



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110250176 A

(43)申请公布日 2019.09.20

(21)申请号 201910519921.1

A01N 37/22(2006.01)

(22)申请日 2019.06.17

A01P 13/00(2006.01)

(71)申请人 上海明德立达生物科技有限公司

地址 201405 上海市奉贤区金汇镇航塘公路1500号10幢

(72)发明人 陈坤 罗湘仁 李洪军 殷强

陆建才 刘润峰 高敬雨 潘静

周同磊 张磊 陶代雨 王洋

(74)专利代理机构 北京润平知识产权代理有限公司

11283

代理人 邹飞艳 蒋爱花

(51)Int.Cl.

A01N 25/28(2006.01)

A01N 25/04(2006.01)

A01N 43/70(2006.01)

权利要求书2页 说明书16页

(54)发明名称

一种特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂及其制备方法和应用

(57)摘要

本发明涉及农药领域,具体提供一种特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂及其制备方法和应用,包括:将氨基树脂预聚体水溶液与精异丙甲草胺乳油按重量比为(0.8-5):1混合,得到第一物料;将第一物料与缓冲溶液混合,得到第二物料,所述第二物料的pH值为5-7;c、将所述第二物料与酸性溶液混合,得到第三物料,所述第三物料的pH值为3-4;在温度为40-70℃的条件下将第三物料处理2-7小时,得到第四物料;将第四物料与特丁津悬浮剂和乳化分散剂按重量比为1:(0.1-1):(0.01-2)混合。制备的特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂具有较好的贮存稳定性,能够缓释长效地防治农作物多种杂草,可降低用药次数和用药量,节约成本,减轻对环境的污染。

1. 一种特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂的制备方法,其特征在于,该方法包括如下步骤:

a、将氨基树脂预聚体水溶液与精异丙甲草胺乳油按重量比为(0.8-5):1混合,得到第一物料;

b、将步骤a中得到的所述第一物料与缓冲溶液混合,得到第二物料,所述第二物料的pH值为5-7;

c、将步骤b中得到的所述第二物料与酸性溶液混合,得到第三物料,所述第三物料的pH值为3-4;

d、在温度为40-70℃的条件下将步骤c中得到的所述第三物料处理2-7小时,得到第四物料;

e、将步骤d中得到的所述第四物料与特丁津悬浮剂和乳化分散剂按重量比为1:(0.1-1):(0.01-2)混合,得到特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂。

2. 根据权利要求1所述的方法,其中,步骤a中的所述氨基树脂预聚体水溶液为将含氨基的化合物、甲醛和水进行预聚合得到的,所述含氨基的化合物与甲醛的摩尔比为(0.1-2):1,所述水与甲醛的重量比为(2-7):1,所述含氨基的化合物包括尿素、三聚氰胺和苯代三聚氰胺中的至少一种,所述预聚合的条件包括:pH值为8-10,温度为60-80℃,时间为1-3小时。

3. 根据权利要求1或2所述的方法,其中,步骤a中的所述精异丙甲草胺乳油含有精异丙甲草胺、有机溶剂和乳化剂,所述有机溶剂包括石油醚、乙酸乙酯、油酸甲酯、二甲苯和溶剂油中的至少一种,所述乳化剂包括木质素磺酸钠、十二烷基硫酸钠、十二烷基苯磺酸钠、苯乙烯-马来酸酐共聚物、脂肪醇聚氧乙烯醚、失水山梨醇聚氧乙烯聚氧丙烯醚、失水山梨醇单硬脂酸酯聚氧乙烯醚、月桂醇硫酸钠、聚乙烯醇、聚羧酸盐和萘磺酸盐中的至少一种,所述精异丙甲草胺、有机溶剂和乳化剂的重量比为1:(0.01-5):(0.01-5)。

4. 根据权利要求1-3中任意一项所述的方法,其中,步骤b中的所述缓冲溶液含有缓冲对,所述缓冲对包括柠檬酸-柠檬酸钠、磷酸二氢钾-磷酸氢二钾、柠檬酸-磷酸氢二钠、硫酸铵-氯化铵和乙酸-乙酸钠中的至少一种。

5. 根据权利要求1-4中任意一项所述的方法,其中,步骤c中的所述酸性溶液包括盐酸、硫酸溶液、磷酸溶液和乙酸溶液中的至少一种。

6. 根据权利要求1-5中任意一项所述的方法,其中,步骤a中的所述混合在搅拌的条件下进行,所述搅拌的速度为200-600转/分钟;步骤b中的所述混合在搅拌的条件下进行,所述搅拌的速度为300-900转/分钟;步骤c中的所述混合在搅拌的条件下进行,所述搅拌的速度为200-900转/分钟。

7. 根据权利要求1-6中任意一项所述的方法,其中,该方法还包括,步骤e前,将所述第四物料与分散剂、增稠剂和防冻剂混合后,再与特丁津悬浮剂和所述乳化分散剂混合,得到特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂;所述分散剂包括十二烷基苯磺酸钠、亚甲基双萘磺酸钠、1-甲基萘磺酸钠甲醛缩合物、苜基萘磺酸甲醛缩合物、木质素磺酸钠、脱糖木质素磺酸钠、脱糖缩合木质素磺酸钠、丁二酸酯磺酸钠、拉开粉、壬基酚聚氧乙烯醚和脂肪醇聚氧乙烯醚中的至少一种;所述增稠剂包括硅酸铝镁、黄原胶、聚乙二醇、聚乙烯醇、羧甲基纤维素、膨润土和白炭黑中的至少一种;所述防冻剂包括乙二醇、1,2-丙二醇、丙三醇和尿

素中的至少一种;所述第四物料与分散剂、增稠剂和防冻剂的重量比为1:(0.01-0.2):(0.001-0.02):(0.02-0.15);和/或,

将所述第四物料的pH值调节至中性的步骤;和/或

步骤e中的所述特丁津悬浮剂中,特丁津微粒的平均粒径为1-5微米。

8. 根据权利要求1-7中任意一项所述的方法,其中,步骤e中的所述乳化分散剂包括十二烷基苯磺酸钠、亚甲基双萘磺酸钠、1-甲基萘磺酸钠甲醛缩合物、苜基萘磺酸甲醛缩合物、木质素磺酸钠、脱糖木质素磺酸钠、脱糖缩合木质素磺酸钠、丁二酸酯磺酸钠、拉开粉、壬基酚聚氧乙烯醚和脂肪醇聚氧乙烯醚中的至少一种。

9. 权利要求1-8中任意一项所述的方法制备的特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂。

10. 权利9所述的特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂在用于防除玉米和高粱田间的杂草的应用。

一种特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂及其制备方法 和应用

技术领域

[0001] 本发明涉及农药领域,具体地,涉及一种特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂及其制备方法和应用。

背景技术

[0002] 精异丙甲草胺是先正达公司开发的乙酰胺类选择性除草剂,是在异丙甲草胺的基础上,利用先进工艺成功去除非活性R-体,而得到的精制的活性S-体。精异丙甲草胺除具有异丙甲草胺的优点外,在安全性和防治效果上比异丙甲草胺更胜一筹,同时,根据毒理学研究结果,其毒性要比异丙甲草胺低,甚至只有后者毒性的十分之一。精异丙甲草胺适用作物谱广,且是世界重要粮食作物玉米、高粱的主要除草剂。目前市场上精异丙甲草胺以乳油为主,大量有机溶剂的使用及释放,不仅有害于生态环境及使用者,而且很容易发生药害,影响作物的健康生长及产量的保证。并且精异丙甲草胺单剂也有一定的局限性,其与特丁津复配不仅可有效提高实际防治效果,减少用药量,降低成本,延缓抗药性的产生,而且还可以延长农药品种的使用寿命,减少对环境的污染。

