferox([fenoxaprop-乙基:(±)-乙基-2,4-(6-氯-2-苯并恶唑基)氧代+苯氧基]丙酸酯)、敌草隆(N'-(3,4-二氯苯基)-N,N-二甲脲)、Ally(2-[[[4-甲氧基-4-甲基-1,3,5-三嗪-2-基)氨基]羧基]-氨基]磺酰基]-苯甲酸甲酯)、Classic(2-[[[4-氯-6-甲氧基-嘧啶-2基)氨基]-羧基]氨基]磺酰基]-苯甲酸乙酯)、利谷隆[3-(3,4-二氯苯基)-1-甲氧基-1-甲脲]、磺酰脲类,例如Oust(2-[3-(4,6-二甲基嘧啶-2-基)脲基磺酰基]苯甲酸)、Glean(1-(2-氯苯基磺酰基)-3-(4-甲氧基-6-甲基-1,3,5-三嗪-2-基)脲)以及它们的混合物等。

1 2、权利要求2的组合物,其中上述液体表面活性剂含有一种非离子表面活性剂,一种阴离子表面活性剂,一种阳离子表面活性剂,一种两性表面活性剂或它们的混合物。

1 3、权利要求1 2的组合物,其中上述非离子表面活性剂是一种聚氧乙烯聚氧丙烯嵌段共聚物,一种烷基酚聚氧乙烯醚,聚氧乙烯油醚以及它们的混合物等。

1 4、权利要求1 2的组合物,其中上述阴离子表面活性剂是烷基硫酸钠,α-烯烃磺酸钠,α-烯烃磺酸钾,链烷磺酸钠,链烷磺酸钾,链烷磺酸铵,异丙基磺酸铵,烷基萘磺酸钠和二烷基萘磺酸钠,萘甲醛与磺酸钠的缩合物,木素磺酸盐以及它们的混合物等。

1 5、权利要求1 2的组合物,其中上述阳离子表面活性剂是一种乙氧基脂肪胺表面活性剂以及以其为基料的表面活性剂混合物等等。

1 6、权利要求1 2的组合物,其中上述两性表面活性剂是一种氧化胺,Aromox C/12,月桂基二甲基胺的氧化物,Monaterics,三甲

胺乙内酯，Lonzaines 以及它们的混合物等。

1 7、权利要求 1 5 的组合物，其中该组合物是一种颗粒。

1 8、权利要求 1 的组合物，其中上述合乎农用的 N-磷酰基甲基甘氨酸盐是选自由 N-磷酰基甲基甘氨酸与铵，异丙胺，三甲基铈，胍，钾，钠以及它们的混合物等所形成的盐。

1 9、一种干燥的水溶性或水分散性组合物，它含有权利要求 3 的组合物并且另外含有硫酸铵，硫酸钾，氯化钾，硫酸钠，脲以及它们的混合物等。

2 0、一种制备适合农用的干燥颗粒状水溶性组合物的方法，该方法包括把 N-磷酰基甲基甘氨酸或一种 N-磷酰基甲基甘氨酸的水溶性盐制成粒状颗粒。

2 1、一种制备适合农用的干燥颗粒状水溶性组合物的方法，该方法包括用挤出法把一种 N-磷酰基甲基甘氨酸的水溶性盐制成颗粒。

2 2、一种制备适合农用的干燥颗粒状水溶性组合物的方法，该方法包括将一种草甘膦混合物或一种草甘膦的水溶性盐和一种表面活性剂的混合物制成颗粒。

2 3、一种制备适合农用的干燥颗粒状水溶性组合物的方法，该方法包括用挤出法把一种草甘膦的水溶性盐和一种液体表面活性剂的混合物制成颗粒。

2 4、权利要求 2 1 和 2 2 的方法，该方法还包括在制粒后干燥上述混合物。

2 5、一种制备权利要求 1 的组合物方法，其中将上述组分与水混合以形成混合组合物，然后用喷雾法干燥该混合组合物，以形成一种粒状产品组合物。

2 6、权利要求 2 4 的产品，其中上述组分另外还含有权利要求 8 的协同除草剂。

2 7、权利要求 2 4 的产品，其中上述组分另外还含有权利要求 1 0 的协同除草剂。

2 8、权利要求 2 4 的产品，其中上述组分还含有权利要求 1 1 的协同除草剂。

2 9、一种杀死或抑制草的方法，它通过向草或草生长区施用除草有效量的权利要求 1 的组合物来杀死或抑制草。

3 0、权利要求 2 9 的方法，其中把权利要求 2 的组合物施用到所述的草或草生长区。

3 1、权利要求 2 9 的方法，其中把权利要求 3 的组合物施用到所述的草或草生长区。

3 2、权利要求 2 9 的方法，其中把权利要求 5 的组合物施用到所述的草或草生长区。

3 3、权利要求 2 9 的方法，其中把权利要求 6 的组合物施用到所述的草或草生长区。

3 4、权利要求 2 9 的方法，其中把权利要求 1 0 的组合物施用到所述的草或草生长区。

3 5、权利要求 2 9 的方法，其中把权利要求 1 1 的组合物施用到所述的草或草生长区。

3 6、权利要求 1 的组合物，其中上述水溶性盐是通过把草甘膦湿块或润湿的草甘膦与选自下列的碱性化合物混合而制备的，所述的碱性化合物是：氨，氢氧化铵，乙二胺四乙酸钠，碱金属和铵的碳酸盐、碳酸氢盐、氢氧化物、草酸盐、乙酸盐、丙酸盐、偏硼酸盐、柠

檬酸盐、甲酸盐、磷酸盐、磷酸一氢盐、亚硫酸盐、焦磷酸盐、偏硅酸盐、硫代硫酸盐、四硼酸盐、三聚磷酸盐、偏磷酸盐以及上述盐的混合物等等。

3 7、权利要求 3 的组合物，该组合物另外还含有一种选自下述物质的组分，这些物质是：分散剂、缓蚀剂、增稠剂、钙螯合剂、消泡剂、增效剂、快速燃烧添加剂、润湿剂、染料或颜料以及它们的混合物等等。

改进的草甘膦制剂

本发明涉及适合农用的杀死和/或抑制杂草的、干燥而水溶性的除草剂组合物，并涉及用于制备这类组合物的方法。本发明还涉及干燥的水溶性的或水分散性的颗粒状的、其中含有两种或多种除草剂的、适合农用的除草剂组合物，还涉及使用这些除草剂进行除草的方法以及涉及制备这类组合物的方法。

草甘膦（N-膦酰基甲基甘氨酸）在技术上被认为是一种有效的除草剂。也已知草甘膦是一种较难溶于水的有机酸。通常将草甘膦制成一种水溶性盐，主要是制成异丙胺盐（IPA盐），以用来杀死或抑制杂草或植物。市售的草甘膦通常是一种浓水溶液。

