



[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 88108957.5

[51]Int.Cl⁶

A01N 47/36

[45]授权公告日 1996年4月17日

[24]颁证日 96.1.7

[21]申请号 88108957.5

[22]申请日 88.11.25

[30]优先权

[32]87.11.25[33]US[31]125,302

[32]88.10.19[33]US[31]258,555

[73]专利权人 纳慕尔杜邦公司

地址 美国特拉华州

[72]发明人 张兆洪

[74]专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 王其灏

权利要求书 1 页 说明书 18 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 以O-羰甲氧基磺酰脲为除草剂防治栽培作物中杂草的方法

[57]摘要

2-[[[(4-甲氧基-6-甲基-1,3,5-三嗪-2-基)氨基]羰基]氨基]磺酰基]苯甲酸甲酯具有强的除草活性,它特别适用于防除栽培作物的杂草。

权 利 要 求 书

1. 一种防除栽培作物中不需要的杂草的方法，它包括把一种除草有效量的2-[[[(4-甲氧基-6-甲基-1,3,5-三嗪-2-基)氨基]羰基]氨基]磺酰基]苯甲酸甲酯施用到生长有杂草的场所，所述的栽培作物选自咖啡、可可、油棕、橡胶、香蕉和柑桔属。
2. 根据权利要求1的方法，其中栽培作物是油棕或橡胶。

说明书

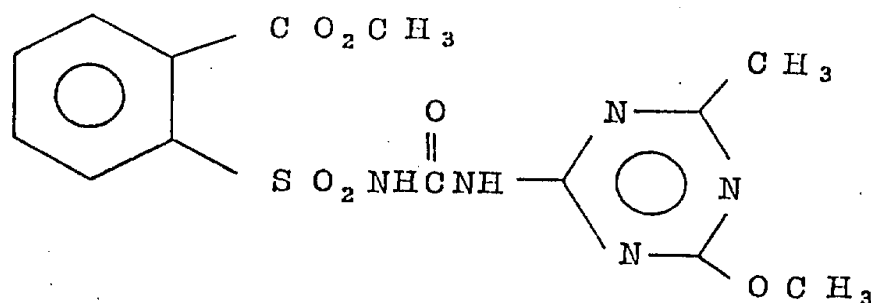
以0-羧甲氧基磺酰脲为除草剂

防治栽培作物中杂草的方法

2—[[[(4—甲氧基—6—甲基—1, 3, 5—三嗪—2—基)氨基]羰基]氨基]磺酰基]苯甲酸甲酯化合物具有很强的除草活性, 对于栽培作物, 具有所要求的杂草防除谱。

美国专利 US—4 3 8 3 1 1 3 中公开了令人感兴趣的化合物, 用于防除栽培作物之外的杂草。

本发明涉及在栽培作物中防除杂草广谱的式 I 化合物及其农业上适用盐的使用。



该化合物是 2—[[[(4—甲氧基—6—甲基—1, 3, 5—三嗪—2—基)氨基]羰基]氨基]磺酰基]苯甲酸甲酯。

采用常规方法, 能够制备式 I 化合物的有用制剂。这些制剂包括粉剂、粒剂、片剂、液剂、悬浮剂、乳剂、可湿性粉剂、乳油等。其中许多可以直接施用。把可喷雾的制剂分散在合适的介质中以每公顷几升至几百升的喷雾量使用。高浓度组合物主要进一步用作制剂时的中间体。一般这些制剂含有约 0.1%—99% 重量的活性组分和至少一种 (a) 约 0.1%—20% 的表面活性剂和 (b) 约 1%—

9 9. 9 % 固体或液体的稀释剂。更为具体地说，这些制剂含有近似下面用量的组分：

	重 量 百 分 比 *		
	<u>活性组分</u>	<u>稀释剂</u>	<u>表面活性剂</u>
可湿性粉剂	2 0 — 9 0	0 — 7 4	1 — 1 0
油 悬 剂	3 — 5 0	4 0 — 9 5	0 — 1 5
乳剂、液剂（包括乳油）			
水 悬 剂	1 0 — 5 0	4 0 — 8 4	1 — 2 0
粉 剂	1 — 2 5	7 0 — 9 9	0 — 5
粒剂和片剂	0 . 1 — 9 5	5 — 9 9 . 9	0 — 1 5
高浓度组合物	9 0 — 9 9	0 — 1 0	0 — 2