[0003] 微囊悬浮剂利用天然或者合成的高分子材料形成核-壳结构微小容器,可以将农药包覆其中并悬浮与水中,是一种持效期长、有机溶剂量少、对作业者危害小的新型农药剂型。

[0004] 因此,迫切需要开发一种精异丙甲草胺和特丁津的新型复配剂型,以得到储存稳定且能够有效防治农作物多种杂草的含有精异丙甲草胺和特丁津的除草剂。

发明内容

[0005] 本发明的目的是提供一种易储存且药效高的特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂的制备方法,及由该方法制备的特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂。

[0006] 为了实现上述目的,本发明第一方面:提供一种特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂的制备方法,该方法包括如下步骤:a、将氨基树脂预聚体水溶液与精异丙甲草胺乳油按重量比为(0.8-5):1混合,得到第一物料;b、将步骤a中得到的所述第一物料与缓冲溶液混合,得到第二物料,所述第二物料的pH值为5-7;c、将步骤b中得到的所述第二物料与酸性溶液混合,得到第三物料,所述第三物料的pH值为3-4;d、在温度为40-70℃的条件下将步骤c中得到的所述第三物料处理2-7小时,得到第四物料;e、将步骤d中得到的所述第四物料与特丁津悬浮剂和乳化分散剂按重量比为1:(0.1-1):(0.01-2)混合,得到特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂。

[0007] 优选地,步骤a中的所述氨基树脂预聚体水溶液为将含氨基的化合物和甲醛进行预聚合得到的,所述含氨基的化合物与甲醛的摩尔比为(0.1-2):1,所述水与甲醛的重量比为(2-7):1,所述含氨基的化合物包括尿素、三聚氰胺和苯代三聚氰胺中的至少一种,所述预聚合的条件包括:pH值为8-10,温度为60-80℃,时间为1-3小时。

[0008] 优选地,步骤a中的所述精异丙甲草胺乳油含有精异丙甲草胺、有机溶剂和乳化剂,所述有机溶剂包括石油醚、乙酸乙酯、油酸甲酯、二甲苯和溶剂油中的至少一种,所述乳化剂包括木质素磺酸钠、十二烷基硫酸钠、十二烷基苯磺酸钠、苯乙烯-马来酸酐共聚物、脂肪醇聚氧乙烯醚、失水山梨醇聚氧乙烯聚氧丙烯醚、失水山梨醇单硬脂酸酯聚氧乙烯醚、月桂醇硫酸钠、聚乙烯醇、聚羧酸盐和萘磺酸盐中的至少一种,所述精异丙甲草胺、有机溶剂和乳化剂的重量比为1:(0.01-5):(0.01-5)。

[0009] 优选地,步骤b中的所述缓冲溶液含有缓冲对,所述缓冲对包括柠檬酸-柠檬酸钠、柠檬酸-磷酸氢二钠、柠檬酸-磷酸氢二钠、硫酸铵-氯化铵和乙酸-乙酸钠中的至少一种。

[0010] 优选地,步骤c中的所述酸性溶液包括盐酸、硫酸溶液、磷酸溶液、乙酸溶液中的至少一种。

[0011] 优选地,步骤a中的所述混合在搅拌的条件下进行,所述搅拌的速度为200-600转/分钟;步骤b中的所述混合在搅拌的条件下进行,所述搅拌的速度为300-900转/分钟;步骤c中的所述混合在搅拌的条件下进行,所述搅拌的速度为200-900转/分钟。

[0012] 优选地,步骤a中的所述混合的条件包括:搅拌速度为200-600r/min,搅拌时间为30-60min;步骤b包括,在室温下,在0.5-1.5h内将所述缓冲溶液匀速加入所述第一物料中,并以300-900r/min的转速搅拌混合均匀;步骤c包括,在室温下,在0.5-1.5h内将所述酸性溶液匀速加入所述第二物料中,并以200-900r/min的转速搅拌混合均匀。

[0013] 优选地,该方法还包括,步骤e前,将所述第四物料与分散剂、增稠剂和防冻剂混合后,再与特丁津悬浮剂和所述乳化分散剂混合,得到特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂;所述分散剂包括十二烷基苯磺酸钠、亚甲基双萘磺酸钠、1-甲基萘磺酸钠甲醛缩合物、苜基萘磺酸甲醛缩合物、木质素磺酸钠、脱糖木质素磺酸钠、脱糖缩合木质素磺酸钠、丁二酸酯磺酸钠、拉开粉、壬基酚聚氧乙烯醚和脂肪醇聚氧乙烯醚中的至少一种;所述增稠剂包括硅酸铝镁、黄原胶、聚乙二醇、聚乙烯醇、羧甲基纤维素、膨润土和白炭黑中的至少一种;所述防冻剂包括乙二醇、1,2-丙二醇、丙三醇和尿素中的至少一种;所述第四物料与分散剂、增稠剂和防冻剂的重量比为1:(0.01-0.2):(0.001-0.02):(0.02-0.15)。

[0014] 优选地,步骤e中的所述特丁津悬浮剂中,特丁津微粒的平均粒径为1-5微米。

[0015] 优选地,步骤e中的所述乳化分散剂包括十二烷基苯磺酸钠、亚甲基双萘磺酸钠、1-甲基萘磺酸钠甲醛缩合物、苜基萘磺酸甲醛缩合物、木质素磺酸钠、脱糖木质素磺酸钠、脱糖缩合木质素磺酸钠、丁二酸酯磺酸钠、拉开粉、壬基酚聚氧乙烯醚和脂肪醇聚氧乙烯醚中的至少一种。

[0016] 本发明第二方面:提供本发明第一方面的方法制备的特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂。

[0017] 本发明第三发明,提供了本发明所述的特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂在用于防除玉米和高粱田间的杂草的应用。

[0018] 通过上述技术方案,采用本发明的方法制备的特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂具有较好的贮存稳定性,能够缓释长效地防治农作物多种杂草,降低用药次数和用药量,节约成本,减轻了对环境的污染。

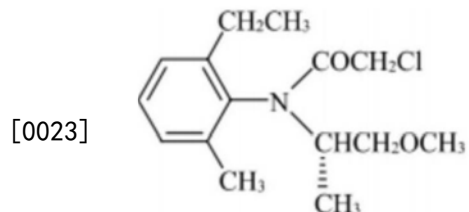
[0019] 本发明的其他特征和优点将在随后的具体实施方式部分予以详细说明。

具体实施方式

[0020] 以下对本发明的具体实施方式进行详细说明。应当理解的是,此处所描述的具体实施方式仅用于说明和解释本发明,并不用于限制本发明。

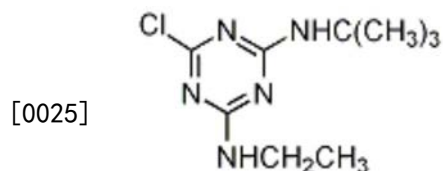
[0021] 本发明第一方面:提供一种特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂的制备方法,该方法包括如下步骤:a、将氨基树脂预聚体水溶液与精异丙甲草胺乳油按重量比为(0.8-5):1混合,得到第一物料;b、将步骤a中得到的所述第一物料与缓冲溶液混合,得到第二物料,所述第二物料的pH值为5-7;c、将步骤b中得到的所述第二物料与酸性溶液混合,得到第三物料,所述第三物料的pH值为3-4;d、在温度为40-70℃的条件下将步骤c中得到的所述第三物料处理2-7小时,得到第四物料;e、将步骤d中得到的所述第四物料与特丁津悬浮剂和乳化分散剂按重量比为1:(0.1-1):(0.01-2)混合,得到特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂。

