

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
A01N 47/36 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 01814743.7

[45] 授权公告日 2006年2月8日

[11] 授权公告号 CN 1240283C

[22] 申请日 2001.8.30 [21] 申请号 01814743.7
[30] 优先权
[32] 2000.8.31 [33] DE [31] 10043122.4
[86] 国际申请 PCT/EP2001/010001 2001.8.30
[87] 国际公布 WO2002/017718 德 2002.3.7
[85] 进入国家阶段日期 2003.2.26
[71] 专利权人 巴斯福股份公司
地址 德国路德维希港
[72] 发明人 K-F·耶格 C·扎加尔
审查员 于保华

[74] 专利代理机构 北京市中咨律师事务所
代理人 刘金辉 林柏楠

权利要求书 2 页 说明书 11 页

[54] 发明名称

固体除草配制剂的制备方法

[57] 摘要

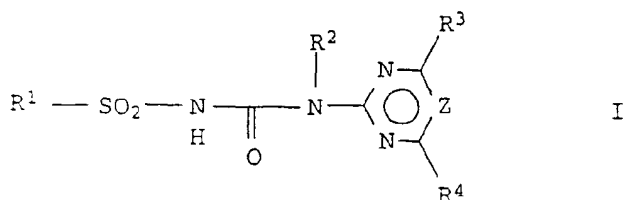
本发明涉及一种含有如下组分的固体除草配制剂的制备方法：a) 来自磺酰脲类或其可农用盐的除草剂，b) 可选的至少一种其它除草剂，c) 可选的安全剂，和 d) 至少一种配制助剂。将磺酰脲 a)、可选的至少一种其它除草剂 b)、可选的安全剂 c) 和至少一种配制助剂 d) 悬浮于水中，形成悬浮液。通过添加酸或碱将悬浮液的 pH 值调节至 6.5 - 8，然后将其干燥，得到所述固体配制剂。

1. 一种包含如下组分的固体除草配制剂的制备方法:

- a) 来自磺酰脲类或其可农用盐的除草剂,
- b) 可选的一种或多种其它除草剂,
- c) 可选的安全剂, 和
- d) 一种或多种配制助剂,

该方法包括将磺酰脲 a)、可选的一种或多种其它除草剂 b)、可选的安全剂 c)和一种或多种配制助剂 d)悬浮于水中, 得到悬浮液, 通过添加酸或碱将悬浮液的 pH 值调节至 6.5-8, 然后将其干燥, 得到固体配制剂。

2. 如权利要求 1 所述的方法, 其中所用的除草剂 a)是式 I 的磺酰脲,



其中各取代基含义如下:

R^1 为 N-(C₁-C₄ 烷基)-N-(C₁-C₄ 烷基磺酰基)氨基或选自苯基、苄基、1H-吡唑-5-基、吡啶-2-基、噻吩-3-基和咪唑并[1,2-a]吡啶-3-基的芳族-或杂芳族环, 该芳族环上可可选地连接 1-3 个选自卤素、C₁-C₄ 烷基、C₁-C₄ 卤代烷基、C₁-C₄ 烷氧基、C₁-C₄ 卤代烷氧基、C₁-C₄ 烷氧基-C₁-C₄ 烷基、羰基、C₁-C₄ 烷氧羰基、3-氧杂环丁烷基氧基羰基、氨基羰基、C₁-C₄ 烷基氨基羰基、二(C₁-C₄ 烷基)氨基羰基、C₁-C₄ 烷基磺酰基、甲酰基氨基、C₁-C₄ 烷基羰基氨基、(C₁-C₄ 烷基羰基氨基)-C₁-C₄ 烷基、C₁-C₄ 烷基磺酰基氨基、(C₁-C₄ 烷基磺酰基氨基)-C₁-C₄ 烷基的取代基;

R^2 是氢或甲基;

R^3 和 R^4 相互独立地为卤素、C₁-C₄ 烷基、C₁-C₄ 卤代烷基、C₁-C₄ 烷氧基、C₁-C₄ 卤代烷氧基、氨基、C₁-C₄ 烷基氨基、二(C₁-C₄ 烷基)氨基;

Z 是 N、CH;

