



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101984809 A

(43) 申请公布日 2011.03.16

(21) 申请号 201010233163.6 *A01P 13/00* (2006.01)
(22) 申请日 2010.07.22 *A01N 43/707* (2006.01)
(71) 申请人 福建诺德生物科技有限责任公司 *A01N 47/38* (2006.01)
地址 362612 福建省泉州市永春县达埔镇岩 *A01N 43/12* (2006.01)
峰村 *A01P 7/04* (2006.01)
A01P 7/02 (2006.01)
(72) 发明人 颜禧凯 王文忠 孔建 颜禧童 *A01N 37/36* (2006.01)
李谱超 颜禧旋 潘朝斌 *A01P 3/00* (2006.01)
(74) 专利代理机构 厦门南强之路专利事务所
35200
代理人 马应森

(51) Int. Cl.
A01N 25/04 (2006.01)
A01N 47/36 (2006.01)
A01N 43/90 (2006.01)
A01N 37/26 (2006.01)
A01N 43/70 (2006.01)
A01N 41/10 (2006.01)
A01N 57/20 (2006.01)

权利要求书 2 页 说明书 13 页

(54) 发明名称

一种以松脂基植物油为载体的油悬制剂及其制备方法

(57) 摘要

一种以松脂基植物油为载体的油悬制剂及其制备方法,涉及一种农药制剂,提供一种以松脂基植物油为载体的油悬制剂及其制备方法。所述以松脂基植物油为载体的油悬制剂的原料组成及其以质量百分计含有农药活性成分 1%~50%、乳化剂 1%~10%、润湿分散剂 2%~8%、悬浮稳定剂 0~5%、有机硅消泡剂 0~0.2%,余为松脂基植物油。把农药活性成分、乳化剂、润湿分散剂、悬浮稳定剂、有机硅消泡剂、松脂基植物油混合均匀后,置于高速剪切球磨设备中球磨,即得以松脂基植物油为载体的油悬制剂。

1. 一种以松脂基植物油为载体的油悬制剂,其特征在于其原料组成及其以质量百分计含有农药活性成分 1%~50%、乳化剂 1%~10%、润湿分散剂 2%~8%、悬浮稳定剂 0~5%、有机硅消泡剂 0~0.2%,余为松脂基植物油。

2. 如权利要求 1 所述的一种以松脂基植物油为载体的油悬制剂,其特征在于所述农药活性成分选自杀虫杀螨剂、杀菌剂、除草剂中的一种。

3. 如权利要求 2 所述的一种以松脂基植物油为载体的油悬制剂,其特征在于所述杀虫杀螨剂选自阿维菌素、伊维菌素、甲氨基阿维菌素苯甲酸盐、多杀霉素、茚虫威、氰氟虫脒、噻虫嗪、噻虫啉、氟虫脲、虫螨腈、乙虫腈、丁烯氟虫腈、啶虫啉、联苯肼酯、啶虫脒、烯啶虫胺、高效氯氟氰菊酯、甲氰菊酯、联苯菊酯、醚菊酯、噻嗪酮、吡虫啉、啶虫脒、吡蚜酮、丁烯氟虫腈、虱螨脲、氟铃脲、氟啶脲、灭幼脲、除虫脲、丁醚脲、毒死蜱、三唑磷、仲丁威、呋喃虫酰肼、虫酰肼、氰虫酰胺、噻虫胺、氯虫苯甲酰胺、螺螨酯、唑螨酯、溴螨酯、吡螨胺、灭蝇胺、氟虫双酰胺、噻螨酮、炔螨特、哒螨灵、乙螨唑、四螨嗪、三唑锡、苯丁锡、苏云金杆菌、苏云金芽孢杆菌、枯草芽孢杆菌、浏阳霉素中的至少一种;

所述杀菌剂选自嘧菌酯、醚菌酯、吡噻菌胺、嘧菌环胺、苯酰菌胺、嘧霉胺、异丙菌胺、苯噻菌胺、双炔酰菌胺、氟嘧菌胺、嘧菌胺、氯苯嘧啶醇、氟苯嘧啶醇、氰烯菌酯、苯醚菌酯、啶氧菌酯、苯醚甲环唑、丙环唑、三环唑、多效唑、氰霜唑、戊菌唑、氟菌唑、井冈霉素、三唑酮、氟环唑、氟硅唑、戊唑醇、己唑醇、烯唑醇、环唑醇、环丙唑醇、粉唑醇、稻瘟灵、异稻瘟净、稻瘟酰胺、咪鲜胺锰盐、咪鲜胺、甲霜灵、精甲霜灵、苯霜灵、精苯霜灵、呋霜灵、霜脲氰、氟吗啉、烯酰吗啉、噻霉酮、噁唑菌酮、异菌脲、乙嘧酚、硫磺、福美双、多菌灵、甲基硫菌灵、噻菌灵、百菌清、咯菌腈、噁唑菌酮、代森锰锌中的至少一种;

所述除草剂选自甲基磺草酮、莠去津、双草醚、二氯喹啉酸、乙草胺、丙草胺、丁草胺、吡唑草胺、五氟磺草胺、精恶唑禾草灵、精喹禾灵、高效氟吡甲禾灵、精吡氟禾草灵、乙羧氟草醚、嘧草硫醚、氰氟草酯、氯氟吡氧乙酸、唑草酮、噁草酮、草除灵、炔草酸、2,4-滴丁酯、苯噻草胺、三氟啶磺隆、甲基二磺隆、甲酰胺磺隆、噻磺隆、砒啶磺隆、苄嘧磺隆、烟嘧磺隆、丁噻草隆、敌草隆、甲磺隆、苯磺隆、胺苯磺隆中的至少一种。

