



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101785455 B

(45) 授权公告日 2013. 03. 06

(21) 申请号 201010109216. 3

A01N 41/10(2006. 01)

(22) 申请日 2010. 02. 05

A01N 43/70(2006. 01)

(73) 专利权人 深圳诺普信农化股份有限公司

A01P 7/00(2006. 01)

地址 518102 广东省深圳市宝安区西乡水库路 113 号

A01P 3/00(2006. 01)

A01P 13/00(2006. 01)

(72) 发明人 林雨佳 谢晔 赵军 刘立拴
曹明章 王新军 孔建

(56) 对比文件

US 5411932 A, 1995. 05. 02, 1-15.

US 6831041 B2, 2004. 12. 14, 权利要求 1-7, 实施例 1-23, 第 8 栏第 38-47 行, 第 4 栏第 56 行至第 5 栏第 49 行.

(74) 专利代理机构 深圳中一专利商标事务所
44237

CN 101310599 A, 2008. 11. 26, 实施例 1.

代理人 张全文

审查员 杨明

(51) Int. Cl.

A01N 25/04(2006. 01)

A01N 47/40(2006. 01)

A01N 51/00(2006. 01)

A01N 43/56(2006. 01)

A01N 43/40(2006. 01)

A01N 37/50(2006. 01)

A01N 47/24(2006. 01)

A01N 43/653(2006. 01)

A01N 43/90(2006. 01)

A01N 39/04(2006. 01)

权利要求书 2 页 说明书 8 页

(54) 发明名称

一种农药油悬剂及其制备方法

(57) 摘要

本发明提供了一种农药油悬剂及其制备方法,该农药油悬剂包含农药活性成分、乳化剂、消泡剂之外,还包含有分散介质,该分散介质为油酸甲酯或油酸甲酯与植物油的混合物。制备农药油悬剂的方法是按配方将分散介质与乳化剂混合乳化;再加入其余组分混合成浆状物;将浆状物通过砂磨机经砂磨制得油悬剂。本发明农药油悬剂平均粒径小、分散稳定性高,在植物叶片上具有良好的展着性、渗透性,提高了产品的药效;农药油悬剂的制备方法工艺简单、成本低,便于工业化生产,具有广阔的生产应用前景。

1. 一种农药油悬剂,包含农药活性成分、乳化剂、消泡剂,其特征在于:还包含有分散介质,该分散介质为油酸甲酯或油酸甲酯与植物油的混合物,所述的农药活性成分是杀虫剂、杀菌剂一种或几种;所述的乳化剂是离子表面活性剂或/和非离子表面活性剂,所述的杀虫剂是多杀菌素、阿维菌素、甲氨基阿维菌素苯甲酸盐、高效氯氟氰菊酯、高效氯氰菊酯、虫螨腈、氟啶脲、丁醚脲、虱螨脲、噻虫啉、氯虫苯甲酰胺、氟虫酰胺、噻虫胺、噻虫嗪、丁烯氟虫腈中的一种或几种;所述的杀菌剂是吡唑醚菌酯、醚菌酯、啞菌酯、啞烯菌胺、氟环唑、苯醚甲环唑中的一种或几种;所述的离子表面活性剂是二烷基琥珀酸磺酸盐类、脂肪醇磷酸酯盐类中的一种或几种;所述的非离子表面活性剂是EO/PO嵌段共聚物、多苯乙烯基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚、多苯乙烯基酚聚氧乙烯醚类、聚甘油脂肪酸酯、蓖麻油环氧乙烷加成物、失水山梨醇脂肪酸酯类中的一种或几种。

2. 如权利要求1所述的农药油悬剂,其特征在于:所述的植物油为玉米油、大豆油、葵花籽油、菜籽油、橄榄油中的一种或几种。

3. 如权利要求1所述的农药油悬剂,其特征在于:该农药油悬剂包含的组分重量百分比为:

农药活性成分	1% ~ 35%
乳化剂	5% ~ 30%
消泡剂	0.05% ~ 0.5%
分散介质	平衡至 100%。

4. 如权利要求3所述的农药油悬剂,其特征在于:所述的农药油悬剂包含的组分重量百分比为:

农药活性成分	1% ~ 35%
乳化剂	10% ~ 25%
消泡剂	0.2% ~ 0.4%
分散介质	平衡至 100%。

5. 如权利要1所述的农药油悬剂,其特征在于:该农药油悬剂还包含有功能性助剂,其含量 x 占农药油悬剂总重量的 $0 < x \leq 6\%$;

所述的功能性助剂是支链脂肪醇聚氧乙烯醚类、直链脂肪醇聚氧乙烯醚类、渗透剂TX、二辛基丁二酸磺酸盐类中的一种或几种。

6. 如权利要1所述的农药油悬剂,其特征在于:该农药油悬剂还包含有惰性填料,其含量 y 占农药油悬剂总重量的 $0 < y \leq 7\%$;

所述的惰性填料是气相或沉淀二氧化硅、硅酸铝镁和膨润土中的一种或几种。

7. 如权利要1所述的农药油悬剂,其特征在于:该农药油悬剂还包含有抗氧化剂,其含量 z 占农药油悬剂总重量的 $0 < z \leq 4\%$;

所述的抗氧化剂是二丁基羟基甲苯、丁基羟基茴香醚、特丁基对苯二酚、没食子酸丙酯

中的一种或几种。

8. 一种如权利要求 1 至 7 任一项所述的农药油悬剂的制备方法,该方法包括如下步骤:

将分散介质与乳化剂混合乳化;再

加入其余组分混合成浆状物;

将浆状物通过砂磨机经砂磨制得油悬剂。

一种农药油悬剂及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于农药制剂领域,尤其涉及一种农药油悬剂及其制备方法。

背景技术

[0002] 农药油悬剂是指以油为分散介质,将农药原药和各种助剂(乳化剂、功能性助剂、惰性填料等)经湿法超微粉碎得到的高分散、稳定的农药制剂。农药油悬剂兼有可湿性粉剂、水悬剂和乳油的优点,在药效方面,油悬剂除草剂效果优于可湿性粉剂、水悬剂,杀虫剂和杀菌剂效果则与乳油相近。农药油悬剂以油为分散介质使其具有绿色环保、价格低廉的特点,同时减少了大量有机溶剂的使用,生产过程安全、无污染。而且,油悬剂可与水以任意比例混合,使用方便,稀释后能达到较大的覆盖率。

[0003] 但是,油悬剂是一种热力学不稳定体系,随着时间推移,最终不可避免会出现结底、浮油、分层等变化。因此,必须通过选择合适助剂和加工方法推迟这一过程,从而使其达到一定的贮贮时间(一般要求达到两年左右,检测方法法是在54℃情况下热贮14天,0℃情况冷贮7天后观察状态变化,若无明显变化则基本可保障其两年的稳定性)。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于,提供一种性能稳定、适用广泛的农药油悬剂。

[0005] 本发明的另一目的在于,提供一种制备工艺简单、成本低,便于工业化生产的农药油悬剂的制备方法。

[0006] 本发明实现上述技术效果所采取的技术方案是:一种农药油悬剂,包含农药活性成分、乳化剂、消泡剂,还包含有分散介质,该分散介质为油酸甲酯或油酸甲酯与植物油的混合物。

[0007] 以及,一种农药油悬剂的制备方法,该方法包括如下步骤:

[0008] 按上述的配方将分散介质与乳化剂混合乳化;再

[0009] 加入农药活性成分、功能性助剂、惰性填料、消泡剂、抗氧化剂混合成浆状物;

[0010] 将浆状物通过砂磨机经砂磨制得油悬剂。

[0011] 由于上述的农药油悬剂采用合适的乳化剂,使制得的油悬剂平均粒径小(在2~5微米,D90小于12微米),产品分散稳定性高(用CIPAC MT 180法测量),两年内常温存放析油量少;同时,分散介质使得本油悬剂在植物叶片上较常规的农药制剂展现出更为良好的展着性、渗透性,提高了产品的药效;农药活性成分的存在,使得本油悬剂相对于其它农药制剂展现出更加优良的防治效果。在农药油悬剂的制备方法中,按配方将各组分进行混合后直接砂磨即可得成品,从而使得制备工艺简单、成本低,便于工业化生产,具有广阔的生产应用前景。