草甘膦的各种盐类、制备这些草甘膦盐类和草甘膦制剂的方法、以及使用这些制剂杀死或抑制杂草与植物的方法在下列文献中已有描述。这些文献是：分别于1974年3月26日和1983年9月20日授予John E. Franz的美国专利US 3799758和US4405531。其他公开草甘膦盐类的美国专利有1982年2月16日授予George B. Large的US 4315765，1985年3月26日授予Izak Bakel的US 4507250，1983年8月9日授予Izhak Bakel的US4397676，1984年11月6日授予Michael P. Prisbylla的US4481026，以及1979年2月20日授予Erhard J. Prill的US4140513。这里将上述这些专利完整地列出，以作参考。

EPO（欧洲专利局）已公布的专利申请204146公开了一种除草组合物，其中含（a）2-（4-氯-2-氟-5-炔丙基羧

苯基)-5, 6, 7, 8-四氢-1H-1, 2, 4-三唑并基(1, 2-s)吡嗪(phridazine)-1, 3-二酮(I), 以及(b)草甘膦(i)glufosinate(ii)双丙氨酰磷(iii)和/或百草枯(iv)或它们的盐类以及一种惰性载体或惰性稀释剂。

EPO已公布的专利申请255760公开了一种颗粒状的农业用组合物, 这种组合物是通过将农药、阴离子表面活性剂并任选一种或多种添加剂组成的混合物, 以浓溶液或含水浆液的形式加入干燥塔的顶部而制得的。

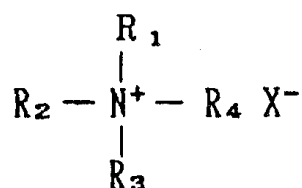
特开昭62-175407和特开昭62-175408公开了这样一种除草剂, 其中含固体载体、添加剂和除草用的组分, 其形状为4.8-15.0目的颗粒。所公开的除草组分为((3-氨基-3-羧基)丙基-1)甲基磷酸、N-(磷酰基甲基)甘氨酸、(2-氨基-4-甲磷基-丁醛基)丙氨酰丙氨酸以及它们的盐类。

EPO已公布的专利申请0206537公开了一种固体的基本上不吸湿的植物活性组合物, 其中含有一种植物活性剂N-磷酰基甲基-N-羧甲基化合物和一种在室温下是固态的表面活性剂的紧密混合物。

EPO已公布的专利申请0256608公开了一种制备固体植物活性组合物的方法, 该方法包括下列步骤:(a)将一种酸式植物活性剂N-磷酰基甲基-N-羧甲基化合物和一种液态胺反应, 生成所述的N-磷酰基甲基-N-羧甲基化合物的胺盐,(b)将所述的N-磷酰基甲基-N-羧甲基化合物的胺盐与熔融的表面活性剂混合, 该表面活性剂在室温下是固态, 以及(c)将所获的混合物冷却到低于表面活性剂的熔点, 以形成一种含有所述表面活性剂和所述N-磷

酰基甲基-N-羧甲基化合物的胺盐的组合物，其中所述的胺盐分散在室温下是固体的上述基料中。

PCT/WO 87/04595 公开了一种水溶性的干燥颗粒状除草用草甘膦制剂，其中含有草甘膦的钠盐和一种通式为



的表面活性剂，式中 R_1 和 R_2 各自独立地为甲基或乙基， R_3 为甲基、乙基、苄基或 C_{10} 至 C_{18} 的烷基， R_4 为 C_{10} 至 C_{18} 的烷基，而X是氯或溴。

特开昭 63-145205-88 公开了一种浓水溶液的除草制剂，其中含有水溶性草甘膦的盐、硫酸铵和一种季铵盐。

PCT/WO 87/04712 公开了一种制备N-膦酰基甲基甘氨酸的颗粒状碱金属盐的方法，该方法包括的步骤是将一种碱金属形成的固体碱与含水量达25%的N-膦酰基甲基甘氨酸一起进行拌和。

Research Disclosure Publication 27161 November 1986 "Novel Glyphosate acid wettable powder formulation effective in control of weeds" 公开了一种制剂，其中含有N-膦酰基甲基甘氨酸、非离子表面活性剂、硅藻土、无机盐（硫酸铵）和一种消泡剂。

化学文摘 (Chemical Abstracts) 103:191395K (1985), Davydov, M.; Vechtomova, T.N.; Banzunova, G.G. (USSR). Sashch. Rast. (Moscow) 1985, (9) 40-1 (俄文)，公开了两种苏联商标的草甘膦其中的一种是商标为Utal (I) [96638-41-4]的36%的水溶液，另一种是商标为Fosulen (II)的可吸湿50%的粉末。

本发明包括一种干燥而水溶性的适合农用的除草剂组合物，这种组合物含有N-膦酰基甲基甘氨酸的水溶性盐，其形式可为水分散性的颗粒、水溶性的颗粒、或水分散性的粉末或水溶性的粉末，但最好是水溶性的颗粒。该组合物含有一种N-膦酰基甲基甘氨酸的水溶性盐，另外还含有一种或多种液体表面活性剂。本发明的另一种方案还包括一种含水的上述组合物。

本发明的组合物还可含有硫酸铵、硫酸钾、氯化钾、硫酸钠、尿素，以及它们的混合物等。该组合物还可任选地含有增效剂，迅速燃烧添加剂、湿润剂、协同除草剂、染料、颜料、缓蚀剂、增稠剂、分散剂、钙的螯合剂、消泡剂，以及它们的混合物等。如果在组合物中使用两种或多种除草剂，则本发明的组合物可以是水溶性的或水分散性的颗粒。如果在使用的两种或多种除草剂中至少有一种相对的不溶于水的话，则最好制成水分散性的组合物。

在制备本发明的组合物的方法中，制备这种干燥而水溶性的颗粒状的适合农用的组合物时，可用盘式制粒、挤出制粒、流化床制粒（或相当的方法）将下列各种物质制成颗粒。这些物质是N-膦酰基甲基甘氨酸，N-膦酰基甲基甘氨酸和表面活性剂，或者N-膦酰基甲基甘氨酸的水溶性盐，其中任选地可含有表面活性剂。

在本发明的另一种实施方案中，所述组合物的制备方法是将N-膦酰基甲基甘氨酸或N-膦酰基甲基甘氨酸的一种适合农用的盐与一种或多种液体表面活性剂混合。

在制备本发明的组合物的另一种方法中，将各种组分与水混合，然后以喷雾法干燥而获得一种颗粒状的产品。

在制备本发明的组合物的又一种方法中，将各种组分与水混合并

在薄壁滚筒上进行鼓式干燥，然后将所获的薄片状组合物碾碎，得到一种颗粒状组合物。

在制备本发明的颗粒状组合物的又一种方法中，包括将草甘膦与碱（例如碳酸氢铵）和水混合，将其进行结晶，离心过滤，接着与表面活性剂混合，然后将其干燥成颗粒状产品。

在制备本发明的颗粒状组合物的再一种方法中，包括将草甘膦的湿块或含有少量湿气的湿草甘膦置流化床干燥器中使各组分进行反应，

这样可使反应过程有一个中和阶段，然后借助干燥使反应完全并获得颗粒状产品。

所说的组合物可任选地与硫酸铵混合及任选地与一种或多种附加的除草剂混合，然后将这些组分拌和，以获得所述的混合组合物。将上述这些组分添加到始料（通常是草甘膦或其水溶性盐）中的顺序没有严格规定。然后将混合的组合物任选地用相似的方法或在相似的装置中进行粒化，以形成本发明的组合物。