* 活性组分加上至少一种表面活性剂或一种稀释剂等于重量百分之一 0 0。

当然，活性组分含量的高或低能够根据予定的用途和化合物的物理性质而定。但有时要求表面活性剂对活性组分的比值高些，这可以通过掺合到制剂中或通过罐混得到。

典型的固体稀释剂在 Watkins 等“杀虫剂粉剂稀释剂和载体手册”（Handbook of Insecticide Dust Diluents and Carriers）2nd. Ed., Dorland Books, Caldwell, New Jersey 中有描述，但是也可以使用其它固体，无论是开采的或者是加工制造的。对于可湿性粉剂选择易吸收的稀释剂，较密的稀释剂适合于粉剂。典型的液体稀释剂和溶剂在 Marsden “溶剂指南”（Solvents Guide）2nd Ed., Interscience, New York . 1950 中有描述。

对于悬浮液浓缩物溶解度选择 0.1% 以下最佳，溶液浓缩物在 0°C 最好，对相分离最稳定。“Mc Cutcheon's 清洁剂和乳化剂年报” (Mc Cutcheon's Detergents and Emulsifiers Annual) Mc Publishing Corp., Ridgewood, New Jersey 以及 Sisely 和 Wood “表面活性剂百科全书” (Encyclopedia of Surface Active Agents) Chemical Publishing Co., Inc., New York 1964 中列举了表面活性剂并推荐了它们的用途。所有的制剂含有少量的添加剂以减少泡沫、结块、腐蚀、微生物生长等。

制备这样组合物的方法众所周知。把组分简单混合可以制得溶液。通过掺合，通常用一种锤磨机或流体研磨磨制得细的固体组合物。通过湿磨（例如参见 Littler 美国专利 US 3060084）制得悬浮剂。把活性物质喷在预成型的粒状载体上或采用团聚技术可以制得粒剂和片剂。参见“团聚” (Agglomeration) 化学工程 (Chemical Engineering) 1967 年 12 月 4 日 PP 147 ff 和“Perry's 化学工程手册” (Perry's Chemical Engineer's Handbook) 5th Ed., McGraw-Hill, New York, 1973, 8—57 页以及下文。

有关制剂工艺的进一步资料可参见，例如：US—3235361 第 6 栏 16 行至第 7 栏 19 行和实施例 10—41；US—3309192 第 5 栏 43 行至第 7 栏 62 行和实施例 8、12、15、39、41、52、53、58、132、138—140、162—164、166、167 和 169—182；US—2891855 第 3 栏 66 行至第 5 栏 17 行和实施例 1—4；Klingman, “杂草的科学防除” (Weed Control as a Science) John

Wiley and Sons, Inc., New York, 1961, 81—96
页；和 Fryer 等“杂草防除手册”(Weed Control
Handbook) 5th Ed., Blackwell, Scientific
Publications, Oxford, 1968, 101—103 页。

在下面的诸实施例中除非另有指明，否则所有份数均按重量计。

按照下面US-4383113公开的方法能够制备式(I)(甲磺隆)的标题化合物：

实施例 1

在室温、常压和搅拌下，把2.4g 2-甲氧基羰基苯磺酰基异氰酸酯加到一种25ml 二氯甲烷中的1.4g 2-氨基-4-甲氧基-6-甲基-1,3,5-三嗪的无水悬浮液中。然后，把该混合物搅拌16小时，过滤。将滤出液蒸发至干，把该残渣与丁基氯一起研制，过滤除去产品。

实施例 2

可湿性粉剂

2—[[[(4—甲氧基—6—甲基—1,3,5—三嗪—2—基)氨基]羰基]氨基]磺酰基]苯甲酸甲酯	50%
烷基萘磺酸钠	2%
低粘度甲基纤维素	2%
硅藻土	46%

把上述组分混合，粗略地锤磨，然后空气磨，制成的颗粒直径基本上都在10微米以下。包装前重新混合该产物。

实施例 3

粒剂

实施例 2 的可湿性粉剂	5 %
硅镁土颗粒	95 %

(U. S. S. 20—40 筛; 0.84—0.42 mm)

在双锥形混料器中将含有 25 % 固体的可湿性粉剂浆液喷在硅镁土颗粒表面上。把颗粒干燥并包装。

实施例 4

压片剂

2—[[[(4—甲氧基—6—甲基—1, 3, 5—三嗪—2—基)氨基]羰基]氨基]磺酰基]苯甲酸甲酯	25 %
无水硫酸钠	10 %
粗制的木素磺酸钙	5 %
烷基萘磺酸钠	1 %
钙/镁膨润土	59 %

