



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101808513 A

(43) 申请公布日 2010.08.18

(21) 申请号 200880109707.9

(51) Int. Cl.

(22) 申请日 2008.10.03

A01N 25/12 (2006.01)

(30) 优先权数据

11/906,894 2007.10.04 US

(85) PCT申请进入国家阶段日

2010.03.31

(86) PCT申请的申请数据

PCT/US2008/078768 2008.10.03

(87) PCT申请的公布数据

W02009/046312 EN 2009.04.09

(71) 申请人 OMS 投资公司

地址 美国加利福尼亚州

(72) 发明人 H·E·汤普森 R·D·贝克尔

(74) 专利代理机构 永新专利商标代理有限公司

72002

代理人 苗征 于辉

权利要求书 2 页 说明书 9 页

(54) 发明名称

制备其上涂布的农业活性成分的分布改进的
颗粒状杂草控制产品的方法

(57) 摘要

本申请公开了用于改进颗粒表面上的农业活性成分分布的方法,其包括制备具有至少一种农业活性组分的可喷洒液体溶液,和通过将雾化形式的所述液体溶液喷洒在颗粒的表面上而将所述可喷洒液体溶液涂布于颗粒上,以在颗粒的表面上形成涂层,使所述颗粒用于经处理的杂草时,颗粒上基本所有的农业活性成分被处理的杂草的叶上存在的天然存在的水分溶解,并被经处理的杂草的细胞吸收。

1. 制备颗粒状杂草控制产品的方法,所述杂草控制产品在颗粒表面上具有改进的农业活性成分分布,所述方法包括:

a. 制备含有至少一种农业活性成分的可喷洒液体溶液,和

b. 按照足以在颗粒表面上形成涂层的沉积速率将所述液体溶液的雾化的液滴喷洒在颗粒表面上,所述涂层的厚度能使所述颗粒用于杂草时,颗粒上基本所有的农业活性成分被经颗粒处理的杂草的叶上存在的天然存在的水分溶解,并被经处理的杂草的细胞吸收。

2. 权利要求 1 的方法,其中所述涂层的厚度在约 5.00 μm 到约 15.00 μm 的范围内。

3. 权利要求 1 的方法,其中所述液体溶液的雾化的液滴通过至少一种选自实心圆锥喷嘴和空心圆锥喷嘴的喷嘴喷洒,沉积速率为每秒约 3.7 到约 5.0 克的范围内的喷洒溶液施用于颗粒上,颗粒穿过喷洒区的移动速率为每秒约 30 到 40 克的颗粒。

4. 权利要求 3 的方法,其中所述溶液喷洒速率和颗粒移动速率的比值在约 6 : 1 到约 8 : 1 的范围内。

5. 权利要求 1 的方法,其中所述液体溶液的雾化的液滴通过至少一个空气辅助的喷嘴喷洒,以提供沉积速率为约 200 到 260 克的液压雾化的液滴。

6. 权利要求 1 的方法,其中所述颗粒选自肥料颗粒和农业上可接受的惰性颗粒状基质及它们的混合物。

7. 权利要求 6 的方法,其中所述农业上可接受的惰性颗粒状基质选自有机和无机材料及它们的混合物。

8. 权利要求 7 的方法,其中所述有机材料选自:团聚的纤维素载体颗粒、木纤维芯颗粒、压缩的椰子壳纤维颗粒、玉米芯;花生壳;经处理的纸浆;锯屑及它们的混合物。

9. 权利要求 7 的方法,其中所述无机材料选自:石灰石、硅藻土、石膏、沙子、蛭石、珍珠岩、漂白土、粘土及它们的混合物。

10. 权利要求 1 的方法,其中所述可喷洒液体溶液中含有的至少一种农业活性成分是内吸性除草剂。

11. 权利要求 10 的方法,其中所述内吸性除草剂是 2,4-二氯-苯氧基乙酸。

12. 权利要求 10 的方法,其中所述内吸性除草剂是 2-(2-甲基-4-氯基苯氧基)丙酸。

13. 权利要求 1 的方法,其中所述可喷洒液体溶液包含溶剂中的至少一种农业活性成分。

14. 权利要求 13 的方法,其中所述农业活性成分包含溶剂中的内吸性除草组合物。

15. 权利要求 14 的方法,其中所述内吸性除草组合物包含 2,4-二氯-苯氧基乙酸。

16. 权利要求 14 的方法,其中所述内吸性除草组合物包含 2-(2-甲基-4-氯基苯氧基)丙酸。

17. 权利要求 13 的方法,其中所述溶剂选自乙二醇、脂肪烃混合物、甲酯及它们的混合物。

18. 权利要求 1 的方法,其中所述可喷洒液体溶液包含至少一种农业活性成分的熔体溶液。

19. 权利要求 18 的方法,其中所述颗粒选自肥料颗粒和农业上可接受的惰性颗粒状基质及它们的混合物。

20. 权利要求 19 的方法,其中所述农业上可接受的惰性颗粒状基质选自:团聚的纤

纤维素载体颗粒、木纤维芯颗粒、压缩的椰子壳纤维颗粒、玉米芯 ;花生壳 ;经处理的纸浆 ;锯屑、石灰石、硅藻土、石膏、沙子、蛭石、珍珠岩、漂白土、粘土及它们的混合物。