本发明的目的是提供一种干燥而水溶性的和／或水分散性的适合农用的除草剂组合物。

本发明的另一个目的是提供一种制备所述组合物的方法。

本发明还有一个目的是提供一种用于杀死或抑制杂草的除草方法，该方法是将有效除草量的所述组合物喷洒到有待杀死或有待抑制的植物或杂草生长区。

本发明还有一个目的是提供一种干燥而水溶性的或水分散性的适合农用的除草剂组合物，该组合物的运输费用较低，它与各种协同除草剂和不同添加剂均有较好的混溶性，它可包装在廉价的易燃的包装物中，并且由于使用者与该制剂的接触最少而易于使用。

上述目的和其他一些目的，诸如均匀的颗粒大小分布和不结块的特性等在本发明中均已达到。这将在下文中作更详细的介绍。

本发明所具有的另一个优点在于，在操作人员的暴露成为问题的地区使用这种干燥的产品将是有利的。对于包装在水溶性的包装袋中来说，这种干燥制剂是极好的选择物，这样在处理和混合这种制剂时，可显著减少操作人员与制剂接触。

本发明包括一种干燥而水溶性的适合农用的除草剂组合物，其中含有N-磷酸基甲基甘氨酸的水溶性盐和（任选地）一种液体表面活性剂。

本文中使用的术语“液体”包括那些在室温（约25℃）下为流态的物质，同时还包括蜡和含有固体表面活性剂的液态组合物。

本发明的所述组合物通常为大于60目的颗粒，其含水量范围约为0.1—5.0%（重量），而较佳为小于2%（重量）。但可能含有较此多些或少些的水分（湿气），这要取决于组合物的组分。

如有必要，可把协同除草剂、缓蚀剂、增稠剂、分散剂、钙的整合剂、增效剂、迅速燃烧添加剂、湿润剂、染料或颜料以及消泡剂单个地或共同地混合到组合物中。

增稠剂可以选自木素硫酸钠、淀粉、纤维素衍生物、高分子量聚乙烯、树胶，以及它们的混合物等。

某些能形成水溶性盐的协同除草剂也能使用。例如可以从下列物质中选择上述协同除草剂，这些物质是：达克尔（5-（2-氯-4-（三氟甲基）苯氧基-2-硝基苯甲酸酯）、草灭平（3-氨基-2,5-二氯苯甲酸）、2,4-D〔（2,4-二氯苯氧基）乙酸〕、草藻灭（7-氯杂双环（2,2,1）庚烷-2,3-二羧酸）、二

甲 4 氯丙酸[2 - (2 - 甲基 - 4 - 氯苯氧基) 丙酸] 、毒莠定 (4 - 氨基 - 3, 5, 6 - 三氯吡啶 - 2 - 羧酸、2, 4, 5 - T (2, 4, 5 - 三氯乙酸) 草芽平 (2, 3, 6 - 三氯苯甲酸) 、麦草畏 (3, 6 - 二氯 - 邻 - 茴香酸) 、MCPA (4 - 氯 - 邻 - 甲苯氧基乙酸) 、茅草枯 (2, 2 - 二氯 - 丙酸) 、2, 4 - 滴丙酸 (2, 4 - 二氯苯氧基丙酸) 、MCPB [4 - (4 - 氯 - 邻 - 甲苯氧基) - 丁酸] 双丙氨酰磷 (DL - 同丙氨酸 - 4 - 基 - 磷酸甲酯) 、glufosinate [(3 - 氨基 - 3 - 羧丙基) - 甲基磷酸铵] 、Pursuit (2 - [4, 5 - 二氢 - 4 - 甲基 - 4 - (1 - 甲基乙基) - 5 - 氧代 - 1 H - 咪唑 - 2 - 基] - 5 - 乙基 - 3 - 吡啶羧酸) 、Scepter [2 - [4, 5 - 二氢 - 4 - 甲基 - 4 - (1 - 甲基乙基) - 5 - 氧代 - 1 H - 咪唑 - 2 - 基] - 3 - 噻啉羧酸) 以及它们的混合物等。

可能较好的是使用一种非水溶性的固体协同除草剂。在此实施方案中, 协同除草剂是以细粉状存在于组合物中。所说的协同除草剂包括: 磺酰基脲类, 例如Dust (2 - [3 - (4, 6 - 二甲基嘧啶 - 2 - 基) 脲基磺酰基] 苯甲酸) 和绿黄隆 [1 - (2 - 氯苯基磺酰基) - 3 - (4 - 甲氧基 - 6 - 甲基 - 1, 3, 5 - 三嗪 - 2 - 基) 脲)], Ally (2 - [[[[(4 - 甲氧基 - 4 - 甲基 - 1, 3, 5 - 三嗪 - 2 - 基) 氨基] 羧基 - 氨基] - 磺酰基] - 苯甲酸甲酯) , Classic (2 - [[[[(4 - 氯 - 6 - 甲氧基 - 嘧啶 - 2 - 基) 氨基] - 羧基] 氨基] - 磺酰基] - 苯甲酸乙酯) 、敌草隆 (N' - (3, 4 - 二氯苯基) - N, N - 二甲脲) , 利谷隆 (3 - (3, 4 - 二氯苯基) - 1 - 甲氧基 - 1 - 甲脲) , 阿特拉津 ((2 - 氯 - 4 - (乙氨基) - 6 - (异丙氨基) - 均三嗪) , 西玛津 (2 - 氯 - 4, 6 - 双 (乙氨基) - 5 - 三嗪) , 以及它们的

混合物等。

非水溶性协同除草剂可以是以水分散颗粒存在于所述组合物中的液体或固体。例如，阿特拉津（（2-氯-4-（乙氨基）-6-（异丙氨基）-均三嗪）、fomesafen（5-[2-氯-4-（三氟甲基）-苯氧基]-N-甲基磺酰基）-2-硝基苯甲酰胺）、乙氧氟甲草醚（2-氯-1-（3-乙氧基-4-硝基苯氧基）-4-（三氟甲基）-苯）、ferox（[fenoxaprop-乙基：（±）-乙基-2，4-（6-氯-2-苯并恶唑基）氧代+苯氧基]丙醇酯）、西玛津（2-氯-4，6-双（乙氨基）-5-三嗪）、敌草隆（N'-（3，4-二氯苯基）-N，N-二甲脲）、Ally（2-[[[（4-甲氧基-4-甲基-1，3，5-三嗪-2-基）氨基]羰基]-氨基]磺酰基]-苯甲酸甲酯）、Classic（2-[[[（4-氯-6-甲氧基-嘧啶-2-基）-氨基]-羰基]氨基]磺酰基]-苯甲酸乙酯）、利谷隆（3-（3，4-二氯苯基）-1-甲氧基-1-甲脲）、Oust（2-[3-（4，6-二甲基嘧啶-2-基）脲基磺酰基]-苯甲酸）、绿黄隆（1-（2-氯苯基磺酰基）-3-（4-甲氧基-6-甲基-1，3，5-三嗪-2-基）脲），以及它们的混合物等。