或其可农用盐。

3. 如权利要求 1 或 2 所述的方法, 其中所用的除草剂 a) 是选自三氟甲磺隆、苄嘧磺隆、氯嘧磺隆、氯磺隆、醚磺隆、氯吡嘧磺隆、胺苯磺隆、啉嘧磺隆、唑吡嘧磺隆、甲磺隆、烟嘧磺隆、氟嘧磺隆、吡嘧磺隆、玉嘧磺隆、甲嘧磺隆、噻磺隆、醚苯磺隆、苯黄隆、氟胺磺隆、三氟丙磺隆、乙氧嘧磺隆、四唑嘧磺隆、环氧嘧磺隆、磺酰磺隆、碘磺隆(Iodosulfuron)、甲酰氯磺隆、三氟啉磺隆、酰嘧磺隆、甲基二磺隆(Mesosulfuron)、氟啉嘧磺隆(Flupyr-sulfuron-methyl)、碘甲磺隆(Iodosulfuron-methyl)的磺酰脲和其可农用盐。

4. 如权利要求 3 所述的方法, 其中所用的除草剂 a) 是三氟甲磺隆或其可农用盐之一。

5. 如权利要求 1-4 中任一项所述的方法, 其中所用的除草剂 b) 选自吲哚酮草酯、双氟磺草胺、氟酮磺隆、丙苯磺隆、灭草松、麦草畏、2 甲 4 氯、2 甲 4 氯丙酸盐、环苯草酮、噻草酮和其可农用盐。

6. 如权利要求 1-5 中任一项所述的方法, 其中所用的安全剂 c) 选自解草酸、解草酯、Dicyclonon、吡喃解草唑、解草唑、解草唑酯、吡唑解草酸、吡唑解草酯、双苯恶唑酸、双苯恶唑酯和其可农用盐。

7. 如权利要求 1-6 中任一项所述的方法, 其中所用的配制助剂 d) 为固体载体。

8. 如权利要求 1-7 中任一项所述的方法, 其中所用的配制助剂 d) 为表面活性剂。

9. 如权利要求 1-8 中任一项所述的方法, 其中使用 0.5-85 重量%的磺酰脲 a)、0-75 重量%的除草剂 b)、0-50 重量%的安全剂 c) 和 15-99.5 重量%的一种或多种配制助剂 d)。

10. 如权利要求 1-9 中任一项所述的方法, 其中将所述悬浮液的 pH 值调节至 6.5-7.5。

11. 如权利要求 1-10 中任一项所述的方法, 其中将所述悬浮液的 pH 值调节至 6.8-7.2。

12. 如权利要求 1 所述的固体除草配制剂在控制有害植物中的用途。

固体除草配制剂的制备方法

本发明涉及一种以磺酰脲类为基础的包含可选的其它除草剂、可选的安全剂以及配制助剂的固体除草配制剂的制备方法。

除草活性的磺酰脲类在现有技术中是已知的，例如从 EP-388 873、EP-559 814、EP-291 851 和 DE-40 07 683，以及从会议论文集“Fluorine in Agriculture”，1995 年 1 月 9-11 日，Manchester，第“New Fluoro Intermediates for Herbicidal Sulfonylureas”章中获知。

这类物质也包括式 Ia 的三氟甲磺隆，对本发明的固体配制剂而言，其为尤其优选的磺酰脲。

以磺酰脲为基础的配制剂例如在 EP-A 0859 548 和 EP-A 0955 809 中已经公开。

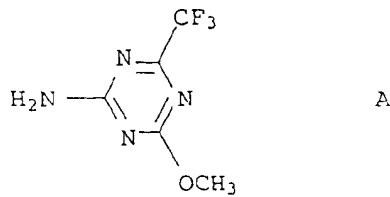
从文献中获知，包含磺酰脲类的配制剂在活性成分的稳定性方面存在问题，这是由于活性成分在不利条件下随着时间的推移可能分解。所需除草作用在这种情况下不再存在。对于登记要求，易于崩解这一点也存在问题，因为登记时有关配制剂中植物保护剂的稳定性要达到一定的最低要求。

JP-A 62/084004 描述了碳酸钙和三磷酸钠用于稳定包含磺酰脲的配制剂的用途。

JP-A 63/023806 描述了通过使用特定的载体和植物油来制备包含磺酰脲的固体配制剂从而解决所述问题的方案。JP-A 08/104603 描述了使用环氧化的天然油时得到的类似效果。上述两个申请都具有这样的特点：在固体配制剂中加入起助剂作用的植物油，这样不仅使稳定性改善，而且还利用这些物质的活性增强效应。