21. 权利要求 1 的方法,其中所述喷洒溶液通过至少一个雾化喷嘴涂布于颗粒表面上。

22. 权利要求 1 的方法,其中所生产的产品用于处理阔叶杂草。

23. 分配方法,其用于将含有至少一种农业活性成分的液体溶液分配于颗粒状基质上以在基质上形成在农业上有效的最小涂层厚度,所述方法包括通过至少一个雾化喷嘴将液体溶液喷洒在颗粒状基质上以在颗粒状基质上形成涂层,涂层厚度足以在用于杂草时,使颗粒状基质上基本所有的农业活性成分被天然存在的水分所溶解。

24. 权利要求 23 的方法,其中所述基质上的涂层的厚度在约 5.00 μm 到约 15.00 μm 的范围内。

25. 权利要求 23 的方法,其中所述雾化喷嘴包含空气辅助的喷嘴,该空气辅助的喷嘴以约 200 到 260 克的沉积速率提供液体溶液的液压雾化的液滴。

26. 权利要求 23 的方法,其中所述雾化喷嘴选自具有多个孔的实心圆锥和空心圆锥喷嘴,所述多个孔通常设置为当从喷嘴分配液体溶液时所述多个孔提供所需的图案,所述液体溶液的沉积速率为每秒约 3.7 至约 5.0 克的范围内的喷洒溶液涂布于颗粒上,颗粒以每秒约 30 到 40 克的移动速率穿过喷洒区。

27. 权利要求 24 的方法,其中所述喷嘴是实心圆锥式喷嘴。

28. 权利要求 24 的方法,其中所述喷嘴是空心圆锥式喷嘴。

29. 权利要求 24 的方法,其中所述喷嘴是空气辅助式喷嘴。

制备其上涂布的农业活性成分的分布改进的颗粒状杂草控制产品的方法

技术领域

[0001] 本发明总的来说涉及制备颗粒状杂草控制产品的方法,更具体地,涉及用于改进这样的颗粒状产品上的农业活性成分分布的方法。

背景技术

[0002] 在消费草坪工业中已知颗粒状杂草控制产品,其利用内吸性除草剂(比如 2,4-D 和 MCPP-p)对阔叶,萌后杂草(post-emergent weeds)(比如蒲公英)进行叶面施药(foliar application),以杀死杂草。这些产品的制备中使用的活性成分通常以固体粉末或液体溶液的形式施用于惰性载体或肥料颗粒。施用于颗粒材料的活性成分(AI)的水平通常基于整个产品制剂的特定的总重量百分比。然后一般通过使用撒布机(比如撒播机)将得到的颗粒状材料施用于处理的杂草,以将所述颗粒扩散在杂草的表面上,使得单个颗粒(granules)或微粒(particles)附着于湿叶,以溶解活性成分(AI),从而使它进入杂草细胞并杀死植株。

[0003] 当分析典型的杂草控制产品的均匀样品的活性成分(AI)含量时,可获得的总量百分比是关注的关键参数。然而,通常不评价或特定地控制颗粒表面上的活性成分(AI)的分布。

[0004] 由于缺少分布控制,一些颗粒的活性成分(AI)涂层的厚度和/或浓度大于可被有效水分所溶解的水平,所述有效水分在大多数情况下包括晨露(morning dew)。文献认为在春季期间适度的晨露可沉积平均 $30\text{mg}/\text{cm}^2$ 水,厚度约为 0.3mm。当确定如何将 AI 施用于肥料和惰性载体表面时,通常不考虑该因素。

[0005] 然而,由于杂草基于浓度梯度将有效活性成分(AI)运进它们的细胞结构内,可被溶解的活性成分(AI)的量将被运进杂草内。相反,如果颗粒状或微粒状产品的活性成分(AI)的涂层厚,且可用于溶解或增溶过量活性成分的水分不足,则过量的活性成分将不会被运进杂草内,且就处理植株的目的而言基本将被损失。

[0006] 这样的活性成分损失可导致杂草控制不一致,通常较低,并且活性成分的利用效率低。因此,考虑到控制颗粒状表面上的活性成分分布遇到的问题,许多现有杂草控制制剂的活性成分浓度比必须的浓度大得多,如果有控制控制颗粒状表面上的活性成分的分布的方法。

[0007] 农业制剂可以固体、溶液、乳液、悬浮液、分散体等的形式施用于植株,并在农业中用于将农业活性化学品施用于植株、土壤、昆虫等。典型的农药化学品是灭害剂(pesticides),比如除草剂、杀虫剂、杀菌剂、生长调节剂等。其他典型的农药化学品包括植物营养素和微量营养素。