本发明的组合物中的草甘膦盐组分最好通过选自下列的各种碱（酸的接受体）与草甘膦的湿块或潮湿的草甘膦进行混合而制备。所说的碱包括氨，氢氧化铵，铵或碱金属的碳酸盐、碳酸氢盐、偏硼酸盐、柠檬酸盐、甲酸盐、草酸盐、磷酸盐、丙酸盐、焦磷酸盐、偏硅酸盐、正硅酸盐、亚硫酸盐、硫代硫酸盐、四硼酸盐、一酸价磷酸盐、三多磷酸盐、偏磷酸盐，氢氧化钠，氢氧化钾，乙二胺四乙酸四钠，以及它们的混合物等。草甘膦及其盐的混合物可以用来作为原料。

此处所用的术语“混合”包括草甘膦与其他组分的反应、中和以及部分中和，也包括将草甘膦与其他组分混合或以喷雾法喷到其他组分上或与其他组分掺和或加到其他组分中。

合适的液体表面活性剂包括非离子表面活性剂、阴离子表面活性剂、阳离子表面活性剂和两性表面活性剂以及它们的混合物等。但最好是选择那些可以提高N-膦酰基甲基甘氨酸的除草活性的表面活性剂。最佳的表面活性剂是含有15-18摩尔环氧乙烷的乙氧基化牛脂胺。

作为液体非离子表面活性剂的例子有聚氧乙烯烷基醚、聚氧乙烯烷基芳基醚、聚氧化烯烷基芳基醚甲醛缩合物、聚氧乙烯亚烷基芳基醚、聚氧化烯烷基酯、聚氧亚烷基烷基脱水山梨醇酯、聚氧化烯烷基山梨醇酯、聚氧化烯烷基甘油酯、聚氧亚烷基嵌段共聚物、聚氧化烯嵌段共聚物烷基甘油酯、聚氧化烯烷基氢磺酰、聚氧化烯松香酯、聚氧丙烯嵌段共聚物、聚氧乙烯油酸醚、聚氧化烯烷基酚，以及它们的混合物等。

作为液体阳离子表面活性剂的例子有聚氧化烯烷基胺类，如乙氧基化牛脂胺、乙氧基化油酸胺、乙氧基化豆油胺、乙氧基化椰子胺、乙氧基化合成烷基胺、乙氧基化III°辛胺等，以及它们的混合物。

作为液体阴离子表面活性剂（除了溶于水的以外，通常它们皆为固体颗粒）的例子有烷基硫酸钠、一烷基和二烷基萘磺酸钠、 α -烯基磺酸钠、链烷磺酸钠、烷基硫酸盐、聚氧化烯烷基醚硫酸盐、聚氧化烯烷基芳基醚硫酸盐、聚氧化烯苯乙烯苯基醚硫酸盐、一和二烷基苯硫酸盐、烷基萘磺酸盐、烷基萘磺酸盐甲醛缩合物、烷基二苯基醚磺酸盐、烯基磺酸盐、烷基磷酸盐、聚氧化烯烷基磷酸盐、聚氧化烯

苯基醚磷酸盐、聚氧化烯酚磷酸盐、聚羧基盐、脂肪酸盐、硬脂酸及其盐、油酸及其盐、N-甲基脂肪酸牛磺酸化物，以及它们的混合物等，包括钠、钾、铵和胺的盐。

作为合适的两性表面活性剂的例子有月桂基二甲基胺的氧化物、Aromox C/12、氧化胺、Monaterics、Miranol、甜菜碱、Lonzaines、其他的氧化胺以及它们的混合物等。

较佳的适合农用的N-膦酰基甲基甘氨酸的盐（草甘膦）包括N-膦酰基甲基甘氨酸与铵、异丙胺、三甲基铈、胍盐、钠、钾所形成的盐以及这些盐的混合物等。N-膦酰基甲基甘氨酸的钠盐和铵盐特别适用于本发明。在本发明中既可以使用N-膦酰基甲基甘氨酸的水溶性盐的混合物，也可以使用具有表面活性的N-膦酰基甲基甘氨酸的盐，例如N-膦酰基甲基甘氨酸的N，N，双羟乙基椰子胺盐。

最理想的水溶性颗粒（WSGS）是草甘膦的铵盐或钠盐与作为表面活性剂的乙氧基化牛脂醇表面活性剂（牛脂+1.5-2.0摩尔环氧乙烷）所制成的颗粒。

在另一个实施方案中，本发明的组合物还含有硫酸铵、硫酸钾、氯化钾、硫酸钠、尿素，以及它们的混合物等。

如有必要，在制备这种含有水溶性的适合农用的N-膦酰基甲基甘氨酸的干燥而水溶性并适合农用的组合物时，可以用盘式制粒或挤出制粒技术使草甘膦的盐本身形成颗粒。假如使用盘式制粒技术，则在制成草甘膦的盐以后，在进行盘式制粒以前，可能需要一个中间干燥阶段。

在制备N-膦酰基甲基甘氨酸的盐时，可以用一种酸接受体与草甘膦的酸（含水约10-15%）混合，以中和N-膦酰基甲基甘

酸。最好有略微过量的酸接受体。但如果是用氨水、氢氧化铵或碳酸氢铵作基料时，则不需要过量。

如果本发明的组合物含有草甘膦的水溶性盐，则制备方法包括在制成草甘膦的水溶性盐以后，接着就将其制成颗粒（盘式制粒、挤出制粒、流化床制粒或与此相当的方法，如喷雾干燥、鼓式干燥、薄片式干燥、结晶和离心过滤等），以形成本发明的组合物。在这一实施方案中，在盘式制粒步骤中需加入水，以促进粒化，接着在随后的干燥步骤中除去水分。如果使用挤出制粒，通常也接着采用除水的步骤，但该步骤不一定总是必需的。

流化床干燥步骤通常跟随在制粒步骤之后，以形成本发明的组合物。在进行颗粒的这种再加工时，往往可能需要考虑各种参数，如温度、配料的质量等。

当本发明的组合物含有液体表面活性剂时，则制备组合物的方法包括把所述的水溶性的适合农用的N-膦酰基甲基甘氨酸的盐和任选的所述一种或多种液体表面活性剂与硫酸铵掺和，据此可将这些组分单独地或全部地混合，以形成一种混合的组合物，它作为本发明的组合物。