当向液体配制剂(一般为胶悬剂，参见 EP-A 313317 和 EP-A 554015)中加入植物油时，得到了相似的效果。

式 Ia 三氟甲磺隆的易于分解可例如通过如下事实发现：活性成分含量降低或分解产物如式 A 的 2-氨基-4-甲氧基-6-三氟甲基三嗪(AMTT)增加



EP-A 0124 295 公开了某些磺酰脲类的稳定含水配制剂可通过向活性成分的水分散体中加入 pH 值为 6-10 的羧酸或无机酸的可农用盐来获得。EP-A 0124 295 专门描述了含水组合物。

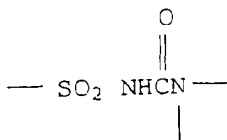
本发明的目的是提供一种含有磺酰脲类作活性成分的固体配制剂的制备方法，该配制剂与现有技术的固体配制剂相比，其贮存期限显著改善。

我们发现这一目的根据本发明通过一种包含以下组分的固体除草配制剂的制备方法来实现：

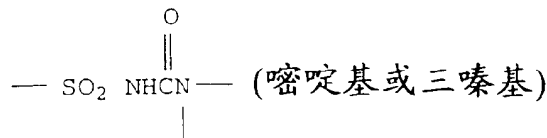
- a) 来自磺酰脲类或其可农用盐的除草剂，
- b) 可选的一种或多种其它除草剂，
- c) 可选的安全剂，和
- d) 一种或多种配制助剂，

该方法包括将磺酰脲 a) 与可选的一种或多种其它除草剂 b)、可选的安全剂 c)、一种或多种配制助剂 d) 悬浮于水中，得到悬浮液，通过添加酸或碱将悬浮液的 pH 值调节至 6.5-8，然后将其干燥，得到固体配制剂。

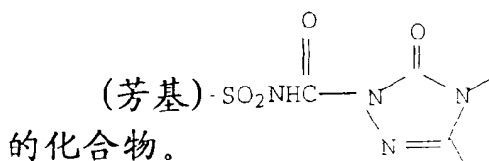
适合的磺酰脲类 a) 一般是含有以下结构单元



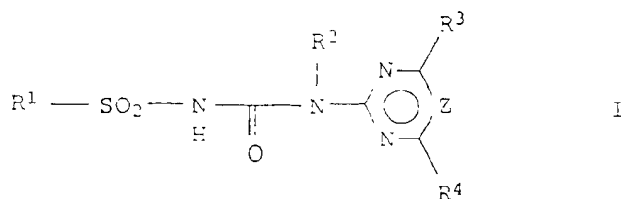
尤其以下结构单元



或以下结构单元



优选使用的磺酰脲类是式 I 的那些，



其中各取代基含义如下：

R^1 为 N-(C₁-C₄ 烷基)-N-(C₁-C₄ 烷基磺酰基)氨基或选自苯基、苜基、1H-吡唑-5-基、吡啶-2-基、噻吩-3-基和咪唑并[1,2-a]吡啶-3-基的芳族-或杂芳族环，该芳族环上可可选地连接 1-3 个选自卤素、C₁-C₄ 烷基、C₁-C₄ 卤代烷基、C₁-C₄ 烷氧基、C₁-C₄ 卤代烷氧基、C₁-C₄ 烷氧基-C₁-C₄ 烷基、羧基、C₁-C₄ 烷氧羰基、3-氧杂环丁烷基氧基羰基、氨基羰基、C₁-C₄ 烷基氨基羰基、二(C₁-C₄ 烷基)氨基羰基、C₁-C₄ 烷基磺酰基、甲酰基氨基、C₁-C₄ 烷基羰基氨基、(C₁-C₄ 烷基羰基氨基)-C₁-C₄ 烷基、C₁-C₄ 烷基磺酰基氨基、(C₁-C₄ 烷基磺酰基氨基)-C₁-C₄ 烷基的取代基；

R^2 是氢或甲基；

R^3 和 R^4 相互独立地为卤素、C₁-C₄ 烷基、C₁-C₄ 卤代烷基、C₁-C₄ 烷氧基、C₁-C₄ 卤代烷氧基、氨基、C₁-C₄ 烷基氨基、二(C₁-C₄ 烷基)氨基；