[0008] 特别地,可将含有固体粉末或液体溶液形式的除草剂的农业制剂施用于颗粒上的颗粒材料和除草剂,所述颗粒施用于杂草叶以控制杂草植株。一般地,使用撒布机(比如撒播机)以液体喷洒施用或者颗粒状固体施用的方式将涂布的颗粒用于湿杂草叶,单个颗粒

理想地附着于湿叶以溶解活性除草成分,使活性成分进入杂草细胞并杀死植株。

[0009] 本领域的相关现有技术的实例是美国专利 5,006,158,该专利公开了其中披露的多种活性除草化合物或盐可配制成相对大粒径的颗粒、可湿性粉末 (wetable powders)、可乳化的浓缩物、粉尘、流动剂 (flowable)、溶液或已知的其他几种制剂类型的任何一种,视所需的施用模式而定。该专利公开含有活性剂的制剂含有至少约 0.5 重量%到至多约 95 重量%或更多的活性成分。该专利公开的活性剂的有效除草量取决于待控制的种子或植株的性质,施用量在约 0.01 到约 10 磅每英亩之间变化,优选为约 0.02 到约 4 磅每英亩。

[0010] 美国专利 5,006,158 中公开的活性剂负载于相对粗大的微粒上的颗粒制剂通常施用于需要抑制植物的区域,而不稀释。美国专利 5,006,158 描述的这样的颗粒制剂的典型载体包括吸收毒剂或可能涂布了毒剂的沙子、漂白土、凹凸棒粘土、膨润土、蒙脱土、蛭石、珍珠岩及其他有机或无机材料。这些颗粒制剂一般制备成含有约 0.1%到约 25%的活性成分,该活性成分可包括表面活性剂(比如重芳香族石脑油、煤油或其他石油馏分),或植物油;和/或粘着剂(比如糊精、胶水或合成树脂)。

[0011] 在美国专利 6,890,889 中,公开了和助剂体系相结合的包含农业活性成分的除草制剂,以优化作物中的阔叶杂草上的萌后活性 (post emergent activity)。该专利公开了优化杂草控制并使作物反应最小的优选的助剂体系是作物油浓缩物 (crop oil concentrate) (COC)。制剂中使用的其他助剂体系可包含液体组合物,比如甲基化的种子油 (MSO)、尿素硝酸铵 (UAN) 和硫酸铵 (AMS)。该专利未公开颗粒制剂。

[0012] 在已公开的美国专利申请 US 2005/0096226 中,公开了可用于控制生长的作物(比如玉米)中的杂草的除草组合物,其包含三酮产品,该三酮产品包括和有机磷酸酯、膦酸酯或亚膦酸酯助剂相结合的包括甲基磺草酮 (mesotrione),可制成多种形式的制剂的预混合浓缩物,所述多种形式的制剂包括具有典型载体的颗粒制剂,该载体比如吸收或可能涂布了活性化合物的沙子、漂白土、凹凸棒粘土、膨润土、蒙托土、蛭石、珍珠岩及其他有机或无机材料。

[0013] 因此,当分析典型的杂草控制产品的活性成分含量时,一般将可从产品获得的活性成分 (AI) 的总重量百分比认为是关键参数。而颗粒表面上的活性成分的分布通常未被评价或具体控制,用于充分提供这样的控制的方法也尚不存在。生产过程中的这种分布控制的缺乏导致了大量活性成分涂层的厚度和/或浓度大于可被有效水分溶解的水平,所述有效水分在大多数情况下是晨露。文献认为,在美国的春天,适度的晨露可沉积平均 $30\text{mg}/\text{cm}^2$ 的水,厚度约为 0.3mm。

[0014] 在叶处理中,植株根据浓度梯度将活性成分运进它们的细胞结构,且仅仅可被溶解的活性成分的量将被运进杂草内。因此,如果颗粒的活性成分的涂层厚,且如果被处理的叶子上用于溶解涂层中存在的有效活性成分的水分不足,则涂层中过量的活性成分将不会被运进植株的细胞结构内用于提高所施用的颗粒产品的除草效果。

[0015] 在这点上,应当注意,除了在杂草的叶面上施用过量的活性成分浓度以保证溶解的活性剂的最大吸收引起的活性成分浪费所造成的经济劣势之外,也必须考虑美国和其他地方对杂草控制可以施用的活性成分的量的政府限制。这样的政府规章可能排除用于杂草叶时活性成分的施用率过度的产品的使用 and / 或销售。

[0016] 因此,在本领域内,提供施用在颗粒上的活性成分的分布相对均匀的颗粒状杂草

控制产品的生产方法一直是个问题。没有这种方法,采用无法提供充分的分布控制能力的方法生产的颗粒状产品已遇到很大的经济和功能问题。这样的分布控制的缺乏可以导致产品的杂草控制不一致且通常降低,活性成分的利用效率低,包括使用明显较大的活性成分浓度以实现所需的杂草控制水平,而这些用量可能超过政府标准。