可以借助喷雾法把表面活性剂喷到草甘膦的水溶性盐上，使二者混合，然后将草甘膦的水溶性盐进行盘式制粒，以形成本发明的组合物。也可以在制粒之前，将一种或多种液体表面活性剂与草甘膦的水溶性盐在混合器中进行混合，然后制粒。在上述后一种实施方案中，在制备本发明的组合物时，通常要向制粒机中加水，以促进粒化作用。

在上述的另一种实施方案中，如有必要，可以把水喷到含有草甘膦的水溶性盐并任选地含有表面活性剂的混合组合料中，然后将该混

合组料进行盘式制粒，以形成本发明的组合物。

当在捏和机、混合器或其他类型的混合装置中完成了混合步骤以后，所获的混合组合物的外观通常会在很大范围内变化（这时取决于其中的含水量），它可能象潮湿或湿润的粉末，甚至呈松散状，也可能象生面团一样的物质。以后混合组料中的多余水分可以通过流化床干燥除去，使水分达到一个适合制粒（盘式制粒、挤出制粒、流化床制粒或其他类似的方法）的含量。

如果希望用挤出法制粒，则可将混合组料装入挤出器中，而不需要经过一个中间干燥步骤，然后将所获的挤出产物，即挤出的混合物，置流化床干燥器或其他干燥设备（干燥箱、气流干燥器等）中进一步干燥，以形成本发明的组合物。

本发明还包括一种杀死或抑制杂草的方法，该方法是把有效除草量的本发明的组合物喷洒到有待杀死或有待抑制的植物或杂草生长区。在喷洒到植物或杂草生长区之前，需要将组合物用水稀释，但在不是所有情况下都需要用水稀释，例如在这些植物带有露水的情况下就不需要稀释。一般说来，在使用本发明杀死或抑制杂草或植物时，在美国专利US 3 799 458中所公开的以及其他专利所涉及的关于草甘膦的盐和组合物的一般使用方法都将对该领域中的技术人员有所帮助。

在实施本发明时，必须向植物上喷洒有效量的本发明的化合物，在使用这种含有作为活性组分的草甘膦盐类时，其正确用量取决于所针对的植物对药物的敏感性以及其他一些因素，如植物的种类及其生长阶段，降雨量及所用盐的具体种类。在通过处理叶子来控制蔬菜的生长时，活性组分的用量为每英亩约0.01至约20或多于20磅。

当施用于水生植物，以控制其生长时，活性组分的用量约为 0.01 ppm 至 1000 ppm，这要取决于水生的介质。对于植物中毒或进行除草控制来说，活性组分的有效用量是全部控制或选择性控制所需要的量，即植物中毒用量和除草用量。可以相信，本领域的普通技术人员可以根据本说明书和其中所引用的有关专利的教导，很容易地确定大致的施用量。至于颗粒的使用也可根据常规的颗粒技术来进行。

下面列出一些实施例解释本发明以及本发明的某些不同实施方案。所列的这些实施例只是解释本发明的新颖制剂、制备这些制剂的方法以及用这些制剂除草的方法，而不能作为对发明的范围的限定。

实施例

一般混合方法：

在制备本发明的草甘膦铵（任选地可以是草甘膦钠）的水溶性颗粒的常规方法中，开始是以碳酸氢铵（或碳酸钠或碳酸氢钠）中和草甘膦酸的湿块（含水约 1—15%），在一个混合器（例如螺条混合器或霍巴特（Hobart）混合器）中进行混合，以形成草甘膦的水溶性盐（草甘膦的铵盐或钠盐）。

反应的产物包括草甘膦铵（钠）、二氧化碳和水。在反应过程中，反应物的重量有所减少。如有必要，可根据二氧化碳的生成量和随之发生的重量损失来控制反应速率。从反应开始至完全反应所需的时间从约二、三十分钟至约 1 小时。对混合组合物来说，最佳颗粒大小约为 20 目。

在草甘膦与碳酸氢铵（钠）的反应完成后，形成了草甘膦铵（钠）的一种松散状的湿块或白色的粉末。这时或者随之将草甘膦铵（钠）制成水溶性的颗粒，以形成本发明的组合物，或者将其干燥，或者作

为某些其他用途，例如在密封装置中混合，也可形成本发明的组合物。

（任 选 的）表面活性剂的添加与混合

在制成上述草甘膦铵（钠）之后，可以任选地添加至少一种表面活性剂。较佳的表面活性剂是一种乙氧基脂族牛脂胺，其中平均约含 15—18 摩尔环氧乙烷（MON—0818）。添加表面活性剂后通常会形成一种非常稠的生面团状物质。所用的搅拌设备最好应这样来选择，即该设备不仅可以搅拌浓稠的面团状物质，而且还应有蒸汽加热套，以便借助加热而除去多余的水分，结果形成一种适于进行下一步工序的盘式制粒用的潮湿粉末。在这一工序中所获的混合组合物即可作为本发明的组合物，但这要取决于其中水分含量。

盘式制粒

如果需要，可把潮湿的但可自由流动的草甘膦铵（钠）和表面活性剂的混合物放入一个常规的盘式制粒机中进行制粒，以形成本发明的组合物。在制粒步骤中通常要加水。为了达到所需的颗粒特征，需要对制粒机进行操作特性试验。

另一种方法是在一台被称为端流器（turbulator）的设备中将草甘膦铵造粒，该设备基本上是一台改进的捏和机，它能充分进行混合。将粉末加入该设备的一端。在混合过程中喷入液体，这一步骤形成颗粒，这些颗粒从设备的另一端排出并接着可以进行干燥。这种方法可用于添加表面活性剂的情况，而且可把混合步骤与制粒步骤结合起来。其他合适的制粒方法可能是硫化床制粒、滚动制粒技术、或者使用 Schugi 制粒设备进行制粒。

制粒方法

有许多不同的方法用于制造水溶性颗粒。某些水溶性颗粒制造方

法是将液体表面活性剂直接喷洒到在盘式制粒机（或盘式制球机）中的草甘膦铵粉末上。结果发现，表面活性剂可以很好地与掺和机中的草甘膦粉末混合，而借助于往粉末上喷水就可将这些混合物制成颗粒。这样获得的颗粒质量略有差异。可用来制粒的其他设备有：Patterson-Kelly V 型掺和机、挤出器、螺条混合器和流化床。

挤出制粒法

如果需要，可以从第一个步骤进行挤出制粒步骤。在这一实施方案中，把从混合设备出来的混合产物送入一台挤出器中，而挤出来的本发明的产品通常是圆柱形的颗粒，其直径范围通常约为 0.4 – 2.0 mm，较佳约为 0.7 – 1.2 mm，其长度范围通常约为 1 – 10 mm，较佳约为 2 – 5 mm。