4. 如权利要求 1 所述的一种以松脂基植物油为载体的油悬制剂,其特征在于所述乳化剂选自聚氧乙烯聚氧丙烯嵌段共聚物、脂肪醇聚氧乙烯醚、山梨醇聚氧乙醚、聚氧乙烯烷基酯、失水山梨糖醇酐油酸酯、山梨醇单油酸酯、烷基苯磺酸盐中的至少一种。

5. 如权利要求 1 所述的一种以松脂基植物油为载体的油悬制剂,其特征在于所述润湿分散剂选自高分子接枝木质素磺酸盐、聚羧酸盐、松香接枝高分子羧酸盐、萘和烷基萘磺酸盐、醛缩合物、油酸甲基氨基乙基磺酸盐中的至少一种。

6. 如权利要求 1 所述的一种以松脂基植物油为载体的油悬制剂,其特征在于所述悬浮稳定剂选自凸凹棒土、膨润土、硅酸镁铝、蒙脱土、羟乙基纤维素中的至少一种。

7. 如权利要求 1 所述的一种以松脂基植物油为载体的油悬制剂,其特征在于所述有机硅消泡剂选自聚硅氧烷。

8. 如权利要求 1 所述的一种以松脂基植物油为载体的油悬制剂,其特征在于所述松脂基植物油的组成及其含量如下:

碱性 C1~C8 醇溶液、松脂和植物油;

所述碱性 C1~C8 醇溶液的含量,按质量百分比,为松脂和植物油总质量的 10%~

30%，所述碱性 C1 ~ C8 醇溶液是 C1 ~ C8 醇中的至少一种与碱金属氢氧化物的混合液，按质量比，碱金属氢氧化物：C1 ~ C8 醇为 1 : 19 ~ 25；按质量比，松脂：植物油为 1 : 1 ~ 4。

9. 如权利要求 1 所述的一种以松脂基植物油为载体的油悬制剂的制备方法，其特征在于其具体步骤为：

把农药活性成分、乳化剂、润湿分散剂、悬浮稳定剂、有机硅消泡剂、松脂基植物油混合均匀后，置于高速剪切球磨设备中球磨，即得以松脂基植物油为载体的油悬制剂。

10. 如权利要求 9 所述的一种以松脂基植物油为载体的油悬制剂的制备方法，其特征在于所述球磨，是高剪切球磨至 90% 的粒径小于 4 μ m。

一种以松脂基植物油为载体的油悬制剂及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种农药制剂,尤其是涉及一种以松脂基植物油为载体的油悬制剂及其制备方法。

背景技术

[0002] 油悬浮剂是指至少一种农药有效成分(其中至少有一种为固体原药)在非水系分散介质中形成高分散、稳定的悬浮体系。目前,常用的非水系分散介质一般为植物性油,如大豆油、玉米油、葵花籽油、菜籽油、棉籽油、蓖麻油或其酯化物。

[0003] 油悬剂以植物油为基质,没有芳烃类等有机溶剂产生的易燃和药害问题,而且在生产过程中没有粉尘危害,对操作者和环境安全。由于在贮运、使用和生产过程中具有安全性能高、对环境友好、性能优异、生物活性比较高和药效持久等优点,因此油悬剂近年来发展迅速。目前,油悬剂使用的植物油主要来源于食用植物油,存在价格较高、易于酸败及与民争食等问题。

[0004] 本申请的发明人在中国专利 CN1701663 中公开一种农药助剂,其原料及其按质量比的含量为:植物油 100,助溶剂 0~50,表面活性剂 5~55。可用于制备剂型为乳油、油悬剂、热雾剂、气雾剂、桶混剂、超低容量喷雾剂的农药制剂,以及杀虫剂、杀螨剂、杀菌剂、消毒剂、卫生杀虫剂、植物生长调节剂。以植物油替代苯的同系物,能减少对石油资源的需求,降低农药制剂的成本,其物理化学稳定性和展着渗透性、抗漂移性、安全性以及综合防效均好于用苯的同系物加工的制剂。

发明内容

[0005] 本发明的目的是针对现有的悬浮剂存在的上述问题,提供一种以松脂基植物油为载体的油悬制剂及其制备方法。

[0006] 本发明所述以松脂基植物油为载体的油悬制剂采用松脂基植物油为载体,所述松脂基植物油主要来源于松脂或其衍生物。

[0007] 本发明所述以松脂基植物油为载体的油悬制剂的原料组成及其以质量百分计含有农药活性成分 1%~50%、乳化剂 1%~10%、润湿分散剂 2%~8%、悬浮稳定剂 0~5%、有机硅消泡剂 0~0.2%,余为松脂基植物油。