[0022] 本发明中,精异丙甲草胺为乙酰胺类除草剂,具有氯乙酰胺结构,为细胞分裂抑制剂,通过抑制长链脂肪酸的合成从而影响细胞生长。中文通用名称:精异丙甲草胺,英文通用名称:s-metolachlor,化学名称:(aRS,1S)-2-氯-6'-乙基-N-(2-甲氧基-1-甲基乙基)乙酰邻甲苯胺,分子式 $C_{15}H_{22}ClNO_2$,相对分子量:283.8,CAS NO.178961-20-1,其结构式如式



式(1)

[0024] 本发明中,特丁津,化学名称为N2-特-丁基-6-氯-N4-乙基-1,3,5-三嗪-2,4-二胺,英文名称为terbuthylazine,分子式为 $C_9H_{16}ClN_5$,相对分子量为229,CAS号为5915-41-3,结构式如式(2)所示。



式(2)

[0026] 根据本发明的第一方面,步骤a中的所述氨基树脂预聚体水溶液的制备方法可以为本领域技术人员熟知的制备方法,本发明对其没有特别的限制。优选情况下,所述氨基树脂预聚体水溶液可以为将含氨基的化合物、甲醛和水进行预聚合得到的,所述含氨基的化合物与甲醛的摩尔比可以为(0.1-2):1,所述水与甲醛的质量比可以为(2-7):1。所述含氨基的化合物可以包括尿素、三聚氰胺和苯代三聚氰胺中的至少一种,所述预聚合的条件可以包括:pH值为8-10,温度为60-80℃,时间为1-3小时。

[0027] 根据本发明的第一方面,步骤a中的所述精异丙甲草胺乳油的制备方法可以为本领域技术人员熟知的制备方法,本发明对其没有特别的限制。优选情况下,所述精异丙甲草胺乳油可以含有精异丙甲草胺、有机溶剂和乳化剂,将精异丙甲草胺、有机溶剂和乳化剂混合即可得到所述精异丙甲草胺乳油。其中,所述有机溶剂可以为各种能够溶解和稀释精异丙甲草胺的物质,优选地,所述有机溶剂可以包括石油醚、乙酸乙酯、油酸甲酯、二甲苯和溶

剂油中的至少一种。所述乳化剂可以为各种具有乳化作用的物质,优选地,所述乳化剂可以包括木质素磺酸钠、十二烷基硫酸钠、十二烷基苯磺酸钠、苯乙烯-马来酸酐共聚物、脂肪醇聚氧乙烯醚、失水山梨醇聚氧乙烯聚氧丙烯醚、失水山梨醇单硬脂酸酯聚氧乙烯醚、月桂醇硫酸钠、聚乙烯醇、聚羧酸盐和萘磺酸盐中的至少一种。

[0028] 为进一步改善微囊悬浮剂中微囊的粒径分布以及包覆率,从而进一步提高微囊悬浮剂的贮存稳定性,优选情况下,所述精异丙甲草胺、有机溶剂和乳化剂的重量比可以为1:(0.01-5):(0.01-5),该配比的有机溶剂含量少,可以降低对环境的污染。

[0029] 根据本发明的第一方面,为了提高微囊的包覆率、均匀度以及囊壳紧致性,从而进一步提高特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂的贮存稳定性,使其不易发生团聚和凝固现象,且具有良好的农作物虫害防治效果,得到第一物料后,分别采用缓冲溶液和酸性溶液对其进行pH的调节。首先将所述第一物料与缓冲溶液混合,得到pH值为5-7的第二物料;然后将所述第二物料与酸性溶液混合,得到pH值为3-4的第三物料。

[0030] 根据本发明的第一方面,步骤b中的所述缓冲溶液的含义为本领域技术人员所熟知,为含有缓冲对的溶液。优选情况下,所述缓冲对包括柠檬酸-柠檬酸钠、柠檬酸-磷酸氢二钠、柠檬酸-磷酸氢二钠硫酸铵-氯化铵和乙酸-乙酸钠中的至少一种。为了使第二物料的pH值调节至5-7,所述缓冲溶液的pH值可以为3-5.5。所述缓冲溶液中的缓冲对的总浓度可为1-5重量%。

[0031] 根据本发明的第一方面,步骤c中的所述酸性溶液可以为本领域常规的具有酸性的物质。优选情况下,所述酸性溶液包括盐酸、硫酸溶液、磷酸溶液、乙酸溶液中的至少一种。所述酸性溶液的浓度可以为0.5-8重量%。

[0032] 根据本发明的第一方面,适当的反应条件能够提高微囊的包覆率、改善粒径分布以及囊壳的厚度,进而提高微囊悬浮剂的贮存稳定性。优选情况下,步骤a中的所述混合在搅拌的条件下进行,所述搅拌的速度可以为200-600转/分钟。步骤b中的所述混合在搅拌的条件下进行,所述搅拌的速度可以为300-900转/分钟。步骤c中的所述混合在搅拌的条件下进行,所述搅拌的速度可以为200-900转/分钟。

[0033] 根据本发明的第一方面,本领域技术人员所应当知晓的是,当除草剂呈酸性或碱性时,不仅会阻碍植物的生长,也会造成环境的污染。因此,将第四物料与特丁津悬浮剂和乳化分散剂进行混合前,所述第四物料酸碱性优选为呈中性。因此,本发明第一方面的方法还包括调节所述第四物料的pH值至中性的步骤,调节pH值的方法可以为本领域的常规方法,在此不再赘述。

[0034] 根据本发明的第一方面,为了避免出现微囊聚集、沉淀、板结等现象,该方法还包括,步骤e前,可以先将所述第四物料与分散剂、增稠剂和防冻剂混合后,再与特丁津悬浮剂和所述乳化分散剂混合,得到特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂。所述分散剂可以包括十二烷基苯磺酸钠、亚甲基双萘磺酸钠、1-甲基萘磺酸钠甲醛缩合物、苜蓿素磺酸甲酯缩合物、木质素磺酸钠、脱糖木质素磺酸钠、脱糖缩合木质素磺酸钠、丁二酸酯磺酸钠、拉开粉、壬基酚聚氧乙烯醚和脂肪醇聚氧乙烯醚中的至少一种。所述增稠剂可以包括硅酸铝镁、黄原胶、聚乙二醇、聚乙烯醇、羧甲基纤维素、膨润土和白炭黑中的至少一种。所述防冻剂可以包括乙二醇、1,2-丙二醇、丙三醇和尿素中的至少一种。所述第四物料与分散剂、增稠剂和防冻剂的重量比可以为1:(0.01-0.2):(0.001-0.02):(0.02-0.15)。