Z 是 N、CH；

或它们的可农用盐。

尤其优选的式 I 磺酰脲类是

ACC 322140；

酰嘧磺隆；

四唑嘧磺隆(N-[[[(4,6-二甲氧基-2-嘧啶基)氨基]羰基]-1-甲基-4-(2-甲基-2H-四唑-5-基)-1H-吡唑-5-磺酰胺)；

苜嘧磺隆(2-[[[[[(4,6-二甲氧基-2-嘧啶基)氨基]羰基]氨基]磺酰基]甲基]苯甲酸甲酯)；

氯嘧磺隆(2-[[[[[(4-氯-6-甲氧基-2-嘧啶基)氨基]羰基]氨基]磺酰基]苯甲酸乙酯)；

氯磺隆(2-氯-N-[[[(4-甲氧基-6-甲基-1,3,5-三嗪-2-基)氨基]羰基]苯磺酰胺)；

Chlorsulfoxim;

醚磺隆;

环丙嘧磺隆;

胺苯磺隆(Ethametsulfuron-methyl)(2-[[[[4-乙氧基-6-(甲基氨基)-1,3,5-三嗪-2-基]氨基]羰基]氨基]磺酰基]苯甲酸甲酯);

乙氧嘧磺隆;

啶嘧磺隆;

氟啶嘧磺隆(Flupyr-sulfuron)(2-[[[[4,6-二甲氧基-2-嘧啶基]氨基]羰基]氨基]磺酰基]-6-(三氟甲基)-3-吡啶甲酸甲酯);

氟吡嘧磺隆;

唑吡嘧磺隆;

甲磺隆(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);

烟嘧磺隆(2-[[[[4,6-二甲氧基-2-嘧啶基]氨基]羰基]氨基]磺酰基]-N,N-二甲基-3-吡啶甲酰胺);

环氧嘧磺隆;

氟嘧磺隆(2-[[[[4,6-双(二氟甲氧基)-2-嘧啶基]氨基]羰基]氨基]磺酰基]苯甲酸甲酯);

三氟丙磺隆;

吡嘧磺隆(5-[[[[4,6-二甲氧基-2-嘧啶基]氨基]羰基]氨基]磺酰基]-1-甲基-1H-吡唑-4-甲酸乙酯);

玉嘧磺隆(N-[[[4,6-二甲氧基-2-嘧啶基]氨基]羰基]-3-(乙基磺酰基)-2-吡啶磺酰胺];

磺酰磺隆;

甲嘧磺隆(2-[[[[4,6-二甲基-2-嘧啶基]氨基]羰基]氨基]磺酰基]苯甲酸甲酯);

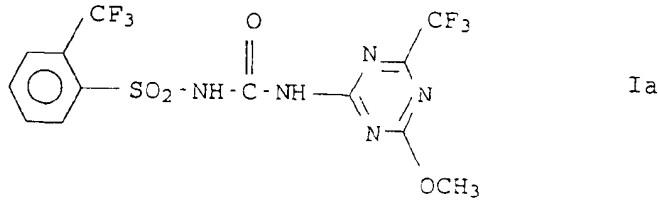
噻磺隆(3-[[[[4-甲氧基-6-甲基-1,3,5-三嗪-2-基]氨基]羰基]氨基]磺酰基]-2-噻吩甲酸甲酯);

醚苯磺隆(2-(2-氯乙氧基)-N-[[[4-甲氧基-6-甲基-1,3,5-三嗪-2-基]氨基]羰基]苯磺酰胺);

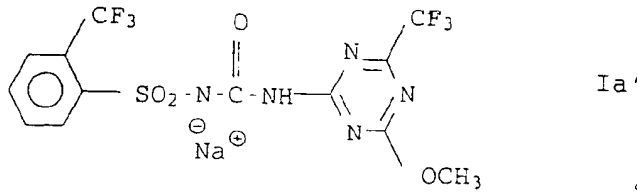
苯磺隆(2-[[[N-(4-甲氧基-6-甲基-1,3,5-三嗪-2-基)-N-甲基氨基]羰基]氨基]磺酰基]苯甲酸甲酯);

氟胺磺隆(2-[[[[4-(二甲基氨基)-6-(2,2,2-三氟乙氧基)-1,3,5-三嗪-2-基]氨基]羰基]氨基]-磺酰基]-3-甲基苯甲酸甲酯)和

式 Ia 的三氟甲磺隆(N-[[[4-甲氧基-6-(三氟甲基)-1,3,5-三嗪-2-基]氨基]羰基]-2-(三氟甲基)苯磺酰胺);