在制粒步骤以后，通常还需要干燥组合物，以形成本发明的组合物。

干燥

较佳的干燥方法是使用流化床干燥器，这种方法比其他方法能更快的干燥和更适中。如是少量样品，干燥可在 60 °C 至 70 °C 的温度下持续数小时，或在烘箱中保持一夜。

已经发现，草甘膦钠的水含量会影响盘式制粒机中形成的颗粒大小，同时也影响水溶性颗粒的质量。在含水量高达 18 – 20 % 时，草甘膦钠粉末仍可自由流动。已经发现，为了形成高质量的颗粒，所需的最低水含量约为 5 – 7 %。而以 10 – 15 % 的水含量为最佳。对于以盘式制粒法制出的草甘膦钠和草甘膦铵的颗粒，当其中的水分含量低于 5 – 7 % 时，这种颗粒将十分松软，而且其内部呈粉末状。

可以把水喷洒到有待制粒的草甘膦粉末中，或者如有必要，可把

表面活性剂与水一起混合，然后将其喷洒到粉末上。即使在表面活性剂中含有水，较佳水含量对于制粒步骤来说仍是一个重要因素，所说的较佳总水含量约为草甘膦重量的 10 %。

即使改变制粒方法，即将表面活性剂在掺和机中与草甘膦铵粉末一起混合并将所形成的粉末制成颗粒，在此情况下仍需要有最低的水含量。当用“干透的”草甘膦铵与 Sterox NJ（壬基酚 + 9.5 摩尔环氧乙烷）混合并使所获粉末制粒时，所形成的颗粒是松软的。如果草甘膦铵的含水量约为 10 %，当以表面活性剂与其混合时就可获得质量很高的颗粒。

看来水分只是在颗粒的形成过程中是必需的。一旦颗粒形成之后，水分就可以通过干燥而除去，于是将会获得高质量的、坚实的颗粒。

可以在烘箱中或者在流化床干燥器中除去水分。

没有进行理论分析，但在水、表面活性剂环氧乙烷（EO）含量和颗粒性质之间的关系似乎是与表面活性剂和草甘膦之间的氢键结合或水合作用有关。由于表面活性剂在水中不能形成凝胶，因而通常得不到高质量的颗粒。

通常按照上述常规步骤来进行下列实施例，但是作了某些改变，以调节配料体积和常规设备的利用率。对于每种组合物提供相同性质和数量的组分。所有百分比（%）都按重量计算。

实施例 1

将碳酸氢铵与草甘膦酸混合，然后干燥该混合物以形成本发明的一种组合物。

草甘膦酸（100%）	90.86克
碳酸氢铵	43.52克

水和二氧化碳损失	<u>-34.38克</u>
	100.00克

实施例 2

草甘膦酸湿块 (8 6 %)	105.65克
碳酸氢铵	<u>43.52克</u>
	149.17克

将上述组分分别称重并在烧杯中用刮勺混合，以形成草甘膦铵。降低混合物温度。最终温度为 7 °C。重量不断减轻。

当在辊式磨碎机上掺合 2 小时后最终失重为 2 1 . 7 6 克。

将草甘膦铵置 6 0 °C 的烘箱中干燥一夜。

失重	22.41克
总重	105.00克

实施例 3

将 3 0 克 M O N - 0 8 1 8 加入草甘膦铵（在上述实施例 2 中制备的）中并进行人工混合。所产生的混合物是固体。M O N - 0818 表面活性剂吸收在颗粒中。所产生的制剂是：

草甘膦铵 (9 5 %)	105克
M O N - 0 8 1 8	<u>30克</u>
	135克

实施例 4

除了使用 Genamine T - 1 5 0 （牛脂胺加 1 5 摩尔环氧乙烷（E . O）之外，其余的类似组合物皆按照上述方法制备。再将其制成干燥固体。

草甘膦铵	65%重量
------	-------

Genamine T-150	23%
二甲苯磺酸铵	20%
水和惰性组分	10%

在制备上述制剂时首先向草甘膦湿块中加入Genamine T-150, 并进行人工混合。再加入碳酸氢铵。反应似乎很慢且未完全反应。

将 T - 1 5 0 (牛脂胺加 1 5 摩尔环氧乙烷) 与水合并一起加入草甘膦湿块中似乎可以用较少量的水即能溶解碳酸氢铵并使之与湿块发生反应。

往制剂中加入二甲苯磺酸铵 4 0 (A X S - 4 0) 并进行混合以使凝胶结构变得稀疏。失重增加的速率与不加入 T - 1 5 0 的相类似。最终在制剂中 A X S - 4 0 的总含量是 7 %。在 6 0 °C 的烘箱中干燥该混合物。

实施例 5

通过向湿块中加入碳酸氢铵来制备草甘膦铵 (参见实施例 2)。

此次在加入Genamine T-150之前先将制剂干燥。而且理论失重与实际失重完全一致。

按制剂的 2 5 % 的量加入Genamine T - 1 5 0 并进行混合。该制剂不是干燥和自由流动的。将样品在 6 0 °C 的烘箱中放置一夜。所获样品仍呈粘胶状。

制备了其他样品。而且得到类似的产物。将 2 5 % 的水 (按制剂重量) 喷洒到制剂上并混入其中。将制剂加热到不太高的温度。将样品在 6 0 °C 的烘箱中放置一夜, 形成了自由流动的固体碎粒。

实施例 6

制剂:

草甘膦铵	64.64%
Ethomeen T-25*	25.30%
消泡剂TH(Antifoam)30 Ind**	1.02%
水和惰性组分	<u>8.86%</u>
	100.00%

*牛脂胺加 1.5 摩尔环氧乙烷

**硅氧烷消泡剂

借助手工用烧杯和刮勺制备该组合物。

经分析，含草甘膦 60.64%。

实施例 7

制剂：

草甘膦铵	56.95%
Ethomeen T-25	28.05%
十二烷基硫酸钠	5.00%
消泡剂TH(Antifoam)30 Ind	1.02%
水和惰性组分	<u>8.08%</u>
	100.00%

利用烧杯和刮勺制备该组合物。

实施例 8

用不同量的表面活性剂和硫酸铵来制备草甘膦颗粒的几种样品。

应用盘式制粒法。

步骤：

1. 在霍巴特 (Hobart) 混合器中制备草甘膦铵湿块或在盘式制粒机中混合。

2. 一边在盘式制粒机中混合，一边将表面活性剂加入草甘膦铵湿块中。

3. 在混合时加入硫酸铵。

4. 筛选出 8 / 40 目的筛分。

草甘膦酸湿块 (85 %)	107.06克
碳酸氢铵	<u>40.91克</u>
	147.97克
二氧化碳的重量损失	<u>-22.50克</u>
	125.47克

对于制备含 2000 克酸当量的制剂：

草甘膦酸湿块 (85 %)	2352.94克
碳酸氢铵	<u>899.10克</u>
	3252.04克
二氧化碳损失	<u>-494.50克</u>
	2757.54克