[0035] 根据本公开的第一方面,步骤e中的所述特丁津悬浮剂的制备方法可以为本领域技术人员熟知的制备方法,本公开对其没有特别的限制。例如,可以将特丁津与分散剂和水充分混合、分散,使特丁津以悬浮微粒形式存在于水溶液中,然后砂磨使得特丁津微粒的平均粒径为1-5微米,得到特丁津悬浮剂。所述分散剂可以包括十二烷基苯磺酸钠、亚甲基双萘磺酸钠、1-甲基萘磺酸钠甲醛缩合物、苜基萘磺酸甲醛缩合物、木质素磺酸钠、脱糖木质素磺酸钠、脱糖缩合木质素磺酸钠、丁二酸酯磺酸钠、拉开粉、壬基酚聚氧乙烯醚和脂肪醇聚氧乙烯醚中的至少一种。所述特丁津与分散剂、水的重量比可以为1:(0.2-0.5):(1.5-3)。此外,所述特丁津悬浮剂中还可以包括消泡剂、增稠剂、防冻剂和防腐剂中的至少一种。所述消泡剂可以为聚醚消泡剂和/或有机硅消泡剂。所述增稠剂可以包括硅酸铝镁、黄原胶、聚乙二醇、聚乙烯醇、羧甲基纤维素、膨润土和白炭黑等中的至少一种。所述防冻剂可以包括乙二醇、1,2-丙二醇、丙三醇和尿素中的至少一种。所述防腐剂可以包括苯甲酸钠、苯甲酸、山梨酸和山梨酸钾中的至少一种。

[0036] 根据本发明的第一方面,为了进一步提高特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂的贮存稳定性,步骤e中的所述乳化分散剂可以包括十二烷基苯磺酸钠、亚甲基双萘磺酸钠、1-甲基萘磺酸钠甲醛缩合物、苜基萘磺酸甲醛缩合物、木质素磺酸钠、脱糖木质素磺酸钠、脱糖缩合木质素磺酸钠、丁二酸酯磺酸钠、拉开粉、壬基酚聚氧乙烯醚和脂肪醇聚氧乙烯醚中的至少一种。

[0037] 根据本发明,步骤e中,可以依据需要加水或不加水。

[0038] 本发明第二方面:提供本发明第一方面的方法制备的特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂。

[0039] 本发明第三发明,提供了本发明所述的特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂在用于防除玉米和高粱田间的杂草的应用。

[0040] 本发明所述的特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂特别适合防治玉米和高粱田间的马唐、藜和稗草等杂草。

[0041] 以下通过实施例进一步详细说明本公开,并不用于限制本公开。

[0042] 实施例1

[0043] 将三聚氰胺、甲醛和水混合,在pH值为8,温度为70℃条件下反应1.5h,得到三聚氰胺-甲醛树脂预聚体水溶液,其中,甲醛与三聚氰胺的摩尔比为1:0.5,水和甲醛的重量比为2.8:1。

[0044] 将精异丙甲草胺、200#溶剂油和失水山梨醇单硬脂酸酯聚氧乙烯醚混合均匀,得到精异丙甲草胺乳油,其中,所述精异丙甲草胺、200#溶剂油和失水山梨醇单硬脂酸酯聚氧乙烯醚的重量比为1:2.5:0.05。

[0045] 将三聚氰胺-甲醛树脂预聚体水溶液和精异丙甲草胺乳油按重量比为4:1以300转/分钟的搅拌速度混合均匀,得到第一物料;然后在室温条件下,将pH值为4.5、缓冲对的总浓度为2重量%的乙酸-乙酸钠缓冲溶液,在1小时内匀速地加入到上述第一物料中,以400转/分钟的搅拌速度混合均匀,得到pH值被调节为6.2的第二物料;在室温条件下,将浓度为5重量%的盐酸在1.5小时内匀速地加入到上述第二物料中,以500转/分钟的搅拌速度混合均匀,得到pH值被调节为3.2的第三物料;在60℃的条件下,将所述第三物料处理2小时,得到第四物料并将所述第四物料的pH值调节至7;向第四物料中加入木质素磺酸钠、硅

酸铝镁和乙二醇混合均匀,得到精异丙甲草胺微囊悬浮剂,其中,第四物料与木质素磺酸钠、硅酸铝镁和乙二醇的重量比为1:0.01:0.005:0.05。

[0046] 将25重量%的特丁津、2重量%的十二烷基硫酸钠、6重量%的木质素磺酸钠、0.2重量%的有机硅消泡剂、5重量%的乙二醇、0.3重量%的黄原胶、0.2重量%的苯甲酸钠与60重量%的水充分混合、分散,分散均匀后通入砂磨机进行砂磨,砂磨至平均粒径小于5微米的悬浮液,得到特丁津悬浮剂。

[0047] 最后,将精异丙甲草胺微囊悬浮剂与特丁津悬浮剂混合,再加入木质素磺酸钠,搅拌均匀,得到特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂。其中,精异丙甲草胺微囊悬浮剂与特丁津悬浮剂、木质素磺酸钠的重量比为1:0.3:0.05。

[0048] 实施例2

[0049] 将三聚氰胺、甲醛和水混合,在pH值为8,温度为70℃条件下反应1.5h,得到三聚氰胺-甲醛树脂预聚体水溶液,其中,甲醛与三聚氰胺的摩尔比为1:1,水和甲醛的重量比为3.5:1。

[0050] 将精异丙甲草胺、150#溶剂油和木质素磺酸钠混合均匀,得到精异丙甲草胺乳油,其中,所述精异丙甲草胺、150#溶剂油和木质素磺酸钠的重量比为1:0.5:0.1。

[0051] 将三聚氰胺-甲醛树脂预聚体水溶液和精异丙甲草胺乳油按重量比为2:1以200转/分钟的搅拌速度混合均匀,得到第一物料;然后在室温条件下,将pH值为3、缓冲对的总浓度为2重量%的乙酸-乙酸钠缓冲溶液,在1小时内匀速地加入到上述第一物料中,以300转/分钟的搅拌速度混合均匀,得到pH值被调节为6的第二物料;在室温条件下,将浓度为6重量%的盐酸在1小时内匀速地加入到上述第二物料中,以400转/分钟的搅拌速度混合均匀,得到pH值被调节为3的第三物料;在50℃的条件下,将所述第三物料处理4小时,得到第四物料并将所述第四物料的pH值调节至7;向第四物料中加入十二烷基苯磺酸钠、黄原胶和丙三醇,混合均匀,得到精异丙甲草胺微囊悬浮剂,其中,第四物料与十二烷基苯磺酸钠、黄原胶和丙三醇的重量比为1:0.05:0.01:0.1。

[0052] 将25重量%的特丁津、2重量%的十二烷基硫酸钠、6重量%的木质素磺酸钠、0.2重量%的有机硅消泡剂、5重量%的乙二醇、0.3重量%的黄原胶、0.2重量%的苯甲酸钠与60重量%的水充分混合、分散,分散均匀后通入砂磨机进行砂磨,砂磨至平均粒径小于5微米的悬浮液,得到特丁津悬浮剂。

[0053] 最后,将精异丙甲草胺微囊悬浮剂与特丁津悬浮剂混合,再加入木质素磺酸钠,搅拌均匀,得到特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂。其中,精异丙甲草胺微囊悬浮剂与特丁津悬浮剂、木质素磺酸钠的重量比为1:0.5:0.1。

[0054] 实施例3

[0055] 将三聚氰胺、甲醛和水混合,在pH值为8,温度为70℃条件下反应1.5h,得到三聚氰胺-甲醛树脂预聚体水溶液,其中,甲醛与三聚氰胺的摩尔比为1:1.5,水和甲醛的重量比为5:1。