以及式 Ia' 的三氟甲磺隆的钠盐(N-[[[4-甲氧基-6-(三氟甲基)-1,3,5-三嗪-2-基]氨基]羰基]-2-(三氟甲基)苯磺酰胺的单钠盐)



尤其优选三氟甲磺隆及其钠盐。

基于固体配制剂，磺酰脲 a) 或其可农用盐的量为 0.5-85 重量%，优选为 25-75 重量%。

本发明方法可可选地并用一种或多种其它除草剂 b)。适合的除草剂 b) 的实例是吲哚酮草酯、双氟磺草胺、氟酮磺隆、丙苯磺隆、灭草松、麦草畏、2 甲 4 氯、2 甲 4 氯丙酸盐、环苯草酮、噻草酮和其可农用盐。

尤其优选的是吲哚酮草酯、氟酮磺隆、丙苯磺隆和麦草畏。

除草剂 b) 的并用是可选的。如果并用它们，它们或其可农用盐的用量基于固体配制剂为 0.5-75 重量%。

本发明方法也可可选并用安全剂 c)。适合的安全剂 c) 的实例是解草酸 (Cloquintocet)、解草酯、Dicyclonon、呋喃解草唑、解草唑、解草唑酯 (Fenclorazol-ethyl)、吡唑解草酸 (Mefenpyr)、吡唑解草酯、双苯恶唑酸、双苯恶唑酯 (Isoxadifen-ethyl) 和其可农用盐。

尤其优选的是 Dicyclonon、双苯恶唑酸和双苯恶唑酯。

安全剂 c)的并用是可选的。如果并用它们，它们或其可农用盐的用量基于固体配制剂为 0.5-50 重量%。

除上述组分 a)、b)和 c)外，本发明方法还并用配制助剂，其用量为 15-99.5 重量%。

本上下文中适合的表面活性剂是芳族磺酸如木质素磺酸、苯酚磺酸、萘磺酸以及二丁基萘磺酸和脂肪酸的碱金属盐、碱土金属盐或铵盐；烷基多苷，磺化萘和其衍生物与甲醛的缩合物，萘或萘磺酸与苯酚和甲醛的缩合物，苯酚或苯酚磺酸与甲醛的缩合物，苯酚与甲醛和亚硫酸钠的缩合物，聚氧乙烯辛基苯基醚，乙氧基化异辛基-、辛基-或壬基酚，三丁基苯基聚乙二醇醚，烷基芳基聚醚醇，异十三烷醇，脂肪醇/氧化乙烯缩合物，乙氧基化蓖麻油，聚氧乙烯烷基醚，乙氧基化三芳基酚，磷酸化三芳基苯酚乙氧基化物的盐，聚氧丙烯烷基醚，月桂醇聚乙二醇醚乙酸酯，山梨醇酯，亚硫酸化木素废液或甲基纤维素，或它们的混合物。

当并用表面活性剂时，它们的用量基于固体混合物总重量一般为 0.5-50 重量%。

适合的载体例如是矿物土如硅石、硅胶、硅酸盐、滑石、高岭土、Attaclay、石灰石、白垩、黄土、粘土、白云石、硅藻土、硫酸钙、硫酸镁、氧化镁；研磨的合成材料；肥料如硫酸铵、磷酸铵、硝酸铵、硫脲和尿素；植物来源产物如谷粉、树皮粉、木粉和坚果壳粉；纤维素粉末；绿坡缕石；蒙脱土；云母；蛭石；合成硅石和合成硅酸钙；或它们的混合物。

以下成分可用作其它添加剂，其用量本身为传统用量：

基料，例如聚乙烯吡咯烷酮、聚乙烯醇、部分水解的聚乙酸乙烯酯、羧甲基纤维素、淀粉、乙烯吡咯烷酮/乙酸乙烯酯共聚物和聚乙酸乙烯酯或它们的混合物；

防沫剂，例如乳化硅油、长链醇、磷酸酯、炔二醇、脂肪酸或有机氟化合物；以及

配合剂，例如乙二胺四乙酸(EDTA)的盐、三氟基三乙酸(Trinitriolo-triessigsäure)的盐或多磷酸的盐，或它们的混合物。

在本发明方法中，将磺酰脲 a)与可选的一种或多种除草剂 b)、可选的安全剂 c)和一种或多种配制助剂 d)悬浮于水中，得到悬浮液，通过添加酸或碱将悬浮液的 pH 值调节至 6.5-8，然后将其干燥，得到固体配制剂。