[0008] 所述农药活性成分可选自杀虫杀螨剂、杀菌剂、除草剂等中的一种。

[0009] 所述杀虫杀螨剂可选自阿维菌素、伊维菌素、甲氨基阿维菌素苯甲酸盐、多杀霉素、茚虫威、氰氟虫腙、噻虫嗪、噻虫啉、氟虫脲、虫螨腈、乙虫腈、丁烯氟虫腈、啶虫啉、联苯肼酯、啶虫脒、烯啶虫胺、高效氯氟氰菊酯、甲氰菊酯、联苯菊酯、醚菊酯、噻嗪酮、吡虫啉、啉虫脒、吡蚜酮、丁烯氟虫腈、虱螨脲、氟铃脲、氟啶脲、灭幼脲、除虫脲、丁醚脲、毒死蜱、三唑磷、仲丁威、呋喃虫酰肼、虫酰肼、氰虫酰胺、噻虫胺、氯虫苯甲酰胺、螺螨酯、唑螨酯、溴螨酯、吡螨胺、灭蝇胺、氟虫双酰胺、噻虫酮、炔螨特、哒螨灵、乙螨唑、四螨嗪、三唑锡、苯丁锡、苏云金杆菌、苏云金芽孢杆菌、枯草芽孢杆菌、浏阳霉素等中的至少一种。

[0010] 所述杀菌剂可选自嘧菌酯、醚菌酯、吡唑菌胺、嘧菌环胺、苯酰菌胺、嘧霉胺、异丙菌胺、苯噻菌胺、双炔酰菌胺、氟嘧菌胺、嘧菌胺、氯苯嘧啶醇、氟苯嘧啶醇、氰烯菌酯、苯酰菌酯、啉氧菌酯、苯醚甲环唑、丙环唑、三环唑、多效唑、氰霜唑、戊菌唑、氟菌唑、井冈霉素、三唑酮、氟环唑、氟硅唑、戊唑醇、己唑醇、烯唑醇、环唑醇、环丙唑醇、粉唑醇、稻瘟灵、异稻瘟净、稻瘟酰胺、咪鲜胺锰盐、咪鲜胺、甲霜灵、高效甲霜灵（精甲霜灵）、苯霜灵、高效苯霜灵（精苯霜灵）、呋霜灵、霜脲氰、氟吗啉、烯酰吗啉、噻霉酮、噁唑菌酮、异菌脲、乙嘧酚、硫磺、福美双、多菌灵、甲基硫菌灵、噻菌灵、百菌清、咯菌腈、噁唑菌酮、代森锰锌等中的至少一种。

[0011] 所述除草剂可选自甲基磺草酮、莠去津、双草醚、二氯喹啉酸、乙草胺、丙草胺、丁草胺、吡啶草胺、五氟磺草胺、精恶唑禾草灵、精喹禾灵、高效氟吡甲禾灵、精吡氟禾草灵、乙羧氟草醚、嘧草硫醚、氰氟草酯、氯氟吡氧乙酸、唑草酮、噁草酮、草除灵、炔草酸、2,4-滴丁酯、苯噻草胺、三氟啶磺隆、甲基二磺隆、甲酰胺磺隆、噻磺隆、砒啶磺隆、苄嘧磺隆、烟嘧磺隆、丁噻草隆、敌草隆、甲磺隆、苯磺隆、胺苯磺隆等中的至少一种。

[0012] 所述乳化剂可选自聚氧乙烯聚氧丙烯嵌段共聚物、脂肪醇聚氧乙烯醚、山梨醇聚氧乙烯醚、聚氧乙烯基烷基酯、失水山梨糖醇酐油酸酯、山梨醇单油酸酯、烷基苯磺酸盐等中的至少一种。

[0013] 所述润湿分散剂可选自高分子接枝木质素磺酸盐、聚羧酸盐、松香接枝高分子羧酸盐、萘和烷基萘磺酸盐甲醛缩合物、油酸甲基氨基乙基磺酸盐等中的至少一种。

[0014] 所述悬浮稳定剂可选自凸凹棒土、膨润土、硅酸镁铝、蒙脱土、羟乙基纤维素等中的至少一种。

[0015] 所述有机硅消泡剂可选自聚硅氧烷消泡剂等。

[0016] 所述松脂基植物油的组成及其含量如下：

[0017] 碱性 C1 ~ C8 醇溶液、松脂和植物油；

[0018] 所述碱性 C1 ~ C8 醇溶液的含量，按质量百分比，为松脂和植物油总质量的 10% ~ 30%，所述碱性 C1 ~ C8 醇溶液是 C1 ~ C8 醇中的至少一种与碱金属氢氧化物的混合液，按质量比，碱金属氢氧化物：C1 ~ C8 醇为 1 : (19 ~ 25)；按质量比，松脂：植物油为 1 : (1 ~ 4)。

[0019] 所述松脂是采自松科植物含天然萜类化合物的树脂。

[0020] 所述植物油是木本和草本油料植物种子、果肉及其它部分中的至少一种提取所得的植物油脂。

[0021] 所述松脂基植物油的制备方法的具体步骤为：

[0022] 将 C1 ~ C8 醇中的至少一种与碱金属氢氧化物的混合液，以及松脂与植物油混合物装入高剪切乳化分散釜，反应后的产物经过滤除杂，即得松脂基植物油。

[0023] 所述反应的温度可为 50 ~ 70℃，反应的时间可为 0.5 ~ 1h。所制得的松脂基植物油是以脂肪酸单烷基酯和萜类化合物为主要组分的松脂基植物油。

[0024] 所述松脂基植物油可作为一种功能性农药载体用于配制农药制剂，替代二甲苯等芳烃类有机溶剂。

[0025] 经试验，松脂基植物油的物理化学性质参见表 1。

[0026] 表 1

[0027]