把上述组分混合，锤磨，然后用约 12 % 的水润湿。把该混合物挤压成直径为 3 mm 的园柱体，切割成 3 mm 长的丸片。这些压片干燥后可以直接使用，或把干燥的压片粉碎，让其通过 U. S. S. 20 号筛子 (0.84 mm 孔)。留在 U. S. S. 40 号筛子 (0.42 mm 孔) 上的颗粒包装使用，细粒回收。

实施例 5

低浓度粒剂

2—[[[(4—甲氧基—6—甲基—1, 3, 5—三嗪—2—基)氨基]羰基]氨基]磺酰基]苯甲酸甲酯	1 %
--	-----

N, N-二甲基甲酰胺	9%
硅镁土颗粒	90%

把上述活性组分溶于溶剂，并把该溶液在双锥形混料器中喷雾在无粉的颗粒上。喷完溶液后让混料机运行一个短时期，然后把该粒剂包装

实施例 6

水悬浮剂

2-[[[(4-甲氧基-6-甲基-1,3,5-三嗪-2-基)氨基]羰基]氨基]磺酰基]苯甲酸甲酯	40%
聚丙烯酸增稠剂	0.3%
十二烷基苯酚聚乙二醇醚	0.5%
磷酸二钠	1%
磷酸单钠	0.5%
聚乙烯醇	1.0%
水	56.7%

把上述组分混合，在砂磨机中将其一起研磨，得到基本上大小都在5微米以下的颗粒。

实施例 7

油悬剂

2-[[[(4-甲氧基-6-甲基-1,3,5-三嗪-2-基)氨基]羰基]氨基]磺酰基]苯甲酸甲酯	35%
聚乙醇羧酸酯和油溶性石油磺酸盐的混合物	6%
二甲苯	59%

把上述组分混合，在砂磨机中将其一起研磨，生成基本上大小都

在5微米以下的颗粒。该产物可以直接施用，掺入油或用水乳化使用。

实施例8

粒剂

2—[[[[(4—甲氧基—6—甲基—1, 3, 5—三嗪—2—基) 氨基]羰基]氨基]磺酰基]苯甲酸甲酯	80%
湿润剂	1%
粗制的木素磺酸盐 (含5—20%天然糖)	10%
硅镁粘土	9%

把上述组分混合、研磨、并通过100目筛子。然后将该物质加到流化床造粒机中。调节气流逐渐地流化该物质，并将细雾水喷在流化物上。继续流化和喷雾，直到制成预期大小的粒剂。停止喷雾，但继续流化，并加热，直至含水量减少到所要求的程度，一般地低于1%。然后将上述物质排出，筛选，使达到要求大小的范围，一般是14—100目(1410—149微米)然后包装使用。

