

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl<sup>7</sup>

A01N 43/78

A01N 25/08

# [12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 97100023.9

[45]授权公告日 2002年8月7日

[11]授权公告号 CN 1088555C

[22]申请日 1997.2.28

[21]申请号 97100023.9

[30]优先权

[32]1996.2.28 [33]JP [31]96/65139

[73]专利权人 陶氏益农有限责任公司

地址 美国印第安纳州

[72]发明人 早川法仁 马场正纪

[56]参考文献

EP0371950 1990.6.6 A01N

BRIGHTON CROP . PROT. CONF. - PESTS DIS NO.1,1992,

1992. 1. 1 " MON 24000; A NOVEL FUNGICIDE WITH

DROAD -SPTRUM DISEASE CONT NOL" OREILLY 等人

审查员 赵霞

[74]专利代理机构 中原信达知识产权代理有限责任公司

代理人 丁业平

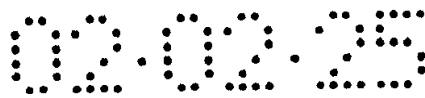
权利要求书1页 说明书4页 附图页数0页

[54]发明名称 含有 N - (2,6 - 二溴 - 4 - 三氟氧基苯基) - 2 - 甲基 - 4 - 三氟甲基 - 5 - 噻唑羧酰胺的农药组合物

[57]摘要

本发明提供含有用活性炭处理的溴氟菌唑作为有效成分的农药组合物。这些组合物提供溴氟菌唑在水中的增加释放。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4



## 权 利 要 求 书

---

1. 一种农药组合物，它包含用活性炭处理过的溴氟菌唑。

5           2. 权利要求 1 的农药组合物，其中溴氟菌唑是通过将溴氟菌唑溶于有机溶剂并将所得的溶液用活性炭处理而得到的。

3. 权利要求 2 的农药组合物，其中溴氟菌唑在有机溶剂中的溶解度在 20℃下至少为 1.0g/100ml。

10

4. 权利要求 2 的农药组合物，其中对应于在溶液中的每重量份的溴氟菌唑，活性炭的量是 0.0001—0.5 重量份。

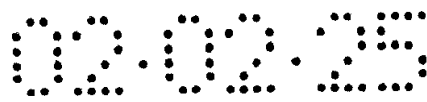
5. 制备用活性炭处理的溴氟菌唑的方法，包括：

15

- a) 将溴氟菌唑溶于有机溶剂，
- b) 加入活性炭，
- c) 去除活性炭，
- d) 蒸馏去除有机溶剂，和
- e) 将溴氟菌唑结晶。

20

6. 权利要求 5 的方法，其中对应于在溶剂中的每重量份的溴氟菌唑，活性炭的量是 0.0001—0.5 重量份。



# 说明书

含有 N-(2,6-二溴-4-三氟甲氧基苯基)  
-2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑羧酰胺的农药组合物

5

本发明涉及含有在水中释放性能改善的 N-(2,6-二溴-4-三氟甲氧基苯基)-2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑羧酰胺（通用名：溴氟菌唑，英文名称为 thifluzamide）的农药组合物。

10

溴氟菌唑是一种对稻纹枯病有高的农药活性的化合物。因为在水稻栽培中使用抗稻纹枯病的药品是在水稻田中的水量较少的时候，有效成分的溶解/扩散率可以明显影响铲除效果。然而，由于溴氟菌唑在水中的溶解度极低，大约为 1.6 mg/l（20℃），因此希望开发出一种可以增加它在水中释放率且改善其效力的方法。