项 目	指 标
外观	淡黄色透明油状液体
密度 (20℃), g/mL	0.90±0.05
总含量*, % (质量分数)	≥95.0
脂肪酸单烷基酯含量, % (质量分数)	≥10.0
水分, % (质量分数)	≤0.5
酸值, mg/g	≤60
闪点 (闭口), °C	≥45
凝固点, °C	≤-5
注* 指萜烯类与脂肪酸单烷基酯类化合物的总含量。	

[0028] 所述以松脂基植物油为载体的油悬制剂的制备方法的具体步骤为：

[0029] 把农药活性成分、乳化剂、润湿分散剂、悬浮稳定剂、有机硅消泡剂、松脂基植物油混合均匀后，置于高速剪切球磨设备中球磨，即得以松脂基植物油为载体的油悬制剂。

[0030] 所述球磨，最好是高剪切球磨至 90% 的粒径小于 4 μm。

[0031] 与应用传统植物油的油悬剂相比，本发明所述以松脂基植物油为载体的油悬制剂至少具有以下优点：

[0032] 1) 采用的松脂基植物油载体，主要来源于松脂或其衍生物，不与民争食。

[0033] 2) 采用的松脂基植物油载体，为可再生资源，来源广泛，由此制备的油悬制剂具有较好的成本优势。

[0034] 3) 由于采用的松脂基植物油载体，天然产物，毒性低，具有生物可降解性能和适宜的粘稠度，稳定性好，不存在酸败问题，与环境相容性好，因此在生产、储运和使用过程中的安全性高。

[0035] 4) 本发明采用高速剪切球磨设备，与传统的砂磨方法相比，不仅提高了分散效率，而且有效提高了产品的悬浮率和药效。

[0036] 5) 本发明所述以松脂基植物油为载体的油悬制剂具有优良的展着渗透性、抗漂移成膜性和乳化分散性能，作为油悬制剂的载体可以显著提升油悬剂的药效具有优良的展着渗透性、抗漂移成膜性和乳化分散性能，增加了原药与昆虫及植物表皮间的浓度梯度有助于农药成分向昆虫及植物组织半透膜的渗透提高药效。同时还可有效地降低表面张力改善雾滴和靶标之间的相互作用使雾滴到达植物叶面后不发生反弹利于其在植物表面的粘附、润湿和铺展从而提高药液的吸收效率从而提高油悬制剂的防治效果。

具体实施方式

[0037] 为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白，本发明用以下具体实施例进行说明，但本发明绝非限于这些例子。以下所述仅为本发明的部分实施例，仅仅用于解释

本发明,并不能因此而理解为对本发明专利保护范围的限制。

[0038] 实施例 1

[0039] 烟嘧磺隆 40kg、聚氧乙烯聚氧丙烯嵌段共聚物 15kg、失水山梨糖醇酐油酸酯 10kg、聚羧酸盐 20kg、凸凹棒土 50kg、聚硅氧烷 1kg、松脂基植物油 864kg。

[0040] 制备方法:

[0041] 1) 把烟嘧磺隆、聚氧乙烯聚氧丙烯嵌段共聚物、失水山梨糖醇酐油酸酯、聚羧酸盐、凸凹棒土、聚硅氧烷、松脂基植物油混合均匀后,置于高速剪切球磨设备中;

[0042] 2) 高速剪切球磨至 90%的粒径小于 $4\mu\text{m}$,形成 4%烟嘧磺隆油悬制剂。

[0043] 对比例 1

[0044] 烟嘧磺隆 40kg、聚氧乙烯聚氧丙烯嵌段共聚物 15kg、失水山梨糖醇酐油酸酯 10kg、聚羧酸盐 20kg、凸凹棒土 50kg、聚硅氧烷 1kg、松脂基植物油 864kg,混合均匀,进入砂磨机砂磨,形成 4%烟嘧磺隆油悬剂。

[0045] 对比例 2

[0046] 烟嘧磺隆 40kg、聚氧乙烯聚氧丙烯嵌段共聚物 15kg、失水山梨糖醇酐油酸酯 10kg、聚羧酸盐 20kg、凸凹棒土 50kg、聚硅氧烷 1kg、大豆油 864kg,混合均匀,进入砂磨机砂磨,形成 4%烟嘧磺隆油悬剂。

[0047] 本实施例的烟嘧磺隆油悬制剂和对比例 1 及 2 的烟嘧磺隆油悬剂技术指标见表 2,从表 2 中可知,采用高速剪切球磨方法制备的本实例烟嘧磺隆油悬剂粒径更小,悬浮率高,并具有优良的热贮存稳定性能,综合性能均优于应用砂磨方法制备的烟嘧磺隆油悬剂和大豆油为载体制备的烟嘧磺隆油悬剂。

[0048] 表 2

[0049]

项 目	实施例 1	对比例 1	对比例 2
分散性	上无油膏、下无沉淀	上无油膏、下无沉淀	上无油膏、下无沉淀
热贮(54℃,14天)	烟嘧磺隆分解率	烟嘧磺隆分解率	烟嘧磺隆分解率
稳定性	2.1%	2.4%	2.9%
冷贮(0℃,7天)	合格	合格	合格
稳定性			
悬浮率	97%	94%	92%
粒径(D90)	3.9 μm	4.4 μm	4.5 μm