实施例9

高浓度浓缩物

2—[[[[(4—甲氧基—6—甲基—1, 3, 5—三嗪—2—基) 氨基]羰基]氨基]磺酰基]苯甲酸甲酯	99%
硅气凝胶	0.5%
人造无定形硅	0.5%

把上述组分混合，在一个锤磨机内研磨，生成基本上都能够通过U.S.S. 50号筛子(0.3mm孔)的物质。如果需要可以进一步配制该物。

实施例 10

可湿性粉剂

2—[[[(4—甲氧基—6—甲基—1, 3, 5—三嗪—2—基)氨基]羰基]氨基]磺酰基]苯甲酸甲酯	90%
二辛基琥珀酸钠	0.1%
人造细硅石	9.9%

把上述组分混合，在一个锤磨机内研磨，生成基本上都在100微米以下的颗粒。用U.S.S. 50号筛子筛分该物质，然后包装。

实施例 11

2—[[[(4—甲氧基—6—甲基—1, 3, 5—三嗪—2—基)氨基]羰基]氨基]磺酰基]苯甲酸甲酯	20%
木素磺酸钠	20%
蒙脱土	60%

把上述组分充分混合，用一个锤磨机粗磨，然后用空气磨研磨，生成基本上都在10微米以下的颗粒。重新混合该物质，然后包装。

实施例 12

粉剂

2—[[[(4—甲氧基—6—甲基—1, 3, 5—三嗪—2—基)氨基]羰基]氨基]磺酰基]苯甲酸甲酯	10%
硅镁土	10%
叶蜡石	80%

把活性组分与硅镁土混合，然后通过一个锤磨机，生成基本上都在200微米以下的颗粒。然后把磨过的物质与粉状叶蜡石掺和，直至均一。

本发明的化合物能与稀释剂和/或载体和/或其它农药特殊配制用于栽培作物。下面表中举例说明适于混配的某些除草剂。

商品名称	化学名称
茅草枯	2, 2-二氯丙酸;
敌草隆	3-(3, 4-二氯苯基)-1, 1-二甲脲;
甲肿二钠	甲肿酸二钠;
草铵膦	4-[羟基(甲基)膦酰]-DL-高氨基丙酸及其农业上适用的盐, 特别是铵盐;
草甘膦	N-(膦酰基甲基)甘氨酸和适合于除草的盐, 特别是单(异丙基铵)和三甲基铊盐;
环嗪酮	3-环己基-6-(二甲基氨基)-1-甲基-1, 3, 5-三嗪-2, 4(1H, 3H)二酮;
甲肿钠	单甲肿钠;
离子对草快	1, 1'-二甲基-4, 4'-联吡啶阳离子;
乙氯草定	3, 5, 6-三氯-2-吡啶基氧基乙酸
2, 4-滴	(2, 4-二氯苯氧基)乙酸及其农业上适用的盐, 特别是二甲铵盐;
2, 4-滴B	4-(2, 4-二氯苯氧基)丁酸;
咪草烟	2-(4-异丙基-4-甲基-5-氧代-2-咪唑啉-2-基)烟酸与异丙基胺(1:1);

毒草定

4-氨基-3, 5, 6-三氯吡啶甲酸

本发明方法中使用的化合物是一种对阔叶和杂草防除有效的除草剂，它对于栽培作物，诸如咖啡、可可、油棕、橡胶、香蕉、柑桔和某些针叶树等有效。

采用条施技术、施用化合物 I 直接喷雾或撒施进行芽前和芽后处理。一般以 0.5—500 g/ha 用量施用本发明的化合物，优选的用量是 1—250 g/ha。对于一种给定的情况，本领域的技术人员能够选择最佳的用量。

本发明的化合物可与其它农药混合使用。在栽培作物中使用阔叶除草剂混合特别有效。这些除草剂包括：三嗪、三唑、尿嘧啶、尿素、酰胺、氨基甲酸酯、联吡啶鎓、苯氧类、磺酰脲和咪唑啉酮类。

用于栽培作物的优选的混合物包括草甘膦及其农业上适用的盐。

如下面描述的，在田间试验中显示了标题化合物的除草活性。

试验 A

在田间，用油棕周围的芽后喷雾进行这个试验。杂草种类 Calopogonium caerulium (A)、甘草(Mikania micrantha)(B)和两耳草(Paspalum conjugatum)(C) 生长高度为 10—20 cm，相当于成熟植物。用溶解在含有一种表面活性剂的非植物毒性溶剂中的化合物 I 或其与化合物 II 和 III 的混合物溶液喷雾。处理后 0—125 天，目测评价杂草防除程度。防除等级是平均读数并且用一种 0—100 的级别表示。其中 0 = 无效，20 = 最小防除，100 = 完全防除。结果概括在表 A 中。

化合物 II — 1, 1' — 二甲基 — 4, 4' — 联吡啶阳离子

化合物 III — 单(异丙基铵) N — (磷酰基甲基)甘氨酸

表 A
油棕杂草防除

处理 化合物 (g/ha)	防除等级平均数		
	A	B	C
I (10) + II (990)	99	48	41
I (10)	75	1.4	0
I (II) + III (615)	91	40	61
I (20) + II (990)	100	60	36
I (20)	90	1.2	0
I (20) + III (615)	97	41	95

试验 B

在田间橡胶芽后带状喷雾进行这个试验。杂草种类宽叶丰花草属 (*Borreria latifolia*)、*Clidemia hirta*、芒萁骨属 (*Dicranopteris linearis*)、飞机草 (*Eupatorium odoratum*)、猩猩草 (*Euphorbia heterophylla*)、白茅 (*Imperata cylindrica*)、马缨丹 (*Lantana camara*)、野牡丹属 (*Melastoma malabathricum*)、肾鳞蕨属 (*Nephrolepis biserrata*) 和花梗狼尾草 (*Pennisetum pedicellatum*) 的生长高度为 10~20 cm，相当于成熟的植物。用溶解在含有一种表面活性剂的非植物毒性溶剂中的化合物 I 与化合物 II 和 III 的混合物溶液喷雾。处理后 0—125 天目测评价杂草防除程度。防除的等级是平均读数并且用一种 0—100 的级别表示。其中 0 = 无效、20 = 较小防除、100 = 完全防除。结果概括在表 B—K 中。