实施例 9

草甘膦酸湿块 (85 %)	19.3%
碳酸氢铵	7.4%
硫酸铵	74.25%
MON - 0818 表面活性剂	6.88%

除去水和二氧化碳。然后试验将上述组分量盘式制粒机中制粒，但由于硫酸铵的存在有害于颗粒的质量。故加入相当于含量为 2 % 的木素磺酸铵使产物粒化。

实施例 10

MON - 0 8 1 8	6.67克
草甘膦铵	20.0克
硫酸铵	60.0克
Reax 8 3 6 A *	2.0克

*木素磺酸盐分散剂

实施例 1 1	%
草甘膦的铵盐 (9 0 %)	13.3
利谷隆 (Linuron) (9 0 %)	22.2
硫酸铵	20.0
硫酸钠	36.5
白碳	1.5
Runox 1000 C *	5.0
苏乳播 (Sorpol) 5 1 7 5 *	1.5

*专利产品阴离子硫酸盐

实施例 1 2	
草甘膦铵 (9 1 % 酸当量)	800克
水	50克
Ethomeen C-15	150克

原始的盘式和挤压式制粒都很适用。

实施例 1 3	
草甘膦铵	250克
山梨醇 (固体) 湿润剂	250克
Ethomeen液体表面活性剂	80克

实施例 1 4

通过在罐中加入固体颗粒并随后在辊式碾磨机上混合而制得该组合物。

草甘膦酸湿块 (8 6 %)	250克
碳酸氢铵	90克
硫酸铵 (颗粒)	600克

将上述三种组分混合 1 小时。

喷洒Ethomeen T-25 67克

在 T - 2 5 加入后进行干燥。

在Patterson Kelley 混合器中制成上述组合物。

实施例 1 5

以碳酸氢铵法在螺条混合机中用草甘膦制备草甘膦铵。将 3 0 0 磅草甘膦酸湿块放在 2 英寸高的托盘中并使它与空气接触以使之干燥。然后将干燥的草甘膦酸进行Fitz式碾磨，使颗粒的尺寸均匀。最初水分约为 1 6 %，在敞开两天后水分含量为 1 . 2 5 %。

草甘膦酸	150磅
碳酸氢铵	70磅
水	4磅
Flo Mo TA-15*	17磅

*牛脂胺 + 1 5 摩尔环氧乙烷

用人工将碳酸氢铵块加入在螺条混合机内的草甘膦酸中。加入水以加速反应。该反应进行 2 . 5 小时。为了达到更高的反应速率，需要将剩下的一些碳酸氢铵块打碎。将最终混合物进行Fitz碾磨，以将块状物磨碎。不需要进行附加的粒化。

实施例 1 6

使用与实施例 1 5 相同的螺条混合机进行试验步骤。首次试验使用干燥的草甘膦酸。

硫酸铵	150磅
草甘膦酸 (9 7 %)	51.5磅
碳酸氢铵	12.0磅
水	4.0磅

将这四种组分混合在一起，然后加入ELOMO TA-15 (1 7 . 0 磅)，所获混合物的总量为 2 3 4 . 5 磅。这种方法可使混合物充分混合并使块状物破碎。在干燥后形成优质的颗粒。

实施例 1 7

使用草甘膦铵湿块，在“V型混合器”中进行制粒。该混合器制得粉状的颗粒。盘式制粒法的制粒过程十分迅速。其中 8 7 % 的颗粒粒度小于 4 目。

实施例 1 8

硫酸铵	11125克
草甘膦酸	2500克
碳酸氢铵	560克
Ethomeen T-25	1042克
水和二氧化碳损失	- 663克

在Patterson Kelley 混合器中用2. 9 4 % 的水制备该制剂。颗粒是细微的粉末。

实施例 1 9

草甘膦铵 (8 6 . 5 %)	83.24%
Ethomeen T-25	16.76%

在Patterson Kelley 混合器中制备 7 0 0 0 克。

实施例 2 0

草甘膦铵 (8 6 . 5 %)	23.13%
Ethomeen C-12*	6.67%
硫酸铵	70.20%

*椰子胺 + 2 摩尔环氧乙烷

实施例 2 1

草甘膦酸湿块 (8 5 % 酸当量)	23.53%
硫酸铵	72.3%
碳酸氢铵	4.5%
Ethomeen C-12	6.7%
二氧化碳和水损失	-7.03%

在Patterson Kelley 混合器中制备。

实施例 2 2

用草甘膦和Scepter除草剂制备一种水溶性和水分散性的组合物。

步骤：

使用碳酸氢铵反应 (实施例 8) 获得的草甘膦铵作为草甘膦源，
碾磨Scepter (锤磨，使之通过 0 . 1 2 英寸的筛孔) 并将这两种物质
在辊式碾磨机中一起混合。慢慢加入Ethomeen T-25并混入其中。将其
制成颗粒。由于颗粒是松软的，所以当颗粒在碾磨机上混合时喷入
1 0 % 的水。混合持续 1 . 5 小时，混合时用刮刀清除罐壁上的混合
物。将颗粒置 6 0 °C 的烘箱中干燥一夜。将颗粒筛选出 1 2 / 2 0 目
的筛分。将较大的颗粒磨碎并再筛选出 1 2 / 2 0 目的筛分。较细的
颗粒则返入其他的一批配料用于再加工。在一个实施方案中，可以使

用筛子，或者如果需要，可以使用一种Sweco筛分系统。过大的颗粒可以用锤磨机或者例如带有陶瓷球的研磨机进行磨碎。

草甘膦铵（80%的湿块）	71.85克
Scepter (88%)	16.63克
Ethomeen T-25	18.90克
水	10.7克

在烘箱中于60℃放置一夜，产品的重量是102.3克。

实施例23

草甘膦酸湿块（87%）	1150克
碳酸氢铵	450克
工业Classic (98.75%)	50克
Ethomeen T-25	333克

当将固体颗粒混合并进行反应时所放出的二氧化碳为247.5克。

在干燥期间带走161.25克水。

所用的工序：

加入全部物料并进行混合。混合物变冷（7℃）并失重。反应进行约1.5小时。

将干燥的反应物料（草甘膦铵和Classic）放入盘式制粒机，并且在进行制粒时同时往物料上喷洒Ethomeen T-25。

然后将粒化的草甘膦/Classic在振动式流化床中进行干燥。将颗粒筛选出8/40目的筛分。

将5克颗粒分散在95克自来水中并人工用搅拌棒搅拌，颗粒在2RPS（转数/秒）的搅拌条件下在1-2.5分钟内溶解/分散。

实施例 2 4

工业敌草隆 9 9 %	46.13%
草甘膦铵 / 表面活性剂*	23.43%
(6 5 % 酸当量)	
硫酸铵	30.44%
* 7 8 % 草甘膦铵和 2 2 % Ethomeen T-25 的磨碎混合物 (6 5 % 酸当量)	