具体实施方式

[0012] 为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白,以下结合实施例,对本发明

进行进一步详细说明。应当理解,此处所描述的具体实施例仅仅用以解释本发明,并不用于限定本发明。

[0013] 本发明实施例提供的一种农药油悬剂,包含农药活性成分、乳化剂、消泡剂,还包含有分散介质,该分散介质为油酸甲酯或油酸甲酯与植物油的混合物。其中,植物油优选为玉米油、大豆油、葵花籽油、菜籽油、橄榄油中的一种或几种的组合。当分散介质为油酸甲酯与植物油的混合物时,植物油的含量 m 占农药油悬剂总重量的 $0 < m \leq 35\%$, 优选 $0 < m \leq 30\%$ 。

[0014] 上述的农药油悬剂包含的组分重量百分比为:

[0015] 农药活性成分 1%~35%

[0016] 乳化剂 5%~30%

[0017] 消泡剂 0.05%~0.5%

[0018] 分散介质 平衡至 100%。

[0019] 上述的农药油悬剂包含的组分重量百分比优选为:

[0020] 农药活性成分 1%~35%

[0021] 乳化剂 10%~25%

[0022] 消泡剂 0.2%~0.4%

[0023] 分散介质 平衡至 100%。

[0024] 上述的农药活性成分优选为杀虫剂、杀菌剂、除草剂中的一种或几种。其中,杀虫剂优选为多杀菌素、阿维菌素、甲氨基阿维菌素苯甲酸盐、高效氯氟氰菊酯、高效氯氰菊酯、虫螨腈、氟啶脲、丁醚脲、虱螨脲、噻虫啉、氯虫苯甲酰胺、氟虫酰胺、噻虫胺、噻虫嗪、丁烯氟虫腈中的一种或几种;杀菌剂优选为吡唑醚菌酯、醚菌酯、啞菌酯、啞烯菌胺、氟环唑、苯醚甲环唑中的一种或几种;除草剂优选为烟嘧磺隆、莠去津、甲基磺草酮、五氟磺草胺、双氟磺草胺、氰氟草酯、二氯喹啉酸、炔草酸、苄嘧磺隆中的一种或几种。

[0025] 上述的乳化剂优选为离子表面活性剂或 / 和非离子表面活性剂。其中,离子表面活性剂优选为二烷基琥珀酸磺酸盐类、烷基苯磺酸盐类、脂肪醇磷酸酯盐类、木质素磺酸盐类中的一种或几种;非离子表面活性剂优选为 EO/PO 嵌段共聚物、多苯乙炔基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚、多苯乙炔基酚聚氧乙烯醚类、聚甘油脂肪酸酯、壬基酚聚氧乙烯醚、蓖麻油环氧乙烷加成物、失水山梨醇脂肪酸酯类中的一种或几种。

[0026] 上述的消泡剂优选为聚烷基硅环氧乙烷类、矿物油类、醇类中的一种或几种。

[0027] 进一步,本发明上述实施例中的农药油悬剂还可包含有功能性助剂,其含量 x 占农药油悬剂总重量的 $0 < x \leq 6\%$, 优选 $2\% \leq x \leq 5\%$ 。该功能性助剂优选为支链脂肪醇聚氧乙烯醚类、直链脂肪醇聚氧乙烯醚类、渗透剂 TX、二辛基丁二酸磺酸盐类中的一种或几种。

[0028] 进一步,本发明上述实施例中的农药油悬剂还可包含有惰性填料,其含量 y 占农药油悬剂总重量的 $0 < y \leq 7\%$, 优选 $2\% \leq y \leq 5\%$ 。该惰性填料优选为气相或沉淀二氧化硅、硅酸铝镁和膨润土中的一种或几种。

[0029] 更进一步,本发明上述实施例中的农药油悬剂还可包含有抗氧化剂,其含量 z 占农药油悬剂总重量的 $0 < z \leq 4\%$, 优选 $0 < z \leq 3\%$ 。该抗氧化剂优选为二丁基羟基甲苯、丁基羟基茴香醚、特丁基对苯二酚、没食子酸丙酯中的一种或几种。