化合物 II—1, 1'—二甲基—4, 4'—联吡啶阳离子

化合物 III—原(异丙铵)N—(膦酰基甲基)甘氨酸

表 B

橡胶的杂草防除

<u>处 理</u>	<u>防除等级的平均值</u>
<u>化合物 (g/h a)</u>	<u>宽叶丰花草属</u>
I (15)	80
I (15) + II (550)	97
I (15) + III (1250)	96
I (15) + III + (625)	94
I (15) + III (835)	95
I (20)	84
I (20) + II (550)	98
I (20) + III (1250)	97
I (30)	83
I (30) + II (550)	98
I (30) + III (1250)	99
I (40)	83
I (40) + II (550)	99
I (40) + III (1250)	99
I (90)	83

表 C

橡胶的杂草防除

处 理	防除等级的平均值
化合物 (g / h a)	<i>Clidemia hirta</i>
I (1 0)	7 1
I (1 0) + II (9 9 0)	6 9
I (2 0)	9 0
I (2 0) + II (9 9 0)	7 8
I (4 0)	9 6
I (4 0) + II (9 9 0)	8 7
I (5)	4 0
I (5) + II (9 9 0)	8 5

表 D

橡胶的杂草防除

处 理	防除等级的平均值
化合物 (g / h a)	芒萁骨属
I (1 0) + II (4 4 5)	9 6
I (1 0)	6 5
I (2 0) + II (4 4 5)	9 7
I (2 0)	5 8

表 E

橡胶的杂草防除

处 理 化合物 (g / h a)	防除等级的平均值 飞机草
I (1 0)	2 9
I (1 0) + II (9 9 0)	6 7
I (1 5)	3 4
I (1 5) + III (6 1 5)	5 6
I (2 0)	3 5
I (2 0) + II (9 9 0)	6 9
I (2 0) + III (6 1 5)	6 1
I (2 5)	5 0
I (3 0)	4 8
I (3 0) + III (6 1 5)	7 0
I (3 5)	4 7
I (4 0)	4 8

表 I'

橡胶的杂草的防除

处 理	防除等级的平均值
化合物 (g / h a)	猩猩草
I (1 5)	6 1
I (1 5) + II (5 5 0)	8 8
I (1 5) + III (1 2 5 0)	9 0
I (1 5) + III (6 2 5)	7 7
I (1 5) + III (8 3 5)	8 5
I (2 0)	4 8
I (2 0) + II (5 5 0)	9 1
I (2 0) + III (1 2 5 0)	9 6
I (3 0)	4 6
I (3 0) + II (5 5 0)	9 6
I (3 0) + III (1 2 5 0)	9 7
I (4 0)	4 6
I (4 0) + II (5 5 0)	9 9
I (4 0) + III (1 2 5 0)	9 5
I (9 0)	8 0

表 G
橡胶的杂草防治

处 理 化合物 (g / h a)	防除等级的平均值 白茅
I (1 5)	0
I (1 5) + II (5 5 0)	8 8
I (1 5) + III (1 2 5 0)	9 0
I (2 0)	0
I (2 0) + II (5 5 0)	9 1
I (2 0) + III (1 2 5 0)	9 0
I (3 0)	0
I (3 0) + II (5 5 0)	8 5
I (3 0) + III (1 2 5 0)	8 3
I (4 0)	0
I (4 0) + II (5 5 0)	9 4
I (4 0) + III (1 2 5 0)	4 8

表 H
橡胶的杂草 防除

处 理

化合物 (g / h a)

I (1 0)

I (2 0)

防除等级的平均值

马缨丹

9 3

9 8

表 I
橡胶的杂草防除

处 理

化合物 (g / h a)

I (1 0)

I (1 0) + II (9 9 0)

I (2 0)

I (2 0) + II (9 9 0)

I (4 0)

防除等级的平均值

野牡丹属

9 4

7 3

9 7

8 1

9 8

表 J
橡胶的杂草防除

处 理

化合物 (g / h a)

I (1 0) + II (4 4 5)

I (1 0)

I (2 0) + II (4 4 5)

I (2 0)

防除等级的平均值

肾鳞蕨属

9 2

4 8

9 2

6 2

表 K

橡胶的杂草防除

<u>处 理</u> <u>化合物 (g / h a)</u>	<u>防除等级的平均值</u> <u>花梗狼尾草</u>
I (1 5)	6 8
I (1 5) + II (5 5 0)	9 7
I (1 5) + III (1 2 5 0)	1 0 0
I (2 0)	6 6
I (2 0) + II (5 5 0)	9 6
I (2 0) + III (1 2 5 0)	1 0 0
I (3 0)	6 2
I (3 0) + II (5 5 0)	8 2
I (3 0) + III (1 2 5 0)	1 0 0
I (4 0)	5 6
I (4 0) + II (5 5 0)	9 9
I (4 0) + III (1 2 5 0)	1 0 0