15

我们发现，含有用活性炭处理的溴氟菌唑作为有效成分的农药组合物，溴氟菌唑在水中释放的性能得到了改善，从而实现了本发明。

因此，本发明是包含用活性炭处理过的溴氟菌唑的农药组合物。

20

本发明的另一实施方案是一种农药组合物，其中活性成分是通过将溴氟菌唑溶于有机溶剂并将所得的溶液用活性炭处理而获得的溴氟菌唑。

25

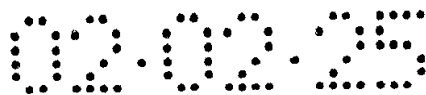
本发明的第三种实施方案是制备在水中释放性能改善的溴氟菌唑的方法，该方法包含：将溴氟菌唑溶于有机溶剂中，加入活性炭，除去活性炭，蒸馏除去有机溶剂，并结晶溴氟菌唑。

30

本发明中所用的活性炭可以是任何形状和形式的，只要它是通常采用的如颗粒和粉状的活性炭。对于意欲加入的量，无特殊的限制。对溶液中每重量份的溴氟菌唑，意欲加入的活性炭量优选是 0.0001-0.5 重量份，更优选 0.001-0.5 重量份。

35

对于意欲用于本发明中的有机溶剂无特殊的限制，只要它是一种可以溶解溴氟菌唑的普通溶剂。从工业的角度考虑，在 20℃ 下每 100 ml



溶剂可以溶解大于 1.0 g 溴氟菌唑的有机溶剂是优选的。例如，可以提到的有下列溶剂，但不限于这些实例：（1）醇类如烯丙醇、异丁醇、异丙醇、乙醇、四氢糠醇、仲丁醇、叔丁醇、糠醇、炔丙醇、1-丙醇、甲醇、3-甲基-1-戊炔-3-醇、乙二醇、乙二醇二乙酸酯、乙二醇二缩水甘油醚、乙二醇单乙酸酯、乙二醇二甲基醚、乙二醇单乙基醚、乙二醇单乙基醚乙酸酯、乙二醇单丁基醚、乙二醇单甲基醚、乙二醇单乙基醚乙酸酯、乙二醇单甲氧基甲基醚、2-氯乙醇、甘油、甘油 1,3-二甲醚、2-氯-1,3-丙二醇、二乙二醇、二乙二醇乙基甲基醚、二乙二醇氯乙醇、二乙二醇二乙酸酯、二乙二醇二乙基醚、二乙二醇二甲醚、二乙二醇单乙基醚、二乙二醇单乙基醚乙酸酯、二乙二醇单丁基醚、二乙二醇单乙基醚、二丙二醇、二丙二醇单乙基醚、二丙二醇单甲基醚、四甘醇、三甘醇、三甘醇单甲基醚、三乙二醇单甲基醚、亚丙基二醇、1,3-丁二醇、1,4-丁二醇、丙二醇、丙二醇单乙基醚、丙二醇单甲基醚和 1,5-戊二醇；（2）醚类和缩醛类如乙醚、1,4-二 烷、二丙基醚、二甲醚、四氢吡喃、四氢呋喃、糠缩醛和甲缩醛；（3）酮类如丙酮、二丙酮醇和甲乙酮；（4）酯类如甲酸乙酯、甲酸甲酯、乙酸乙酯、乙酸甲酯、乳酸乙酯、乳酸甲酯和  $\gamma$ -丁内酯；（5）羧酸如异丁酸、甲酸、乙酸和二氯乙酸；（6）N-烷基吡咯烷酮如 2-吡咯烷酮、N-甲基-2-吡咯烷酮、N-乙基-2-吡咯烷酮、N-乙基-2-吡咯烷酮、N-(2-羟乙基)-2-吡咯烷酮、N-环己基-2-吡咯烷酮、N-异丙基-2-吡咯烷酮、N-(正丁基)-2-吡咯烷酮、N-叔丁基-2-吡咯烷酮、N-(3-羟丙基)-2-吡咯烷酮、N-(2-甲氧基乙基)-2-吡咯烷酮和 N-(3-甲氧基丙基)-2-吡咯烷酮；和（7）其它如烯丙胺、N-乙基乙醇胺、乙二胺、二乙胺、N,N-二甲基甲酰胺、N,N,N',N'-四甲基乙二胺、三乙胺、三甲胺、2-甲基哌啶、哌啶、丙二胺、六甲基磷酰三胺、单乙醇胺、乙腈和二甲基亚砷。优选的溶剂是乙腈、甲醇、乙醇、四氢呋喃和丙酮。