[0050] 使用本实例的烟嘧磺隆油悬制剂在玉米 3-4 叶期,稗草 5cm 左右株高时,50ml/亩用量茎叶喷雾,药后 20 天防除效果为 92.6%,而对比例 1 和对比例 2 的烟嘧磺隆油悬剂,按照相同剂量采用同样方法使用,药后 20 天的防除效果分别为 81.8%和 80.2%。本发明实施例烟嘧磺隆油悬制剂对玉米田的稗草防除效果明显好于砂磨方法制备的烟嘧磺隆油悬剂及使用大豆油为载体的烟嘧磺隆油悬剂。

[0051] 实施例 2

[0052] 五氟磺草胺 25kg、聚氧乙烯聚氧丙烯嵌段共聚物 25kg、烷基苯磺酸盐 10kg、聚羧酸盐 20kg、羟乙基纤维素 30kg、聚硅氧烷 2kg、松脂基植物油 888kg。

[0053] 制备方法：

[0054] 1) 把五氟磺草胺、聚氧乙烯聚氧丙烯嵌段共聚物、烷基苯磺酸盐、聚羧酸盐、羟乙基纤维素、聚硅氧烷、松脂基植物油混合均匀后，置于高速剪切球磨设备中；

[0055] 2) 高速剪切球磨至 90% 的粒径小于 $4\mu\text{m}$ ，形成 2.5% 五氟磺草胺油悬制剂。

[0056] 实施例 3

[0057] 烟嘧磺隆 10kg、乙草胺 490kg、脂肪醇聚氧乙烯醚 50kg、山梨醇单油酸脂 20kg、高分子接枝木质素磺酸盐 80kg、聚硅氧烷 1kg、松脂基植物油 349kg

[0058] 制备方法：

[0059] 1) 把烟嘧磺隆、乙草胺、脂肪醇聚氧乙烯醚、山梨醇单油酸脂、高分子接枝木质素磺酸盐、聚硅氧烷、松脂基植物油混合均匀后，置于高速剪切球磨设备中；

[0060] 2) 高速剪切球磨至 90% 的粒径小于 $4\mu\text{m}$ ，形成 50% 烟嘧磺隆乙草胺油悬制剂。

[0061] 实施例 4

[0062] 烟嘧磺隆 20kg、莠去津 180kg、聚氧乙烯聚氧丙烯嵌段共聚物 60kg、松香接枝高分子羧酸盐 20kg、萘和烷基萘磺酸盐甲醛缩合物 30kg、凸凹棒土 20kg、聚硅氧烷 1kg、松脂基植物油 669kg。

[0063] 制备方法：

[0064] 1) 把烟嘧磺隆、莠去津、聚氧乙烯聚氧丙烯嵌段共聚物、松香接枝高分子羧酸盐、萘和烷基萘磺酸盐甲醛缩合物 3、凸凹棒土、聚硅氧烷、松脂基植物油混合均匀后，置于高速剪切球磨设备中；

[0065] 2) 高速剪切球磨至 90% 的粒径小于 $4\mu\text{m}$ ，形成 20% 烟嘧磺隆莠去津油悬制剂。

[0066] 实施例 5

[0067] 烟嘧磺隆 20kg、莠去津 200kg、甲基磺草酮 80kg、聚氧乙烯基烷基酯 50kg、松香接枝高分子羧酸盐 80kg、蒙脱土 20kg、聚硅氧烷 2kg、松脂基植物油 548kg。

[0068] 制备方法：

[0069] 1) 把烟嘧磺隆、莠去津、甲基磺草酮、聚氧乙烯基烷基酯、松香接枝高分子羧酸盐、聚硅氧烷、松脂基植物油混合均匀后，置于高速剪切球磨设备中；

[0070] 2) 高速剪切球磨至 90% 的粒径小于 $4\mu\text{m}$ ，形成 30% 烟嘧磺隆莠去津甲基磺草酮油悬制剂。

[0071] 实施例 6

[0072] 甲基磺草酮 150kg、脂肪醇聚氧乙烯醚 60kg、高分子接枝木质素磺酸盐 30kg、聚羧酸盐 20kg、硅酸镁铝 30kg、聚硅氧烷 1kg、松脂基植物油 709kg。

[0073] 制备方法：

[0074] 1) 把甲基磺草酮、脂肪醇聚氧乙烯醚、高分子接枝木质素磺酸盐、聚羧酸盐、硅酸镁铝、聚硅氧烷、松脂基植物油混合均匀后，置于高速剪切球磨设备中；

[0075] 2) 高速剪切球磨至 90% 的粒径小于 $4\mu\text{m}$ ，形成 15% 甲基磺草酮油悬制剂。

[0076] 实施例 7

[0077] 草甘膦 410kg、聚氧乙烯聚氧丙烯嵌段共聚物 80kg、萘和烷基萘磺酸盐甲醛缩合

物 40kg、聚羧酸盐 20kg、聚硅氧烷 2kg、松脂基植物油 448kg。

[0078] 制备方法：

[0079] 1) 把草甘膦、聚氧乙烯聚氧丙烯嵌段共聚物、萘和烷基萘磺酸盐甲醛缩合物、聚羧酸盐、聚硅氧烷、松脂基植物油混合均匀后，置于高速剪切球磨设备中；

[0080] 2) 高速剪切球磨至 90% 的粒径小于 $4\mu\text{m}$ ，形成 41% 草甘膦油悬制剂。

[0081] 实施例 8

[0082] 草甘膦 220kg、唑草酮 30kg、聚氧乙烯聚氧丙烯嵌段共聚物 40kg、萘和烷基萘磺酸盐甲醛缩合物 30kg、聚羧酸盐 30kg、硅酸镁铝 10kg、聚硅氧烷 2kg、松脂基植物油 668kg。