实施例 2 5

敌草隆 9 9 %	39.63%
草甘膦铵 / 表面活性剂*	60.37%
* 7 8 % 草甘膦铵和 2 2 % Ethomeen T-25 的磨碎混合物 (6 5 % 的酸当量)	

实施例 2 6

敌草隆 9 9 %	22.25%
草甘膦铵 / 表面活性剂*	33.90%
硫酸铵	43.85%
* 7 8 % 草甘膦铵和 2 2 % Ethomeen T-25 的磨碎混合物 (6 5 % 的酸当量)	

实施例 2 7

阿特拉津 (Shell 空气磨) (9 4 %)	60.60%
Stepanol Me-dry sodium*	1.50%
Morwet D-425**	3.29%
草甘膦铵 / 表面活性剂* * *	<u>34.61%</u>
	100.00%

*** 十二烷基硫酸钠**

**** 萘甲醛与磺酸钠的缩合物**

***** 7.8 % 草甘膦铵和 2.2 % Ethomeen T-25 的磨碎混合物 (6.5 % 的酸当量)**

把上述各组分按所列顺序进行掺合，直到在一个塑料袋中均匀一致。使用盘式制粒机将混和的组合物制成颗粒。在制粒过程中喷水并使用标准盘式制粒工艺。在实验流化床中干燥颗粒。

实施例 2.8	%
草甘膦铵 (86.5 % 酸当量)	89.30
工业 Oxyfluorfen (95%)	<u>10.70</u>
	100.00

将混合物制成挤出的颗粒。

实施例 2.9	%
草甘膦湿块 (8.6 %)	22.0
磷酸氢二铵	14.0
苏乳播 7.5.5.3	6.0
硫酸铵	<u>58.0</u>
	100.00

实施例 3.0	%
草甘膦铵 (9.0 % 酸当量)	20.0
麦草畏钠盐 (Dicamba sodium salt (9.0 % 酸当量))	10.0
Texapon K-1296*	9.0
硫酸铵	60.4

Cellogen 4H**	<u>0.6</u>
	100.0
*十二烷基硫酸钠 (Henkel)	
**羧甲基纤维素	
实施例 3 1	%
草甘膦湿块 (9 1 . 0 %)	22.4
碳酸氢钠	9.5
苏乳播 7 5 5 3	6.0
硫酸铵	<u>73.0</u>
	100.00
实施例 3 2	%
草甘膦湿块 (8 5 %)	22.4
氢氧化钠	4.5
苏乳播 7 5 5 3	6.0
硫酸铵	73.0
水损失或脱水	<u>- 5.9</u>
	100.00
实施例 3 3	%
草甘膦湿块 (8 2 . 2 %)	20.42
麦草畏 (8 8 . 8 %)	9.34
碳酸氢钠	18.95
苏乳播 7 5 5 3 *	4.15
磷酸二氢铵	<u>47.14</u>
	100.00

***牛蒡酸 + 1.5 摩尔环氧乙烷**

实施例 3.4	%
草甘膦湿块 (81.2%)	28.38
碳酸氢钠	11.48
硫酸铵	5.18
苏乳播 7553	<u>54.96</u>
	100.00

实施例 3.5	%
草甘膦 (96%)	30.35
氨	2.62
Witconate AOK*	8.09
硫酸铵	58.28
SAG-47**	<u>0.66</u>
	100.00

* 十四烷基和十六烷基硫酸钠

** 硅氧烷消泡剂

实施例 3.6	%
草甘膦铵*	72.09
Sterox NJ**	<u>27.01</u>
	100.00

* 由草甘膦湿块和碳酸氢铵制备

** 壬基酚+9.5摩尔环氧乙烷

实施例 3.7	%
草甘膦湿块 (85%)	23.05

2, 4 - 二氯苯氧基乙酸	20.02
Texapon K1296*	5.00
硫酸铵	50.02
碳酸氢钠	17.05
水和二氧化碳损失	<u>- 16.05</u>
	100.00

* 十二烷基硫酸钠

实施例38	%
草甘膦钠	16.07
苏乳播 7 5 5 3	3.04
硫酸铵	46.06
Bialaphos WSG(20%酸当量)*	<u>37.03</u>
	100.00

* Herbiace 水溶性颗粒

实施例 3 9	%
草甘膦铵	73
表面活性剂*	22
水	<u>5</u>
	100.00

* Sterox NK(壬基酚+11摩尔环氧乙烷)与Aromox C-12(N,N,-
双(羟乙基)椰子胺氧化物)之比为3:1的混合物

实施例 4 0

草甘膦铵	1000磅
T - D E T N - 3 0 7 *	500磅

干燥时水损失

-173磅

* 壬基膦+30摩尔环氧乙烷

用于制备本发明的颗粒产品的喷雾干燥方法包括使用这样一种原料，该原料为含有如下组分和总固体颗粒含量为45—65%的水溶液或稀浆或其混合物，所述组分包括草甘膦盐，或草甘膦和碱，表面活性剂，以及如果需要还包括添加剂，例如硫酸铵，一种固体协同除草剂，例如阿特拉津等等。

喷雾塔的尺寸可以有很大变化，如果需要，它可以从一个直径6英寸，高15英寸的试验装置变化到一个直径22英寸、垂直高30英寸甚至尺寸更大的具有30°—60°锥角的工业装置。

稀浆温度

20-50°C

喷雾方式：混合流或顺流的层流

喷雾用喷嘴：中空锥体（1—3个喷嘴）

喷雾压力：60—250磅/英寸²

空气流：625—4200立方英尺/分

塔的空气温度：入口：250—400°F

出口：100—300°F

实施例41—45是通过喷雾干燥工艺来进行。实施例20—25也可以通过喷雾干燥工艺来进行。

实施例41

%

草甘膦钠

25.09

硫酸铵

68.04

Witconate AOK

5.07

100.00

实施例 4 2	%
草甘膦铵	27.40
硫酸铵	<u>72.60</u>
	100.00
实施例 4 3	%
草甘膦铵	25.04
硫酸铵	68.09
Witconate AOK	<u>5.07</u>
	100.00
实施例 4 4	%
草甘膦铵	27.04
硫酸铵	<u>72.06</u>
	100.00
实施例 4 5	%
草甘膦钠	27.05
硫酸铵	<u>72.05</u>
	100.00

可以将各组分按上述顺序混合，直至在一个塑料袋中均匀一致。可以利用盘式制粒机将混合后的组合物制成颗粒。可以在制粒过程中将水喷洒在上述组合物上，采用的是标准盘式制粒工艺。可以在实验流化床中干燥这些颗粒。

虽然本发明已描述了有关具体实施方案，但是这些详细说明不应看作对本发明的限定，显然，在不脱离本发明的精神和范围的前提下，可以对本发明采用各种等同物，作出变化和改进。当然，所述等同物的实施方案应认为包括在本发明范围之内。