[0056] 将精异丙甲草胺、200#溶剂油和失水山梨醇单硬脂酸酯聚氧乙烯醚混合均匀,得到精异丙甲草胺乳油,其中,所述精异丙甲草胺、200#溶剂油和失水山梨醇单硬脂酸酯聚氧乙烯醚的重量比为1:3:0.15。

[0057] 将三聚氰胺-甲醛树脂预聚体水溶液和精异丙甲草胺乳油按重量比为3:1以400

转/分钟的搅拌速度混合均匀,得到第一物料;然后在室温条件下,将pH值为3.8、缓冲对的总浓度为0.55重量%的乙酸-乙酸钠缓冲溶液,在1.5小时内匀速地加入到上述第一物料中,以500转/分钟的搅拌速度混合均匀,得到pH值被调节为5.5的第二物料;在室温条件下,将浓度为5重量%的盐酸在1小时内匀速地加入到上述第二物料中,以600转/分钟的搅拌速度混合均匀,得到pH值被调节为3.5的第三物料;在45℃的条件下,将所述第三物料处理6小时,得到第四物料并将所述第四物料的pH值调节至7;向第四物料中加入木质素磺酸钠、硅酸铝镁和乙二醇混合均匀,得到精异丙甲草胺微囊悬浮剂,其中,第四物料与木质素磺酸钠、硅酸铝镁和乙二醇的重量比为1:0.1:0.015:0.15。

[0058] 将25重量%的特丁津、2重量%的十二烷基硫酸钠、6重量%的木质素磺酸钠、0.2重量%的有机硅消泡剂、5重量%的乙二醇、0.3重量%的黄原胶、0.2重量%的苯甲酸钠与60重量%的水充分混合、分散,分散均匀后通入砂磨机进行砂磨,砂磨至平均粒径小于5微米的悬浮液,得到特丁津悬浮剂。

[0059] 最后,将精异丙甲草胺微囊悬浮剂与特丁津悬浮剂混合,再加入木质素磺酸钠,搅拌均匀,得到特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂。其中,精异丙甲草胺微囊悬浮剂与特丁津悬浮剂、木质素磺酸钠的重量比为1:0.8:1。

[0060] 实施例4

[0061] 将三聚氰胺、甲醛和水混合,在pH值为8,温度为70℃条件下反应1.5h,得到三聚氰胺-甲醛树脂预聚体水溶液,其中,甲醛与三聚氰胺的摩尔比为1:2,水和甲醛的重量比为7:1。

[0062] 将精异丙甲草胺、石油醚和十二烷基硫酸钠混合均匀,得到精异丙甲草胺乳油,其中,所述精异丙甲草胺、石油醚和十二烷基硫酸钠的重量比为1:5:0.2。

[0063] 将三聚氰胺-甲醛树脂预聚体水溶液和精异丙甲草胺乳油按重量比为5:1以500转/分钟的搅拌速度混合均匀,得到第一物料;然后在室温条件下,将pH值为4.5、缓冲对的总浓度为2重量%的乙酸-乙酸钠缓冲溶液,在1小时内匀速地加入到上述第一物料中,以600转/分钟的搅拌速度混合均匀,得到pH值被调节为6.5的第二物料;在室温条件下,将浓度为5重量%的盐酸在1.5小时内匀速地加入到上述第二物料中,以700转/分钟的搅拌速度混合均匀,得到pH值被调节为3.7的第三物料;在60℃的条件下,将所述第三物料处理2小时,得到第四物料并将所述第四物料的pH值调节至7;向第四物料中加入脂肪醇聚氧乙烯醚、膨润土和1,2-丙二醇混合均匀,得到精异丙甲草胺微囊悬浮剂,其中,第四物料与脂肪醇聚氧乙烯醚、膨润土和1,2-丙二醇的重量比为1:0.2:0.02:0.15。

[0064] 将25重量%的特丁津、2重量%的十二烷基硫酸钠、6重量%的木质素磺酸钠、0.2重量%的有机硅消泡剂、5重量%的乙二醇、0.3重量%的黄原胶、0.2重量%的苯甲酸钠与60重量%的水充分混合、分散,分散均匀后通入砂磨机进行砂磨,砂磨至平均粒径小于5微米的悬浮液,得到特丁津悬浮剂。

[0065] 最后,将精异丙甲草胺微囊悬浮剂与特丁津悬浮剂混合,再加入木质素磺酸钠,搅拌均匀,得到特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂。其中,精异丙甲草胺微囊悬浮剂与特丁津悬浮剂、木质素磺酸钠的重量比为1:1:2。

[0066] 实施例5

[0067] 将三聚氰胺、甲醛和水混合,在pH值为8,温度为70℃条件下反应1.5h,得到三聚氰

胺-甲醛树脂预聚体水溶液,其中,甲醛与三聚氰胺的摩尔比为1:0.1,水和甲醛的重量比为2:1。

[0068] 将精异丙甲草胺、200#溶剂油和失水山梨醇单硬脂酸酯聚氧乙烯醚混合均匀,得到精异丙甲草胺乳油,其中,所述精异丙甲草胺、200#溶剂油和失水山梨醇单硬脂酸酯聚氧乙烯醚的重量比为1:0.1:0.01。

[0069] 将三聚氰胺-甲醛树脂预聚体水溶液和精异丙甲草胺乳油按重量比为1:1以300转/分钟的搅拌速度混合均匀,得到第一物料;然后在室温条件下,将pH值为4.5、缓冲对的总浓度为2重量%的柠檬酸-磷酸氢二钠缓冲溶液,在1小时内匀速地加入到上述第一物料中,以400转/分钟的搅拌速度混合均匀,得到pH值被调节为7的第二物料;在室温条件下,将浓度为5重量%的盐酸在1.5小时内匀速地加入到上述第二物料中,以500转/分钟的搅拌速度混合均匀,得到pH值被调节为4的第三物料;在60℃的条件下,将所述第三物料处理2小时,得到第四物料并将所述第四物料的pH值调节至7;向第四物料中加入木质素磺酸钠、硅酸铝镁和乙二醇混合均匀,得到精异丙甲草胺微囊悬浮剂,其中,第四物料与木质素磺酸钠、硅酸铝镁和乙二醇的重量比为1:0.02:0.001:0.02。

[0070] 将25重量%的特丁津、2重量%的十二烷基硫酸钠、6重量%的木质素磺酸钠、0.2重量%的有机硅消泡剂、5重量%的乙二醇、0.3重量%的黄原胶、0.2重量%的苯甲酸钠与60重量%的水充分混合、分散,分散均匀后通入砂磨机进行砂磨,砂磨至平均粒径小于5微米的悬浮液,得到特丁津悬浮剂。

[0071] 最后,将精异丙甲草胺微囊悬浮剂与特丁津悬浮剂混合,再加入木质素磺酸钠,搅拌均匀,得到特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂。其中,精异丙甲草胺微囊悬浮剂与特丁津悬浮剂、木质素磺酸钠的重量比为1:0.2:0.5。

[0072] 实施例6

[0073] 将三聚氰胺、甲醛和水混合,在pH值为8,温度为70℃条件下反应1.5h,得到三聚氰胺-甲醛树脂预聚体水溶液,其中,甲醛与三聚氰胺的摩尔比为1:0.2,水和甲醛的重量比为2.5:1。