[0083] 制备方法：

[0084] 1) 把草甘膦、唑草酮、聚氧乙烯聚氧丙烯嵌段共聚物、萘和烷基萘磺酸盐甲醛缩合物、聚羧酸盐、硅酸镁铝、聚硅氧烷、松脂基植物油混合均匀后，置于高速剪切球磨设备中；

[0085] 2) 高速剪切球磨至 90% 的粒径小于 $4\mu\text{m}$ ，形成 25% 草甘膦唑草酮油悬制剂。

[0086] 实施例 9

[0087] 吡蚜酮 250kg、山梨醇聚氧乙醚 100kg、萘和烷基萘磺酸盐甲醛缩合物 10kg、油酸甲基氨基乙基磺酸盐 10kg、硅酸镁铝 15kg、聚硅氧烷 2kg、松脂基植物油 613kg。

[0088] 制备方法：

[0089] 1) 把吡蚜酮、山梨醇聚氧乙醚、萘和烷基萘磺酸盐甲醛缩合物、油酸甲基氨基乙基磺酸盐、硅酸镁铝、聚硅氧烷、松脂基植物油混合均匀后，置于高速剪切球磨设备中；

[0090] 2) 高速剪切球磨至 90% 的粒径小于 $4\mu\text{m}$ ，形成 25% 吡蚜酮油悬制剂。

[0091] 对比例 3

[0092] 吡蚜酮 250kg、山梨醇聚氧乙醚 100kg、萘和烷基萘磺酸盐甲醛缩合物 10kg、油酸甲基氨基乙基磺酸盐 10kg、硅酸镁铝 15kg、聚硅氧烷 2kg、松脂基植物油 613kg，混合均匀，进入砂磨机砂磨，形成 25% 吡蚜酮油悬制剂。

[0093] 对比例 4

[0094] 吡蚜酮 250kg、山梨醇聚氧乙醚 100kg、萘和烷基萘磺酸盐甲醛缩合物 10kg、油酸甲基氨基乙基磺酸盐 10kg、硅酸镁铝 15kg、聚硅氧烷 2kg、玉米油 613kg，混合均匀，进入砂磨机砂磨，形成 25% 吡蚜酮油悬制剂。

[0095] 本实施例的吡蚜酮油悬制剂和对比例 3 及 4 的吡蚜酮油悬剂技术指标见表 3，从表 3 中可知，采用高速剪切球磨方法制备的本实例吡蚜酮油悬剂粒径更小，悬浮率高，并具有优良的热贮存稳定性能，综合性能均优于应用砂磨方法制备的吡蚜酮油悬剂和玉米油为载体制备的吡蚜酮油悬剂。

[0096] 表 3

[0097]

项 目	实施例 1	对比例 1	对比例 2
分 散 性	上无油膏、下无沉淀	上无油膏、下无沉淀	上无油膏、下无沉淀
热贮 (54℃,14 天)	吡蚜酮分解率	吡蚜酮分解率	吡蚜酮分解率
稳 定 性	1.5%	1.8%	2.2%
冷贮 (0℃,7 天)	合 格	合 格	合 格
稳 定 性			
悬 浮 率	96%	93%	91%
粒 径 (D90)	3.8 μ m	4.5 μ m	4.3 μ m

[0098] 使用本实施例的吡蚜酮油悬制剂防治稻飞虱,在稻飞虱 1~2 龄高峰期用药,用量为 6g/亩,采用田间茎叶喷雾,药后 7 天和 15 天防治效果分别为 63.6%、94.2%,而对比例 1 和对比例 2 的吡蚜酮油悬剂,按照相同剂量采用同样方法使用,药后 7 天和 15 天的防除效果分别为 55.8%、87.2%,和 50.5%和 80.7%。本发明实施例吡蚜酮油悬制剂防治稻飞虱的效果明显好于砂磨方法制备的吡蚜酮油悬剂及使用玉米油为载体的吡蚜酮油悬剂。

[0099] 实施例 10

[0100] 螺螨酯 240kg、聚氧乙烯聚氧丙烯嵌段共聚物 80kg、萘和烷基萘磺酸盐甲醛缩合物 30kg、高分子接枝木质素磺酸盐 30kg、凸凹棒土 15kg、聚硅氧烷 1kg、松脂基植物油 604kg。

[0101] 制备方法:

[0102] 1) 把螺螨酯、聚氧乙烯聚氧丙烯嵌段共聚物、萘和烷基萘磺酸盐甲醛缩合物、高分子接枝木质素磺酸盐、凸凹棒土、聚硅氧烷、松脂基植物油混合均匀后,置于高速剪切球磨设备中;

[0103] 2) 高速剪切球磨至 90%的粒径小于 4 μ m,形成 24%螺螨酯油悬制剂。

[0104] 实施例 11

[0105] 阿维菌素 10kg、聚氧乙烯聚氧丙烯嵌段共聚物 30kg、萘和烷基萘磺酸盐甲醛缩合物 40kg、硅酸镁铝 35kg、聚硅氧烷 2kg、松脂基植物油 884kg。

[0106] 制备方法:

[0107] 1) 把阿维菌素、聚氧乙烯聚氧丙烯嵌段共聚物、萘和烷基萘磺酸盐甲醛缩合物、硅酸镁铝、聚硅氧烷、松脂基植物油混合均匀后,置于高速剪切球磨设备中;