虽然对本发明采用经活性炭处理的溴氟菌唑作为有效成分的农药组合物的药剂形式没有特殊的限制，但可以提到的形式例如有粉剂、可湿性粉剂、丸剂、片剂、可分散粒剂、悬浮剂等，且可以通过农药加工技术领域的技术人员已知的普通方法来制备各种制剂。对于除有效成分外的其它意欲加入到本发明的农药组合物中的添加剂也无特殊的限制。

除活性炭处理的溴氟菌唑外的其它有效成分也可以加入到本发明

的农药组合物中。

5 本发明通过下列实施例和试验实施例作具体的描述。但本发明不限于这些实施例。顺带提一句，在下列实施例和对比实施例中“份”是指“重量份”。

#### 实施例 1—用活性炭处理的溴氟菌唑

10 在室温下将 10g 溴氟菌唑溶于 160 ml 乙腈后，加入 3g 活性炭粉。搅拌 60 分钟后，经 1  $\mu$  m 滤纸过滤。通过蒸发仪将乙腈从滤液中去除后，在减压下干燥，得溴氟菌唑。

#### 实施例 2—用活性炭处理的溴氟菌唑

15 在室温下将 10g 溴氟菌唑溶于 160 ml 乙腈后，加入 0.5g 活性炭粉。搅拌 60 分钟后，经 1  $\mu$  m 滤纸过滤。通过蒸发仪将乙腈从滤液中去除后，在减压下干燥，得溴氟菌唑。

#### 实施例 3—丸剂 1

20 将实施例 1 中获得的溴氟菌唑用气流粉碎机（A-O Jet Mill，由 Seishin Kigyo K.K.制造）粉碎。将此粉碎的材料 2.0 份、木素磺酸钠 5.0 份、烷基苯磺酸 0.5 份、聚丙烯酸钠 1.0 份、三聚磷酸钠 2.0 份、膨润土 40 份、碳酸钙 49.5 份和水 16 份在全能混合机（由 Dalton K.K 制造）中混合/掺合，并用装备有 0.8mm 孔筛的挤出型造丸机（BR-200，由 Fuji Powdal K.K.制造）造丸。所造的丸在 50℃干燥，得丸剂 1。

#### 实施例 4—丸剂 2

25 将实施例 2 中获得的溴氟菌唑进行与实施例 3 相似的工艺操作，得丸剂 2。

#### 对比实施例 1—对比丸剂

30 在室温下将 10g 溴氟菌唑溶于 160ml 乙腈后，搅拌 60 分钟，经 1  $\mu$  m 滤纸过滤。通过蒸发仪将乙腈从滤液中去除后，在减压下干燥，得溴氟菌唑。

由此得到的溴氟菌唑进行与实施例 3 相似的工艺操作，得对比丸剂。

#### 试验实施例—丸剂的释放试验

将丸剂 1 和 2 和对比丸剂各 45 毫克加入烧杯中，烧杯里含有 1000ml 保持在 30℃ 水温的硬水（硬度=10°）。静置 7 天后，将部分溶液从烧杯的中部取出，并分析溴氟菌唑的含量，被释放的溴氟菌唑的百分率用下列公式计算：

5

$$\text{释放}\% = A \times 100/B$$

A: 释放入水中的溴氟菌唑的量 (mg)

B: 加入烧杯中的丸剂中的溴氟菌唑的含量 (mg)

结果示于表 1 中。

10

表 1

	第 7 天的释放%
丸剂 1	85
丸剂 2	85
对比丸剂	58

这些数据表明，可以通过使用活性炭处理的溴氟菌唑作为有效成分的农药组合物来增加溴氟菌唑在水中的释放率。