[0074] 将精异丙甲草胺、乙酸乙酯和聚乙烯醇混合均匀,得到精异丙甲草胺乳油,其中,所述精异丙甲草胺、乙酸乙酯和聚乙烯醇的重量比为1:1.5:0.02。

[0075] 将三聚氰胺-甲醛树脂预聚体水溶液和精异丙甲草胺乳油按重量比为4:1以400转/分钟的搅拌速度混合均匀,得到第一物料;然后在室温条件下,将pH值为4.5、缓冲对的总浓度为2重量%的乙酸-乙酸钠缓冲溶液,在0.5小时内匀速地加入到上述第一物料中,以300转/分钟的搅拌速度混合均匀,得到pH值被调节为6.2的第二物料;在室温条件下,将浓度为5重量%的盐酸在1.5小时内匀速地加入到上述第二物料中,以500转/分钟的搅拌速度混合均匀,得到pH值被调节为3.2的第三物料;在60℃的条件下,将所述第三物料处理2小时,得到第四物料并将所述第四物料的pH值调节至7;向第四物料中加入木质素磺酸钠、硅酸铝镁和乙二醇混合均匀,得到精异丙甲草胺微囊悬浮剂,其中,第四物料与木质素磺酸钠、硅酸铝镁和乙二醇的重量比为1:0.15:0.002:0.04。

[0076] 将25重量%的特丁津、2重量%的十二烷基硫酸钠、6重量%的木质素磺酸钠、0.2重量%的有机硅消泡剂、5重量%的乙二醇、0.3重量%的黄原胶、0.2重量%的苯甲酸钠与60重量%的水充分混合、分散,分散均匀后通入砂磨机进行砂磨,砂磨至平均粒径小于5微

米的悬浮液,得到特丁津悬浮剂。

[0077] 最后,将精异丙甲草胺微囊悬浮剂与特丁津悬浮剂混合,再加入木质素磺酸钠,搅拌均匀,得到特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂。其中,精异丙甲草胺微囊悬浮剂与特丁津悬浮剂、木质素磺酸钠的重量比为1:0.1:0.01。

[0078] 实施例7

[0079] 将尿素、甲醛和水混合,在pH值为8,温度为70℃条件下反应1.5h,得到尿素-甲醛树脂预聚体水溶液,其中,甲醛与尿素的摩尔比为1:2,水和甲醛的重量比为2.8:1。

[0080] 将精异丙甲草胺、200#溶剂油和失水山梨醇单硬脂酸酯聚氧乙烯醚混合均匀,得到精异丙甲草胺乳油,其中,所述精异丙甲草胺、200#溶剂油和失水山梨醇单硬脂酸酯聚氧乙烯醚的重量比为1:2.5:0.05。

[0081] 将尿素-甲醛树脂预聚体水溶液和精异丙甲草胺乳油按重量比为4:1以400转/分钟的搅拌速度混合均匀,得到第一物料;然后在室温条件下,将pH值为4.5、缓冲对的总浓度为2重量%的乙酸-乙酸钠缓冲溶液,在1.5小时内匀速地加入到上述第一物料中,以300转/分钟的搅拌速度混合均匀,得到pH值被调节为6.2的第二物料;在室温条件下,将浓度为5重量%的盐酸在1.5小时内匀速地加入到上述第二物料中,以500转/分钟的搅拌速度混合均匀,得到pH值被调节为3.2的第三物料;在60℃的条件下,将所述第三物料处理2小时,得到第四物料并将所述第四物料的pH值调节至7;向第四物料中加入木质素磺酸钠、硅酸铝镁和乙二醇混合均匀,得到精异丙甲草胺微囊悬浮剂,其中,第四物料与木质素磺酸钠、硅酸铝镁和乙二醇的重量比为1:0.01:0.005:0.05。

[0082] 将25重量%的特丁津、2重量%的十二烷基硫酸钠、6重量%的木质素磺酸钠、0.2重量%的有机硅消泡剂、5重量%的乙二醇、0.3重量%的黄原胶、0.2重量%的苯甲酸钠与60重量%的水充分混合、分散,分散均匀后通入砂磨机进行砂磨,砂磨至平均粒径小于5微米的悬浮液,得到特丁津悬浮剂。

[0083] 最后,将精异丙甲草胺微囊悬浮剂与特丁津悬浮剂混合,再加入木质素磺酸钠,搅拌均匀,得到特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂。其中,精异丙甲草胺微囊悬浮剂与特丁津悬浮剂、木质素磺酸钠的重量比为1:0.3:0.05。

[0084] 实施例8

[0085] 将尿素、甲醛和水混合,在pH值为8,温度为70℃条件下反应1.5h,得到尿素-甲醛树脂预聚体水溶液,其中,甲醛与尿素的摩尔比为1:1,水和甲醛的重量比为2.8:1。

[0086] 将精异丙甲草胺、200#溶剂油和失水山梨醇单硬脂酸酯聚氧乙烯醚混合均匀,得到精异丙甲草胺乳油,其中,所述精异丙甲草胺、200#溶剂油和失水山梨醇单硬脂酸酯聚氧乙烯醚的重量比为1:2:0.06。

[0087] 将尿素-甲醛树脂预聚体水溶液和精异丙甲草胺乳油按重量比为3:1以300转/分钟的搅拌速度混合均匀,得到第一物料;然后在室温条件下,将pH值为3.6、缓冲对的总浓度为4重量%的柠檬酸-柠檬酸钠缓冲溶液,在1小时内匀速地加入到上述第一物料中,以200转/分钟的搅拌速度混合均匀,得到pH值被调节为6.2的第二物料;在室温条件下,将浓度为4重量%的磷酸水溶液在1.5小时内匀速地加入到上述第二物料中,以400转/分钟的搅拌速度混合均匀,得到pH值被调节为3.2的第三物料;在60℃的条件下,将所述第三物料处理2小时,得到第四物料并将所述第四物料的pH值调节至7;向第四物料中加入木质素磺酸钠、硅

酸铝镁和乙二醇混合均匀,得到精异丙甲草胺微囊悬浮剂,其中,第四物料与木质素磺酸钠、硅酸铝镁和乙二醇的重量比为1:0.02:0.004:0.04。

[0088] 将25重量%的特丁津、2重量%的十二烷基硫酸钠、6重量%的木质素磺酸钠、0.2重量%的有机硅消泡剂、5重量%的乙二醇、0.3重量%的黄原胶、0.2重量%的苯甲酸钠与60重量%的水充分混合、分散,分散均匀后通入砂磨机进行砂磨,砂磨至平均粒径小于5微米的悬浮液,得到特丁津悬浮剂。

[0089] 最后,将精异丙甲草胺微囊悬浮剂与特丁津悬浮剂混合,再加入木质素磺酸钠,搅拌均匀,得到特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂。其中,精异丙甲草胺微囊悬浮剂与特丁津悬浮剂、木质素磺酸钠的重量比为1:0.2:0.03。

[0090] 实施例9

[0091] 将苯代三聚氰胺、甲醛和水混合,在pH值为8,温度为70℃条件下反应1.5h,得到苯代三聚氰胺-甲醛树脂预聚体水溶液,其中,甲醛与苯代三聚氰胺的摩尔比为1:0.5,水和甲醛的重量比为2.8:1。

[0092] 将精异丙甲草胺、200#溶剂油和失水山梨醇单硬脂酸酯聚氧乙烯醚混合均匀,得到精异丙甲草胺乳油,其中,所述精异丙甲草胺、200#溶剂油和失水山梨醇单硬脂酸酯聚氧乙烯醚的重量比为1:2:0.06。