[0108] 2) 高速剪切球磨至 90%的粒径小于 4 μ m,形成 1%阿维菌素油悬制剂。

[0109] 实施例 12

[0110] 茚虫威 150kg、脂肪醇聚氧乙烯醚 40kg、萘和烷基萘磺酸盐甲醛缩合物 20kg、松香接枝高分子羧酸盐 30kg、硅酸镁铝 20kg、聚硅氧烷 2kg、松脂基植物油 738kg。

[0111] 制备方法:

[0112] 1) 把茚虫威、脂肪醇聚氧乙烯醚、萘和烷基萘磺酸盐甲醛缩合物、松香接枝高分子羧酸盐、硅酸镁铝、聚硅氧烷、松脂基植物油混合均匀后,置于高速剪切球磨设备中;

[0113] 2) 高速剪切球磨至 90%的粒径小于 4 μ m,形成 15%茚虫威油悬制剂。

[0114] 实施例 13

[0115] 苯醚菌酯 100kg、脂肪醇聚氧乙烯醚 15kg、失水山梨糖醇酐油酸酯 10kg、萘和烷基萘磺酸盐甲醛缩合物 20kg、高分子接枝木质素磺酸盐 10kg、硅酸镁铝 30kg、聚硅氧烷 1kg、松脂基植物油 814kg。

[0116] 制备方法：

[0117] 1) 把苯醚菌酯、脂肪醇聚氧乙烯醚、失水山梨糖醇酐油酸酯、萘和烷基萘磺酸盐甲醛缩合物、高分子接枝木质素磺酸盐、硅酸镁铝、聚硅氧烷、松脂基植物油混合均匀后，置于高速剪切球磨设备中；

[0118] 2) 高速剪切球磨至 90% 的粒径小于 $4\mu\text{m}$ ，形成 10% 苯醚菌酯油悬制剂。

[0119] 实施例 14

[0120] 异菌脲 225kg、脂肪醇聚氧乙烯醚 30kg、萘和烷基萘磺酸盐甲醛缩合物 25kg、聚羧酸盐 30kg、聚硅氧烷 2kg、松脂基植物油 688kg。

[0121] 制备方法：

[0122] 1) 把异菌脲、脂肪醇聚氧乙烯醚、萘和烷基萘磺酸盐甲醛缩合物、聚羧酸盐、聚硅氧烷、松脂基植物油混合均匀后，置于高速剪切球磨设备中；

[0123] 2) 高速剪切球磨至 90% 的粒径小于 $4\mu\text{m}$ ，形成 22.5% 异菌脲油悬制剂。

[0124] 以下给出制备松脂基植物油的实施例。

[0125] 实施例 15

[0126] 将 190kg 乙醇与 10kg 氢氧化钠装入高剪切乳化分散釜，混溶后加入 400kg 松脂和 400kg 小桐子油，开动高剪切乳化分散机组，升温至 60°C 反应 1h，将产物过滤除杂得 880kg 松脂基植物油，取样检测，产品的物理化学性质参见表 4。

[0127] 表 4

[0128]

项 目	指 标
外观	淡黄色透明油状液体
密度 (20°C)，g/mL	0.91
总含量 [*] ，% (质量分数)	96.5
脂肪酸单烷基酯含量，% (质量分数)	48.5
水分，% (质量分数)	0.32
酸值，mg/g	50
闪点 (闭口)， $^{\circ}\text{C}$	80
凝固点， $^{\circ}\text{C}$	-6
注* 指萜烯类与脂肪酸单烷基酯类化合物的总含量。	

[0129] 实施例 16

[0130] 将 180kg 甲醇与 9kg 氢氧化钾装入高剪切乳化分散釜，混溶后加入 350kg 松脂和

450kg 棕榈油, 开动高剪切乳化分散机组, 升温至 65℃ 反应 45min, 将产物过滤除杂得 885kg 松脂基植物油, 取样检测, 产品的物理化学性质参见表 5。

[0131] 实施例 16 松脂基植物油与二甲苯对农药活性组分的溶解度 (g/L, 25℃) 对比见表 6。由表 6 可知, 本实施例松脂基植物油明显提高了农药成分的溶解性能, 与农药相容性好。

[0132] 表 5

[0133]

项 目	指 标
外观	淡黄色透明油状液体
密度 (20℃), g/mL	0.92
总含量*, % (质量分数)	95.8
脂肪酸单烷基酯含量, % (质量分数)	60.5
水分, % (质量分数)	0.28
酸值, mg/g	35
闪点 (闭口), °C	85
凝固点, °C	-5
注* 指萜烯类与脂肪酸单烷基酯类化合物的总含量。	

[0134]

[0135] 表 6

[0136]

原药名称	实施例 15	二甲苯	原药名称	实施例 15	二甲苯
毒死蜱	1520	1600	精喹禾灵	330	320
哒螨灵	340	390	乙草胺	> 1000	> 1000
联苯菊酯	840	830	丁草胺	> 1000	> 1000
啶虫脒	< 5	< 5	马拉硫磷	> 1000	> 1000
吡虫啉	< 5	< 5	炔螨特	> 1000	> 1000
杀扑磷	560	600	丙溴磷	> 1000	> 1000
氯氟氰菊酯	910	890	辛硫磷	> 1000	> 1000