[0017] 提供在这样的颗粒状产品上的活性成分分布图案的控制改进的颗粒状农产品的生产方法是有利的。

[0018] 另外,提供改进杂草控制颗粒表面上的活性成分(AI)分布,能够降低活性成分涂层厚度的方法是有利的。

[0019] 提供使颗粒状杂草控制产品中的AI过饱和的可能性最小,并使颗粒状产品上的活性成分(AI)进入植株细胞的运输最大,以有效杀死被处理的杂草的方法也是有利的。

发明内容

[0020] 因此,本发明的目的在于提供颗粒表面上的农业活性成分分布改进的颗粒状农产品的生产方法。

[0021] 本发明的另一目的在于提供用于控制农业活性颗粒产品表面上施用的涂层厚度,以促进颗粒上的活性成分进入被处理杂草内的运输的方法。

[0022] 本发明的另一目的在于提供控制了颗粒表面上的活性成分分布的农业活性颗粒的生产方法,该颗粒适用于喷洒施用于杂草叶面上。

[0023] 本发明的另一目的在于提供将雾化的农业活性成分溶液喷洒在颗粒表面上,使得颗粒表面上的农业活性成分分布得到控制,以促进活性成分进入用得到的颗粒状产品处理的植株(比如杂草)的细胞结构的运输的方法。

[0024] 特别地,本发明的目的在于提供用于改进颗粒状基质的表面上施用的农业活性成分分布的方法,在该方法中,通过喷嘴将含有至少一种农业活性成分的液体溶液喷洒在颗粒(比如肥料颗粒、农业上可接受的惰性颗粒等及它们的混合物)上,所述喷嘴雾化喷洒的液体溶液的至少一部分,使雾化的液体溶液的液滴以受控的沉积速率,并最优选按所需的受控分布图案(比如非线性、非矩形图案)沉积在颗粒表面上。

[0025] 本发明的另一个特别的目的在于提供下述方法,该方法用于将含有至少一种农业活性成分的液体溶液分配在颗粒状基质上,以在基质上形成农业上有效的最小涂层厚度,在该方法中,通过喷嘴以特定的沉积速率(优选为每秒约30-40克)将液体溶液喷洒在颗粒状基质上,使得被喷洒的溶液的至少一部分被雾化,并在颗粒状基质上形成涂层,当经涂布的颗粒施用于杂草叶(比如阔叶杂草的叶子)时,所述涂层的厚度足以使颗粒状基质上基本上所有的农业活性成分都被天然存在的水分溶解。

[0026] 在这点上已发现,通过改进颗粒表面上的活性成分分布,并通过降低活性成分涂层的厚度,可以使活性成分过饱和的可能性最小,并使活性成分进入杂草细胞内的运输最大。

[0027] 因此,由于较高水平的活性成分进入被处理的叶子细胞结构,通过使用根据本发明生产的杂草控制产品,投放致死量的活性成分的可能性较大,因而在颗粒上的活性成分总组成浓度给定的情况下,经处理的杂草(比如阔叶杂草)被杀死的百分比比较大。

[0028] 发明详述

[0029] 本发明提供了用于控制例如草坪草 (turfgrass) 中的杂草的颗粒状除草产品, 该产品包含涂布于颗粒状基底材料上的农业活性成分, 其中所述颗粒状基底是固体肥料颗粒、惰性固体载体材料等及它们的混合物。在优选的实施方案中, 固体肥料颗粒是有机或无机含氮混合物。

[0030] 此外, 根据本发明, 制备了含有至少一种农业活性成分的可喷洒液体溶液, 该溶液优选通过特定的喷嘴构造以指定的沉积速率喷涂于颗粒表面 (比如肥料颗粒、惰性颗粒状基底等及它们的混合物) 上, 以提供所需的涂层厚度和颗粒表面的活性成分百分比覆盖率。可喷洒液体溶液可包含活性成分在溶剂中的溶液, 或可构成熔融状态下的活性成分本身。

[0031] 优选地, 所述液体溶液通过喷嘴喷洒, 喷洒方式使得液体的至少一部分被雾化, 并按所需的涂层厚度和所需的沉积速率涂布于颗粒表面上。在这点上, 液体溶液喷洒的雾化水平主要取决于液滴尺寸, 在本发明的优选实施方案中, 优选的平均体积液滴直径 (mean volume droplet diameter) (MVD) 范围应为约 100 到约 200 微米。

[0032] 此处施用于颗粒基底表面上的活性成分涂层的厚度将取决于多种因素。然而, 已发现当将经涂布的颗粒施用于杂草叶时, 为了实现最佳结果而在颗粒上沉积的活性成分的最小有效涂层厚度应为约 5.00 微米 (μm), 且对于最好的杂草控制结果, 最大的活性成分涂层厚度应不超过约 15.00 微米 (μm)。在本发明的优选实施方案中, 涂层的厚度应在约 2 到约 10 微米 (μm) 的范围内来生产颗粒状产品, 根据本发明, 该产品对于降低过饱和的可能性以及使最佳量的活性成分进入处理的植株的叶细胞是有效的。