悬浮液通过在搅拌容器中搅拌各组分，然后在球磨机中研磨该混合物来制备。

通过添加酸或碱将所得悬浮液的 pH 值调节至 6.5-8。优选将其 pH 值调节至 6.5-7.5，尤其优选为 6.8-7.2。

适合的酸是无机酸和有机酸，例如硫酸、盐酸或对甲苯磺酸。

适合的碱是碱金属氢氧化物、碱土金属氢氧化物、氨和胺。优选使用 NaOH。

固体配制剂可由所得悬浮液通过多种方法制备。

制备上述固体配制剂的优选方法是喷雾干燥和流化床聚集。

尤其合适的是流化床粒化(FBG)。取决于固体配制剂的所需组成，将包含配方中所有组分的悬浮液雾化并在 FBG 装置中聚集。

一般而言，将颗粒在流化床粒化过程中充分干燥。然而，可能有利的是，在粒化步骤之后接着在相同的干燥器中或在单独的干燥器中进行单独干燥步骤。在粒化/干燥之后将产品冷却和筛分。

适合的粒化液体是水。还适合的液体是无机盐的水溶液，非离子型表面活性剂，阴离子型表面活性剂，基料如聚乙烯基吡咯烷酮、聚乙烯醇、羧甲基纤维素、淀粉、乙烯基吡咯烷酮/乙酸乙烯酯共聚物、糖类、糊精或聚乙二醇的溶液。

本发明方法制备的固体配制剂可制备成粉末、颗粒、块状、片剂和类似配制剂变体的形式。除粉末外，尤其优选的还有颗粒。粉末可为水溶性或水分散性粉末形式。颗粒可为喷雾施用的水溶性或水分散性颗粒形式，或对直接施用公知为撒播颗粒形式。颗粒的平均粒度一般为 200 μm 至 2mm。

所得颗粒配制剂为易溶于或易分散于冷水中的无尘、自由流动、不结块产物。

由于它们的性能，产物可容易包装成较大量的形式。它们可装在塑料、

纸或层压材料制成的容器如袋子或口袋中或装在纸板箱或其它散装容器中。为了避免与使用者进一步接触，可将产物装在水溶性薄膜袋如由聚乙烯醇薄膜制成的袋子中，然后将这些薄膜袋子直接放在药液箱中，袋子在药液箱中溶解。可用于这些水溶性薄膜的材料除上述以外还有聚乙烯醇或纤维素衍生物如甲基纤维素、甲基羟丙基纤维素或羧甲基纤维素。由于产品被分装成与目标使用相匹配的量，因此它不再与使用者接触。水溶性袋子优选包装上不透蒸汽的外壳如聚乙烯薄膜、聚乙烯/纸层压材料或铝箔。

本发明方法制备的固体配制剂可稳定贮存。根据权威机构制定的贮存试验，将它们在 54℃ 下贮存 14 天。例如对于三氟甲磺隆，其活性成分含量的降低可通过降解产物 AMTT 的不断增加的含量来测定，而对后者的测量灵敏度较大。

下表列出了各实施例中使用的组分。

表 1

名称	化学名称	供应商
Tamol [®] NH	萘磺酸/甲醛缩合物	BASF AG
Ufoxane [®] 3A	木素磺酸钠	Borregaard
防沫剂 SRE [®]	硅油乳液	Wacker-Chemie
Reax [®] 88 A	木素磺酸钠	Westvaco

方法实施例

实施例 1

将由 1100g 蒸馏水、7.6g 防沫剂 SRE、212.5g Reax 88 A 和 653g 三氟甲磺隆原药组成的混合物混合，并将该混合物在球磨机中研磨。用氢氧化钠水溶液(25%浓度)将所得悬浮液的 pH 值调节至所需的 5.1、6、7、8 和 9。然后，将悬浮液施用于培养皿，并于 70℃ 的干燥温度下在真空干燥箱中进行干燥。借助刮刀将干燥后的涂层从培养皿上刮下来，并将其过 0.5mm 的筛。细颗粒用 0.1mm 的筛分离。将所得产物进行活性成分的稳定性试验。