[0093] 将苯代三聚氰胺-甲醛树脂预聚体水溶液和精异丙甲草胺乳油按重量比为4:1以400转/分钟的搅拌速度混合均匀,得到第一物料;然后在室温条件下,将pH值为4、缓冲对的总浓度为4重量%的柠檬酸-柠檬酸钠缓冲溶液,在1小时内匀速地加入到上述第一物料中,以300转/分钟的搅拌速度混合均匀,得到pH值被调节为6.2的第二物料;在室温条件下,将浓度为5重量%的硫酸在1.5小时内匀速地加入到上述第二物料中,以300转/分钟的搅拌速度混合均匀,得到pH值被调节为3.2的第三物料;在60℃的条件下,将所述第三物料处理2小时,得到第四物料并将所述第四物料的pH值调节至7;向第四物料中加入木质素磺酸钠、硅酸铝镁和乙二醇混合均匀,得到精异丙甲草胺微囊悬浮剂,其中,第四物料与木质素磺酸钠、硅酸铝镁和乙二醇的重量比为1:0.03:0.005:0.05。

[0094] 将25重量%的特丁津、2重量%的十二烷基硫酸钠、6重量%的木质素磺酸钠、0.2重量%的有机硅消泡剂、5重量%的乙二醇、0.3重量%的黄原胶、0.2重量%的苯甲酸钠与60重量%的水充分混合、分散,分散均匀后通入砂磨机进行砂磨,砂磨至平均粒径小于5微米的悬浮液,得到特丁津悬浮剂。

[0095] 最后,将精异丙甲草胺微囊悬浮剂与特丁津悬浮剂混合,再加入木质素磺酸钠,搅拌均匀,得到特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂。其中,精异丙甲草胺微囊悬浮剂与特丁津悬浮剂、木质素磺酸钠的重量比为1:0.15:0.04。

[0096] 对比例1

[0097] 与实施例1的区别在于,得到第一物料后,不经乙酸-乙酸钠缓冲溶液调节pH值,直接采用浓度为5重量%的盐酸将物料的pH值调节为3.2。

[0098] 对比例2

[0099] 与实施例1的区别在于,得到第一物料后,采用pH值为4.5、缓冲对的总浓度为2重量%的乙酸-乙酸钠缓冲溶液将物料pH值调节为4.5后,不进行第二次调节pH值的步骤。

[0100] 对比例3

[0101] 与实施例1的区别在于,步骤c中采用浓度为5重量%的盐酸将第三物料的pH值被调节为2。

[0102] 对比例4

[0103] 将精异丙甲草胺、200#溶剂油和失水山梨醇单硬脂酸酯聚氧乙烯醚混合均匀,得到精异丙甲草胺乳油,其中,所述精异丙甲草胺、200#溶剂油和失水山梨醇单硬脂酸酯聚氧乙烯醚的重量比为1:2.5:0.05。

[0104] 与实施例1相同方法制备特丁津悬浮剂。

[0105] 然后将精异丙甲草胺乳油与特丁津悬浮剂按重量比为1:0.3混合,得到精异丙甲草胺·特丁津悬乳剂。

[0106] 对比例5

[0107] 将精异丙甲草胺、200#溶剂油和失水山梨醇单硬脂酸酯聚氧乙烯醚混合均匀,得到精异丙甲草胺油相,将水缓慢滴入精异丙甲草胺油相中,边滴加边搅拌,并加入乙二醇和黄原胶,得到精异丙甲草胺水乳剂。其中,所述精异丙甲草胺、200#溶剂油、失水山梨醇单硬脂酸酯聚氧乙烯醚、水、乙二醇和黄原胶的重量比为1:2.5:0.05:1.2:0.005:0.001。

[0108] 对比例6

[0109] 将25重量%的特丁津、2重量%的十二烷基硫酸钠、6重量%的木质素磺酸钠、0.2重量%的有机硅消泡剂、5重量%的乙二醇、0.3重量%的黄原胶、0.2重量%的苯甲酸钠与60重量%的水充分混合、分散,分散均匀后通入砂磨机进行砂磨,砂磨至平均粒径小于5微米的悬浮液,得到特丁津悬浮剂。

[0110] 测试实施例1

[0111] 本测试实施例用于测试实施例1-9和对比例1-3中得到的特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂和对比例4中得到的精异丙甲草胺·特丁津微悬乳剂的热贮稳定性和低温稳定性。

[0112] 热贮稳定性测试:将实施例1-9和对比例1-3中得到的特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂和对比例4中得到的精异丙甲草胺·特丁津微悬乳剂装入容器中,密封后放置于(54±2)℃的恒温烘箱中,静置14天后取出,根据GB/T14825-2006标准,测定悬浮率,结果见表1。

[0113] 低温稳定性测定:将实施例1-9和对比例1-3中得到的特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂和对比例4中得到的精异丙甲草胺·特丁津微悬乳剂装入容器中,密封后置于(0±2)℃制冷器中,保持1h,每间隔15min搅拌一次,每次15s,观察外观有无变化,在(0±2)℃继续放置7天,然后取出置于室温条件下静置恢复后,根据GB/T14825-2006标准,测定悬浮率,结果见表1。

[0114] 表1

[0115]

	热贮稳定性	低温稳定性
实施例 1	流动性良好, 无分层结块, 悬浮率为 98.5%	流动性良好, 无分层结块, 悬浮率为 98.6%
实施例 2	流动性良好, 无分层结块, 悬浮率为 97.3%	流动性良好, 无分层结块, 悬浮率为 98.9%
实施例 3	流动性良好, 无分层结块, 悬浮率为 96.6%	流动性良好, 无分层结块, 悬浮率为 96.2%
实施例 4	流动性良好, 无分层结块, 悬浮率为 96.6%	流动性良好, 无分层结块, 悬浮率为 97.7%

[0116]

实施例 5	流动性良好, 无分层结块, 悬浮率为 95.3%	流动性良好, 无分层结块, 悬浮率为 97.3%
实施例 6	流动性良好, 无分层结块, 悬浮率为 96.7%	流动性良好, 无分层结块, 悬浮率为 96.2%
实施例 7	流动性良好, 无分层结块, 悬浮率为 96.2%	流动性良好, 无分层结块, 悬浮率为 96.7%
实施例 8	流动性良好, 无分层结块, 悬浮率为 96.6%	流动性良好, 无分层结块, 悬浮率为 94.3%
实施例 9	流动性良好, 无分层结块, 悬浮率为 97.2%	流动性良好, 无分层结块, 悬浮率为 96.5%
对比例 1	黏度增大, 流动性稍差, 悬浮率为 84.8%	流动性稍差, 悬浮率为 84.6%
对比例 2	黏度增大, 流动性差, 悬浮率为 82.3%	流动性稍差, 悬浮率为 86.2%
对比例 3	凝固	凝固
对比例 4	黏度增大, 流动性差, 悬浮率为 76.9%	黏度增大, 流动性差, 悬浮率为 74.5%

[0117] 从表1可以看出,本发明提供的制备方法得到的特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂具有良好的热贮存稳定性和低温贮存稳定性。

[0118] 测试实施例2

[0119] 本测试实施例对实施例1-9、对比例1-3中得到的特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂、对比例4中得到的精异丙甲草胺·特丁津悬乳剂、对比例5的精异丙甲草胺水乳剂和对比例6的特丁津悬浮剂对玉米田中马唐、藜的防治效果进行测试。测试前加入一定量