[0033] 此处采用的术语“沉积速率”指的是活性成分涂布于基底颗粒表面的速率, 当颗粒穿过喷洒区的移动速率为每秒约 30 到约 40 克时, 所述沉积速率优选在约 3.7 到约 5.0 克每秒的范围内。此处采用的术语“喷洒区”指的是来自喷嘴孔的雾化液体和颗粒基底的表面接触的区域。喷洒区的几何形态或形状由喷嘴设计 (即, 实心锥、空心锥、扁平喷洒 (flat spray) 等) 决定。最优选地, 溶液喷洒速率和颗粒移动速率的比值应该在约 6 : 1 到约 8 : 1 的范围内以实现活性成分涂层最有效的沉积速率。颗粒表面的移动速率通过颗粒处理设备的流化率和保留时间控制。颗粒处理设备可以是连续或分批搅拌器、流化床、和 / 或旋转鼓。在这点上, 应该注意, 颗粒上的涂层厚度可通过液体沉积速率恒定的情况下, 颗粒在喷洒区的保留时间和 / 或颗粒穿过喷洒区的移动速率来控制。

[0034] 根据本发明, 液体喷洒溶液的雾化通过喷嘴喷洒活性成分溶液而实现, 所述喷嘴具有小孔以产生液压, 该液压足以将输送至基底的液流分开。根据本发明, 已发现将溶液流分开并在颗粒基底上形成锥形喷洒沉积图案的喷嘴在优选参数的范围内。在这点上, 用于本发明方法的优选的喷嘴设计是多种已知的喷嘴设计, 包括空心锥设计、实心锥设计、空气辅助设计等。然而, 已发现在此使用某些已知喷嘴设计 (比如扁平喷洒喷嘴) 是无效的。

[0035] 特别地, 实心锥设计喷嘴在喷洒区的喷洒基底表面上提供的喷洒图案可以是环形、圆形、正方形或椭圆形, 且喷洒图案完全被液滴充满。这样的喷嘴是液压雾化喷嘴, 其含有将喷洒的溶液分开的内部叶片或导向装置, 并在喷嘴孔之前对液体施加受控的湍流以形成喷洒图案。诸如环形或圆形喷洒图案的喷洒形状使过度喷洒 (over-spray) 最小, 同时产生大的液体喷洒区域, 因此增大涂布效率和均匀性。该喷嘴设计的实例是 Spraying Systems Co. 出售的 UniJet® TG0.4 喷嘴, 该喷嘴产生平均体积液滴直径 (MVD) 为 180 微米

的液滴。

[0036] 空心锥型喷嘴也是液压雾化喷嘴,它提供基本上是液体圆环的空心锥喷洒图案,通常通过在喷嘴孔的上游紧邻地使用内槽叶片或导向装置而形成,或通过在喷嘴中形成的和旋转室(whirlchamber)相切的入口形成。空心锥型喷嘴的内部导向装置设计或旋转的液体特征帮助产生小的液滴尺寸和相对较大的喷洒面积。这类喷嘴设计的实例是由 Spraying Systems Co. 出售的UniJet® TX2 喷嘴,它产生平均体积液滴直径(MVD)为105微米的液滴。

[0037] 可用于喷洒根据本发明的农业活性成分的另一喷嘴设计是空气辅助设计。该设计使用约8-12磅/平方英寸(PSI)的高压空气流,空气流在外部和喷洒液体溶液结合以将溶液流分成细液滴。在液体流速恒定的情况下,压缩空气流的压力越大,液滴尺寸越小。通过增大压缩空气压力,该喷嘴设计能增大溶液投放速率同时保持和空心锥或实心锥相等的小液滴尺寸,从而使通过喷洒区的颗粒移动速率较大,约为每秒200-260克。

[0038] 如此处所述具有上述参数范围内的特征的喷嘴将活性成分液体雾化成比扁平喷洒喷嘴设计小50%的尺寸。扁平喷洒喷嘴也是液压雾化液体设计。然而,已发现在本发明方法中使用扁平喷洒喷嘴设计(比如 Spraying Systems Co. 出售的 VeeJet TP8001 喷嘴)是无效的,已发现该喷嘴不包括内部导向装置辅助分开液体流,在喷洒区的表面上产生的矩形图案相对较小,得到的液滴的平均体积液滴直径(MVD)为约233微米。

[0039] 在这点上,应当说明,在约100磅/平方英寸(PSI)的相似压力条件下,空心锥设计型喷嘴(TX2)得到平均体积液滴直径(MVD)为105微米的液滴,实心锥设计型喷嘴(TG0.4)得到平均体积液滴直径(MVD)为180微米的液滴,相反,扁平喷洒型喷嘴设计得到平均体积液滴直径(MVD)为233微米的液滴,无法接受。

[0040] 因此,已发现,在本发明用于制备颗粒状除草产品的方法中,使用实心锥和/或空心锥和/或空气辅助喷嘴将活性成分喷洒在颗粒状基底表面上,以在这样的颗粒状基底表面上产生所需的活性成分涂层或覆盖区域,并为这样的涂层的涂布提供所需的沉积速率。