实施例 2

将由 203.2g 三氟甲磺隆原药、122.3g 氟酮磺隆原药、4g 防沫剂 SRE、55.1g Tamol NH、110.2g Ufoxane 3A 和 650g 蒸馏水组成的混合物混合，

并将混合物在球磨机中研磨。用氢氧化钠水溶液(25%浓度)将所得悬浮液的 pH 调节至所需的 6.5 和 7。然后,将悬浮液施用于培养皿,并于 70°C 的干燥温度下在真空干燥箱中进行干燥。借助刮刀将干燥后的涂层从培养皿上刮下来,并使其过 0.5mm 的筛。细颗粒用 0.1mm 的筛分离。将所得产物进行活性成分的稳定性试验。

实施例 3

将由 101.6g 三氟甲磺隆、528.6g 麦草畏原药、6.4g 防沫乳液 SRE、102.7g Reax 88A 和 637.9g 蒸馏水组成的混合物在搅拌容器中混合。首先加入水和 Reax 88A,然后向容器中加入麦草畏。通过加入氢氧化钠水溶液(25%浓度)使麦草畏反应,得到溶液。然后将剩余组分掺混其中,并将悬浮液在球磨机中研磨。

用氢氧化钠水溶液(25%浓度)将所得悬浮液的 pH 值调节至所需的 6、7、8 和 9。然后,将悬浮液施用于培养皿,并于 70°C 的干燥温度下在真空干燥箱中进行干燥。借助刮刀将干燥后的涂层从培养皿上刮下来,并使其过 0.5mm 的筛。细颗粒用 0.2mm 的筛分离。将所得产物进行活性成分的稳定性试验。

试验方法

配制剂中活性成分含量和 AMTT 含量各自通过定量 HPLC 测定。为了试验贮存稳定性,将实施例 1-3 的所述配制剂的样品于 54°C 下在紧紧密封的玻璃容器中贮存 14 天。然后对样品进行分析,与贮存开始时的比较值(0 值)进行对比。活性成分含量每种情况下表示成基于 0 值的相对量(为百分数)。贮存实验按 CIPAC MT46 法进行。产品的贮存期限通过在高温下的短期贮存来评估。

表 2

实施例1	制剂		贮存	注释
悬浮液的pH值	活性成分	浓度,重量%	14天,54°C,重量%	
5.1	三氟甲磺隆 AMTT	74.2 0.03	99.3(相对) 0.249	
6	三氟甲磺隆 AMTT	72.3 0.03	99.9(相对) 0.250	
7	三氟甲磺隆 AMTT	71.7 0.033	100.8(相对) 0.178	
8	三氟甲磺隆 AMTT	67.5 0.026	100.5(相对) 0.056	悬浮液高 度粘稠
9	三氟甲磺隆 AMTT	72.4 0.035	97.7(相对) 0.234	悬浮液高 度粘稠

表 3

实施例2	制剂		贮存	注释
悬浮液的pH值	活性成分	浓度,重量%	14天,54°C,重量%	
6.5	三氟甲磺隆 AMTT 氟酮磺隆	40.5 0.025 24.1	98.8(相对) 0.164 98.8(相对)	
7.0	三氟甲磺隆 AMTT 氟酮磺隆	41.1 0.019 24.3	100(相对) 0.065 99.5(相对)	

表 4

实施例3	制剂		贮存	注释
悬浮液的pH值	活性成分	浓度,重量%	14天,54°C,重量%	
6	三氟甲磺隆 AMTT 麦草畏	11.9 0.009 60.4	91.3(相对) 0.470 100(相对)	
7	三氟甲磺隆 AMTT 麦草畏	11.9 0.007 58.7	99.7(相对) 0.011 100(相对)	
8	三氟甲磺隆 AMTT 麦草畏	11.3 0.007 58.5	98.8(相对) 0.007 100(相对)	悬浮液 变得高 度粘稠
9	三氟甲磺隆 AMTT 麦草畏	10.4 0.006 58.0	102.6(相对) 0.007 101.9(相对)	悬浮液 变得高 度粘稠

表 2-4 的数据清楚地表明当悬浮液的 pH 值大于 6 时, 本发明方法制备的固体配制剂可稳定贮存。从 pH8 开始, 悬浮体变得高度粘稠, 使进一步加工变得困难。