的蒸馏水,搅拌均匀,分别调节将实施例1-9、对比例1-3中得到的特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂、对比例4中得到的精异丙甲草胺·特丁津悬乳剂、对比例5的精异丙甲草胺水乳剂和对比例6的特丁津悬浮剂中的活性成分浓度为10重量%。

[0120] 试验地点:广西省南宁市。该地块地势平坦,肥力较好。施药后的各处理区玉米按常规生产管理。

[0121] 具体步骤包括,使用背负式喷雾器,按照施药量为30kg/亩,将实施例1-9、对比例1-3中得到的特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂、对比例4中得到的精异丙甲草胺·特丁津悬乳剂、对比例5的精异丙甲草胺水乳剂和对比例6的特丁津悬浮剂药液分别对各个种植区的玉米田于播后苗前进行均匀喷药,并设置清水对照。

[0122] 于施药后10天、20天、30天和50天调查稗草的防治效果,具体试验方法按照《农药田间药效试验准则》进行。每个处理区采用随机5点取样,调查各处理区马唐、藜植株的防治效果,在施药后分别10、20、30、50天时,对杂草进行识别计数,按式(A)计算株防效,具体结果见表2:

$$[0123] \quad \text{株防效}(\%) = \frac{\text{空白对照区杂草数} - \text{处理区杂草数}}{\text{空白对照区杂草数}} \times 100\% \quad \text{式(A)}$$

[0124] 表2

[0125]

	10 天		20 天		30 天		50 天	
	马塘	藜	马塘	藜	马塘	藜	马塘	藜
实施例 1	89.7	92.7	91.7	84.7	86.5	91.7	88.5	82.1
实施例 2	87.7	92.3	91.8	86.8	85.3	91.8	89.4	84.5
实施例 3	84.7	91.9	90.9	85.7	81.2	91.6	88.5	83.5
实施例 4	84.8	92.8	89.5	88.5	83.1	91.4	88.4	86.4
实施例 5	82.9	91.3	90.6	84.4	80.1	90.7	89.4	81.4
实施例 6	81.9	90.7	89.4	87.6	78.1	89.2	86.5	85.2
实施例 7	82.9	91.8	90.7	86.4	81.1	90.1	89.6	84.7
实施例 8	82.6	91.5	91.9	85.3	81.8	91.2	89.8	82.1
实施例 9	86.3	92.3	93.7	83.7	83.9	91.3	92.2	81.6
对比例 1	80.2	76.4	61.6	50.8	77.2	76.7	56.1	43.7

[0126]

对比例 2	79.1	75.5	62.6	51.7	76.5	72.1	58.6	43.8
对比例 3	75.5	72.2	61.2	58.1	73.6	69.2	56.2	54.9
对比例 4	80.2	77.6	66.4	54.1	77.6	75.1	61.7	45.9
对比例 5	80.4	78.5	57.1	32.2	78.7	77.8	53.4	25.6
对比例 6	78.2	73.0	58.2	34.8	75.8	72.1	53.1	27.3

[0127] 测试实施例3

[0128] 本测试实施例对实施例1-9、对比例1-3中得到的特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂、对比例4中得到的精异丙甲草胺·特丁津微悬乳剂、对比例5的精异丙甲草胺水乳剂和对比例6的特丁津悬浮剂对马塘、稗草的防治效果进行测试。测试前加入一定量的蒸馏水,搅拌均匀,调节实施例1-9、对比例1-3中得到的特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂、对比例4中得到的精异丙甲草胺·特丁津微悬乳剂、对比例5的精异丙甲草胺水乳剂和对比例6的特丁津悬浮剂中的活性成分浓度为10重量%。

[0129] 试验地点:河北省保定市。该地块地势平坦,肥力较好。施药后的各处理区高粱按常规生产管理。

[0130] 具体步骤包括,使用背负式喷雾器,按照喷液量为30kg/亩,将实施例1-9、对比例1-3中得到的特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂、对比例4中得到的精异丙甲草胺·特丁津微悬乳剂、对比例5的精异丙甲草胺水乳剂和对比例6的特丁津悬浮剂药液分别在各个种植区的高粱田于播后苗前进行均匀喷药,并设置清水对照。施药时,用塑料薄膜遮挡相邻小区,防止药剂相互干扰。

[0131] 于施药后10天、20天、30天和50天调查马塘、稗草防治效果,具体试验方法按照《农药田间药效试验准则》进行。每个处理区采用随机5点取样,调查各处理区马唐、藜植株的防治效果,在施药后分别10、20、30、50天时,对杂草进行识别计数,按式(A)计算株防效,具体结果见表3:

[0132] 表3

[0133]

	10 天		20 天		30 天		50 天	
	马塘	稗草	马塘	稗草	马塘	稗草	马塘	稗草
实施例 1	86.7	85.0	92.4	91.9	91.4	90.6	86.1	86.1
实施例 2	85.4	83.8	92.2	91.6	91.6	89.1	84.6	85.8
实施例 3	83.1	85.9	91.1	92.6	91.1	91.5	84.5	85.2
实施例 4	83.5	84.7	92.3	92.3	89.6	91.6	86.5	88.1
实施例 5	84.6	84.2	90.5	92.1	90.3	91.8	84.9	85.2
实施例 6	84.0	87.8	92.2	92.1	89.6	90.8	83.4	82.1
实施例 7	83.5	83.5	91.4	91.4	90.5	91.6	84.3	85.2
实施例 8	85.0	85.3	92.2	92.6	91.6	90.9	89.7	88.8
实施例 9	88.4	86.4	92.3	92.6	90.8	91.6	84.2	85.8
对比例 1	80.3	81.5	65.5	68.5	52.7	52.4	39.4	41.5
对比例 2	79.6	81.6	64.7	65.7	52.5	52.7	32.8	38.9
对比例 3	79.9	82.0	64.4	62.1	50.4	51.5	37.7	36.5
对比例 4	76.7	81.4	62.2	66.3	59.4	52.2	36.3	31.4
对比例 5	77.8	79.3	72.3	73.1	58.8	58.6	34.5	34.0
对比例 6	76.4	78.8	73.3	71.6	59.4	56.5	35.4	36.3

[0134] 从表2和表3可以看出,本发明提供的制备方法制备得到的特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂,能够取得缓释长效地防治农作物多种杂草的效果。且本方法制备的特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂效果均大大好于精异丙甲草胺水乳剂单剂、特丁津悬浮剂单剂。本发明的特丁津和精异丙甲草胺的微囊悬浮-悬浮剂相对于精异丙甲草胺·特丁津的其他剂型,具有持效期长的特点,从而可降低用药次数和用药量,节约成本,其中含有的有机溶剂少,可以降低对环境的污染。

[0135] 以上详细描述了本发明的优选实施方式,但是,本发明并不限于上述实施方式中的具体细节,在本发明的技术构思范围内,可以对本发明的技术方案进行多种简单变型,这些简单变型均属于本发明的保护范围。

[0136] 另外需要说明的是,在上述具体实施方式中所描述的各个具体技术特征,在不矛盾的情况下,可以通过任何合适的方式进行组合,为了避免不必要的重复,本发明对各种可能的组合方式不再另行说明。

[0137] 此外,本发明的各种不同的实施方式之间也可以进行任意组合,只要其不违背本发明的思想,其同样应当视为本发明所公开的内容。