[0041] 用于制备在本发明方法中使用的可喷洒液体溶液的优选的农业活性成分是被增溶并在液态用于杂草处理的杀虫剂。此处使用的各种合适的除草剂的实例描述于美国专利 No. 4,213,776 ;5,965,487 ;5,965,490 ;6,022,829 ;6,297,197 ;6,303,814 ;6,417,140 ;6,579,831 ;6,890,889 ;6,924,250 ;6,962,894 和 7,115,545 中。

[0042] 用于本发明方法的最优选的除草剂是2,4-D(2,4-二氯-苯氧基乙酸)和 MCPP-p(2-(2-甲基-4-氯基苯氧基)丙酸)。如上所述,最优选的除草剂的优选形式是酸,这些活性成分可溶于溶剂,比如己二醇、Shell Oil Company 以商品名“ShellSol D-100”出售的脂肪烃混合物或 Exxon Chemicals Company 以商品名“Exxsol D110”出售的脂肪烃混合物和甲酯比如生物柴油等及它们的混合物。优选地,根据本发明,采用约70°F到约195°F范围内的喷洒温度。

[0043] 在本发明的另一实施方案中,用于制备颗粒状除草产品的可喷洒液体溶液在例如200°F到285°F的喷洒温度范围内使用时可包含本身处于熔融态的农业活性成分。

[0044] 在本发明方法中,含有至少一种农业活性成分的液体溶液喷洒在颗粒状基底上,所述颗粒状基底优选包含肥料颗粒并可包含任何类型的肥料芯混合物。在本发明中,可将已知的化学肥料,包括硝酸钾、硫酸钾、尿素、硝酸铵、硫酸氢钾、磷酸铵等,以及从混合这些

肥料获得的肥料用作本发明中的颗粒状基底。此外,可将含有微量营养素或痕量元素的肥料用作所述颗粒。此处使用的合适的 UF 肥料的实例大致描述于例如 6,039,781。此外,此处可以使用的肥料的其他实例描述于美国专利 No. 6,579,831。

[0045] 可用作本发明使用的颗粒状组合物的其他说明性的肥料包括多种肥料颗粒、微粒或球粒 (pellet) (此处总称为肥料颗粒),比如有机和无机含氮化合物,包括尿素、脲甲醛缩合产物、氨基酸、铵盐和硝酸盐、钾盐(优选为盐酸盐、硫酸盐、硝酸盐)和磷酸和/或磷酸盐。此外,应当说明,适合加入本发明混合物的肥料颗粒也可含有微量营养素,比如铁、锰、镁、硼、铜、锌等。

[0046] 本发明方法中使用的肥料的物理形态包括颗粒和挤出的微粒。优选地,肥料颗粒尺寸应该在约 1.0 到约 5.0mm 的直径范围内(最优选为约 1.5 到 3.0mm)。挤出的微粒尺寸优选应该在约 0.6 到约 7.0mm 的直径范围内(最优选为约 1.0 到 3.0mm)。微粒长度优选应该在约 0.6 到约 10.0mm 范围内(最优选为 1.0 到 5.0mm)。

[0047] 优选地,本发明方法中使用的肥料组分的化学成分应该在下列范围内:约 1 到约 40 重量%的元素氮(N)(最优选为约 15 到 36 重量%);约 1 到约 30 重量%的 P_2O_5 形式的磷(最优选为约 1 到 27 重量%);和约 1 到约 20 重量%的 K_2O 形式的钾(最优选为约 3 到 15 重量%)。肥料成分的微量营养素含量优选应该在约 1 到约 20,000ppm(百万分之一)的范围内。

[0048] 在本发明的优选实施方案中,将亚甲脲肥料用作除草控制产品的颗粒状基底,从而当该产品用于控制杂草(例如草坪应用中)时,该产品的肥料部分将可用于处理草坪,同时所选的除草活性成分将控制杂草。

[0049] 可用于本发明方法的农业上可接受的惰性颗粒状基质的实例描述于美国专利 No. 6,579,831。另外,此处使用的合适的惰性固体载体材料包括多种有机和/或无机材料的任何一种,该载体材料可涂有农业活性成分,该农业活性成分已经过适当的研磨/分级/筛分。合适的有机材料包括团聚的纤维素载体颗粒比如 Kadant GranTek, Inc. 出售的 **Biodac®**,它描述于美国专利 5,843,203。其他合适的有机材料包括:如此制造的未经筛选的具有由木纤维芯组成的结构的产品,比如 Cycle Group, Inc. 出售的 EcoGranules™;压缩的椰子壳纤维颗粒状产品,比如描述于美国专利 6,189,260、6,408,568 和 6,711,850 的产品;玉米芯(corncoobs);花生壳;经处理的纸浆;锯屑等,而合适的无机材料包括石灰石、硅藻土、石膏、沙子、蛭石、珍珠岩、漂白土和粘土(比如凹凸棒粘土、膨润土、蒙脱土),和这些基底的混合物。