三唑锡	260	10	三唑磷	> 1000	> 1000
甲氰菊酯	1010	1000	三唑酮	240	220
噻螨酮	350	360	丙环唑	> 1000	> 1000
苯丁锡	180	30	戊唑醇	310	290
高效氯氰菊酯	320	315	腈菌唑	270	250

[0137] 实施例 17

[0138] 将 200kg 丁醇与 9.5kg 氢氧化钾装入高剪切乳化分散釜, 混溶后加入 200kg 松脂和 800kg 棉籽油, 开动高剪切乳化分散机组, 升温至 70℃ 反应 30min, 将产物过滤除杂得 1095kg 松脂基植物油, 取样检测, 产品的物理化学性质参见表 7。

[0139] 表 7

[0140]

项 目	指 标
外观	淡黄色透明油状液体
密度 (20℃), g/mL	0.89
总含量*, % (质量分数)	96.7
脂肪酸单烷基酯含量, % (质量分数)	42.0
水分, % (质量分数)	0.25
酸值, mg/g	45
闪点 (闭口), °C	75
凝固点, °C	-6
注* 指萜烯类与脂肪酸单烷基酯类化合物的总含量。	

[0141] 实施例 18

[0142] 将 100kg 乙醇、90kg 甲醇与 10kg 氢氧化钠装入高剪切乳化分散釜, 混溶后加入 300kg 松脂和 500kg 椰子油, 开动高剪切乳化分散机组, 升温至 65℃ 反应 1h, 将产物过滤除杂得 870kg 松脂基植物油, 取样检测, 产品的物理化学性质参见表 8。

[0143] 表 8

[0144]

项 目	指 标
外观	淡黄色透明油状液体
密度 (20℃), g/mL	0.88
总含量*, % (质量分数)	95.8
脂肪酸单烷基酯含量, % (质量分数)	38.0
水分, % (质量分数)	0.31
酸值, mg/g	40
闪点 (闭口), °C	83
冷凝点, °C	-7
注* 指萜烯类与脂肪酸单烷基酯类化合物的总含量。	

[0145] 实施例 19

[0146] 将 80kg 辛醇、90kg 甲醇与 8.5kg 氢氧化钾装入高剪切乳化分散釜, 混溶后加入 250kg 松脂和 650kg 大豆油, 开动高剪切乳化分散机组, 升温至 50℃ 反应 1h, 将产物过滤除杂得 960kg 松脂基植物油, 取样检测, 产品的物理化学性质参见表 9。

[0147] 表 9

[0148]

项 目	指 标
外观	淡黄色透明油状液体
密度 (20℃), g/mL	0.87
总含量*, % (质量分数)	96.2
脂肪酸单烷基酯含量, % (质量分数)	69.5
水分, % (质量分数)	0.27
酸值, mg/g	33
闪点 (闭口), °C	87
冷凝点, °C	-8
注* 指萜烯类与脂肪酸单烷基酯类化合物的总含量。	

[0149] 实施例 20 : 将 140kg 乙醇、50kg 辛醇与 9.5kg 氢氧化钠装入高剪切乳化分散釜, 混溶后加入 300kg 松脂和 500kg 菜籽油, 开动高剪切乳化分散机组, 升温至 70℃ 反应 50min, 将产物过滤除杂得 870kg 松脂基植物油, 取样检测, 产品的物理化学性质参见表 10。

[0150] 表 10

[0151]

项 目	指 标
外观	淡黄色透明油状液体
密度 (20℃), g/mL	0.90
总含量*, % (质量分数)	96.7
脂肪酸单烷基酯含量, % (质量分数)	32.4
水分, % (质量分数)	0.21
酸值, mg/g	52
闪点 (闭口), °C	76
凝固点, °C	-6
注* 指萜烯类与脂肪酸单烷基酯类化合物的总含量。	

[0152] 实施例 21

[0153] 将 230kg 甲醇与 10kg 氢氧化钠装入高剪切乳化分散釜, 混溶后加入 400kg 松脂和 400kg 小桐子油, 开动高剪切乳化分散机组, 升温至 60℃ 反应 1h, 将产物过滤除杂得 890kg 松脂基植物油, 取样检测, 产品的物理化学性质参见表 11。

[0154] 表 11

[0155]

项 目	指 标
外观	淡黄色透明油状液体
密度 (20℃), g/mL	0.90
总含量*, % (质量分数)	96.6
脂肪酸单烷基酯含量, % (质量分数)	48.0
水分, % (质量分数)	0.26
酸值, mg/g	48
闪点 (闭口), °C	78
凝固点, °C	7
注* 指萜烯类与脂肪酸单烷基酯类化合物的总含量。	

[0156] 实施例 22

[0157] 将 72kg 甲醇与 8kg 氢氧化钾装入高剪切乳化分散釜, 混溶后加入 300kg 松脂和 500kg 棕榈油, 开动高剪切乳化分散机组, 升温至 70℃ 反应 55min, 将产物过滤除杂得 830kg 松脂基植物油, 取样检测, 产品的物理化学性质参见表 12。

[0158] 表 12

[0159]

项 目	指 标
外观	淡黄色透明油状液体
密度 (20℃), g/mL	0.90
总含量*, % (质量分数)	95.1
脂肪酸单烷基酯含量, % (质量分数)	62.4
水分, % (质量分数)	0.24
酸值, mg/g	42
闪点 (闭口), °C	83
凝固点, °C	-6
注* 指萜烯类与脂肪酸单烷基酯类化合物的总含量。	