[0050] 在本发明的优选实施方案中,提供了将液体 AI 溶液施用于颗粒状基底的方法,所述 AI 溶液可含有例如内吸性除草剂比如 2,4-D 和 MCPP-p,所述颗粒状基底为比如亚甲脲肥料、物理肥料掺合物(physical fertilizer blend)或封装肥料或惰性基底或其他基底。优选地,所述液体 AI 溶液通过具有诸如实心锥或空心锥结构设计的液压雾化喷嘴喷洒于颗粒状基底上。已发现这些实心锥或空心锥设计将 AI 溶液液滴雾化小于采用扁平喷洒喷嘴设计可以实现的尺寸约 50% 的尺寸。在可选的实施方案中,可利用空气辅助喷嘴,且沉积速率或通过喷洒区的材料移动速率达到 200-260gm/秒。采用这些施用喷嘴的任何一种得到的 AI 覆盖区域应该具有足够覆盖喷洒区中被涂布的颗粒状基底的整个表面的宽度和长度。

[0051] 已发现采用此处描述的喷嘴设计可使 AI 涂层厚度最小,降低过饱和发生的可能性,并增大 AI 进入处理的叶细胞的水平。优选地,得到的 AI 涂层厚度应该在约 2.0 到约 10.0 微米 (μm) 的范围内。

[0052] 下面给出具体实施例以进一步说明并解释本发明的某些方面。然而,这些实施例仅用于说明,不应视为对本发明的限制。在下列实施例中,除非另作说明,所有的百分比和份数均按重量计。

[0053] 另外,在下列实施例中描述的涂层厚度基于通过特定的喷嘴设计结构喷洒含有液体活性成分的溶液而产生的活性成分覆盖率的百分比。在这点上,发现空心锥喷嘴设计提供经喷洒的颗粒上的活性成分覆盖率的 46.17%,而空气辅助喷嘴设计提供 35.31% 的活性成分覆盖率。基于这些发现,涂层厚度分别按 4.88 μm 和 6.38 μm 计算,该厚度在所需的杂草控制产品的所需的涂层厚度范围内。与之相反,通过扁平喷洒喷嘴喷洒实现的活性成分覆盖率得到 16.84% 的活性成分覆盖率,经计算的涂层厚度为 13.37 μm ,这显著大于将产品用于杂草时为了避免过饱和的可能性所需的活性成分涂层的厚度水平。

[0054] 实施例 1

[0055] 通过在 265° F 的温度下溶解 70 重量%的 2,4-D 和 30 重量%的 MCPP-p 活性成分制备四个单独的可喷洒液体溶液样品。在蒸汽夹套容器中加热该混合物并搅拌 20 到 30 分钟以保证均匀。使用连续的试验工厂颗粒化系统制备 NPK 亚甲脒基肥料基底,营养成分分为 28-2-3。在 85 到 95° F 的温度下,使用熔融亚甲脒树脂的肥料制造过程产生颗粒状化肥料基底。然后将温热的亚甲脒肥料连续注入搅拌器,保留一段时间,使得通过活性成分喷洒区的材料移动速率可以保持在 30 到 40 克每秒,活性成分喷洒区包括连续搅拌器的总面积,在活性成分喷洒区可将活性成分涂布于颗粒表面。为了在和蒸汽夹套容器温度一致的温度下到达喷嘴区域,通过蒸汽夹套管道系统连续泵送熔融的活性成分溶液。泵送系统控制活性成分涂布速率,使得投放量保持在每秒 3.7-5.0 克,并产生 1.22% 的 2,4-D 和 0.61% 的 MCPP-p 的最终产品成分,以制造四个市售 **Turf Builder® Plus 2** (具有降低的 'P' 降低) 颗粒肥料 (The Scotts Miracle Gro Company, Marysville, Ohio, USA 出售) 的样品,以生产四个经涂布的除草产品样品。

[0056] 为了将液体溶液喷洒在颗粒肥料基底上,采用四个不同的 AI 喷嘴设计。第一喷嘴设计是显示矩形喷洒图案的扁平喷洒设计且几乎不提供液体雾化 (即, MVD 为 233 微米)。第二喷嘴设计是实心锥 (MVD 为 180 微米) 设计,第三喷嘴设计是空心锥 (MVD 为 105 微米) 设计。实心锥和空心锥设计的喷洒图案为圆形,且和扁平喷洒设计相比提供明显更大的液体雾化。采用的第四喷嘴设计是空气辅助气动组件 (压力孔),具有两个流体区,一个用于含有活性成分 (AI) 的溶液,另一个用于加热的压缩空气,该喷嘴提供雾化的微细喷洒。在各个实验期间,在目标范围内将液体 AI 沉积速率以及颗粒状基底材料移动速率保持恒定,涂布于颗粒上的喷洒溶液每秒约 3.7 到 5.0 克,通过喷洒区的颗粒移动速率为每秒约 30 到约 40 克。

[0057] 一旦四个杂草控制产品样品的生产完成后,从每个样品取一小样并放入带有能量色散谱 (EDS) 检测器的扫描电子显微镜 (SEM)。一旦将样品放入 SEM 并开始试验,电子束和样品表面碰撞并产生背散射电子,背散射电子帮助形成样品表面的图像。由于碰撞,也产生特定元素的特征能级的 X 射线和样品表面上的各空间排列。

[0058] EDS 检测器测量电子束扫描期间产生的来自特定元素的 X 射线的能量,而不损失元素在样品表面上的空间排列。通过测量电子束和样品碰撞时产生的每个特征 X 射线的能量的总量估算表面上的各种元素的定量重量百分数。由于 2,4-D 和 MCP-p 在它们的化学式中具有元素氯 (Cl),因此用该元素确定每个活性成分混合物在颗粒表面上的空间排列。通过对未经活性成分处理的样品使用该技术,确定亚甲脲肥料颗粒的表面几乎完全被元素氮 (N)、氧 (O)、和碳 (C) 覆盖。基于该发现,通过下列方法估算活性成分的表面覆盖率的百分比:首先测量检测到的氮 (N) 的总定量重量,然后测量氯 (Cl) 的定量重量,不改变它们在样品表面上的空间排列。使用氯重量%和氮重量%的比值估算颗粒上的活性剂 (AI) 覆盖率的百分比。

[0059] 对每个评价的样品重复该过程三次,下表总结了对于每个喷嘴设计,通过此处描述的将液体溶液涂布于颗粒状肥料基底上得到的结果,包括元素氮和氯的重量百分比、元素氯和元素氮的比值、和由元素分布图 (elementalmap) 计算的涂层厚度。

[0060]

	实心锥 喷洒喷嘴	空心锥 喷洒喷嘴	空气辅助 喷洒喷嘴	扁平 喷洒喷嘴 (对照)
重量% N	35.29	30.16	34.09	37.51
重量% Cl	7.93	13.71	11.93	6.29
Cl : N 比值	0.2267	0.4617	0.3531	0.1684
涂层厚度, μm	9.93	4.88	6.38	13.37

[0061] 上表所列出的结果显示通过使用实心锥、空心锥和空气辅助喷嘴设计将液体溶液的雾化液滴喷洒在基底上实现了约 2 到 $10\mu\text{m}$ 的范围内的涂层厚度。试验表明,空气辅助和空心锥设计在颗粒状基底表面提供了最好的整体活性成分分布。

[0062] 与之相反,形成矩形喷洒图案且不将喷洒液滴雾化的扁平喷洒喷嘴 (指定为对照) 得到的涂层为 $13.37\mu\text{m}$,明显大于所需的涂层厚度范围,因而当将产品用于杂草控制时,这些样品会造成活性成分 (AI) 过饱和,造成活性成分 (AI) 浪费。

[0063] 实施例 2

[0064] 在 Marysville Ohio,在清晨使用实验室撒布装置将经涂布的肥料颗粒撒布于带有天然产生的露水的蒲公英和白三叶草上,所述经涂布的肥料颗粒根据实施例 1 的过程按其中的描述使用指定的喷嘴设计将液体溶液喷洒在肥料颗粒上而制备。试验在九月中旬开始,四周后记录实现的杂草控制的百分比,列表如下:

[0065]

通过喷洒施用经涂布的颗粒实现的杂草控制百分比(%对照)							
实心锥喷洒喷嘴		空心锥喷洒喷嘴		空心锥喷洒喷嘴		扁平喷洒喷嘴 (对照)	
蒲公英	白三叶草	蒲公英	白三叶草	蒲公英	白三叶草	蒲公英	白三叶草
78.3	69.4	90.8	74.6	91.7	60.4	66.1	39.5

[0066] 如表格中所列的杂草控制百分比结果所示, 当在 Marysville Ohio 的清晨将经过涂布的颗粒状产品施用于带有天然产生的露水的所述植株上时, 仅得到 66.1% 的蒲公英植株控制和 39.5% 的白三叶草植株控制, 所述经过涂布的颗粒状产品来自于通过扁平喷洒对照喷嘴将加入了活性成分 (AI) 的液体溶液喷洒在 **Turf Builder® Plus 2** (具有降低的 'P') 颗粒肥料表面上, 所述扁平喷洒对照喷嘴得到矩形喷洒图案, 不产生雾化, 而通过使用实心锥和空心锥设计将液体溶液的雾化的液滴喷洒在肥料颗粒上生产的产品则得到 78.3% 到 91.7% 的蒲公英植株控制和 69.4% 到 74.6% 的白三叶草植株控制。

[0067] 本实施例中显示的杂草控制的这种显著改进出乎意料, 可归因于所采用的可喷洒液体溶液和喷嘴的雾化效果的组合, 通过喷嘴将液体溶液涂布于颗粒, 特别地, 当采用实心锥和空心锥喷嘴时, 通常显示圆形喷洒图案。

[0068] 尽管通过优选形式和一定程度的详细内容描述了本发明, 但应理解本公开内容仅以举例的方式完成。在不脱离权利要求限定的本发明的精神和范围的情况下, 可对组合物及其成分以及制备方法和用途的细节作诸多变化是显而易见的。