[0030] 上述技术方案由于采用合适的乳化剂,同时配方中还可根据实际生产需要添加功能性助剂(指具有渗透、展着或降低表面张力等作用的助剂),从而制得的油悬剂平均粒径小(在2~5微米,D90小于12微米),产品分散稳定性高(用CIPAC MT 180法测量),两年内常温存放析油量少;更进一步,由于本制剂优选以油酸甲酯或油酸甲酯和植物油的混合物为分散介质,同时根据实际生产需要辅以相应的功能性助剂,在植物叶片上较常规的农药制剂展现出更为良好的展着性、渗透性,提高了产品的药效;农药活性成分的存在,使得本油悬剂相对于其它农药制剂展现出更加优良的防治效果。

[0031] 与此同时,本发明还提供上述实施例中农药油悬剂的制备方法,该方法包括如下步骤:

[0032] 按上述实施例中的配方将分散介质与乳化剂混合乳化;再

[0033] 加入农药活性成分、功能性助剂、惰性填料、消泡剂、抗氧化剂混合成浆状物;

[0034] 将浆状物通过砂磨机经砂磨制得油悬剂。

[0035] 上述的功能性助剂也可以和分散介质、乳化剂一起加入,经混合乳化后在加入其它组分。该实施例中农药油悬剂制备方法工艺中相关的时间、温度、湿度均没有严格限制,可以根据不同生产需求做灵活调整,并不影响最终产品的各项性能

[0036] 通过上述农药油悬剂的制备方法工艺制得的油悬浮剂为外观粘稠均相的液体,该油悬浮剂的粒径经激光粒度分布仪(推荐使用马尔文激光粒度分布仪)测定,其平均粒径在2~5微米,D90小于12微米。

[0037] 在上述的农药油悬剂的制备方法中,按配方将各组分进行混合后直接砂磨即可得成品,从而使得制备工艺简单、成本低,便于工业化生产,具有广阔的生产应用前景。

[0038] 本发明农药油悬剂油悬剂用水稀释后喷雾于靶标上,喷雾的液滴紧紧黏附在植株上,油和特殊的助剂包裹了活性成分粒子并在叶片表面上伸展,防止液滴反弹或者叶面流失而造成活性成分损失,达到最优的覆盖率和渗透率,使活性成分迅速渗透叶片表皮的蜡质层,增强活性成分的传导,活性成分能够随水分均匀分布在植株体内,提高了药效。再由于杰出的抗雨淋性,使用时限宽广,使用中及施用后几乎不受气候条件的影响,效果更快、更可靠、更持效。

[0039] 油酸甲酯是一种淡黄色透明油状液体,由甲醇和油酸酯化而得,用途广泛。油酸甲酯是去垢剂、乳化剂、润湿剂及稳定剂的中间体,可用作表面活性基础原料、皮革添加剂、石油勘探无荧光泥浆润滑剂,也可用作塑料增塑剂、抗水剂、树脂的韧化剂。因其价格低廉、渗透性强且粘度较低,因此我们尝试将其作为农药油悬剂的分散介质。常用油悬剂的分散介质有植物油(如大豆油、菜籽油、棉籽油、蓖麻仁油、松节油、浓缩蔬菜油、向日葵油等)、矿物油(石蜡系油的Essobayol、Kawasol、甲基萘高级脂肪烃油等)及其混合溶剂因为粘度的原因,无法制备较高含量的油悬剂,而油酸甲酯在这方面有独特优势。

[0040] 实施例1

[0041] 24%噻虫啉油悬剂

[0042] 在150mL的烧杯内加入4克壬基酚聚氧乙烯醚、4克蓖麻油环氧乙烷加成物、5克聚甘油脂肪酸酯、2克JFC(脂肪醇聚氧乙烯醚)和55.4克油酸甲酯。经混合、乳化后,烧杯内再加入25.3克含量95%的噻虫啉原药、0.3克有机硅消泡剂、4克膨润土,搅拌使烧杯中物料成均匀的浆料物,将此浆料物倒入内有砂磨珠的实验室用0.1L立式小砂磨机,连续砂

磨 1 ~ 1.5 小时,得到油悬剂样品。样品在常温下用马尔文激光粒度分布仪检测粒径,测得粒径 D102. 174 μm , D504. 115 μm , D906. 502 μm 。样品经 0 $^{\circ}\text{C}$ 冷贮 7 天,54 $^{\circ}\text{C}$ 热贮 14 天,样品无结底,析油率为 3%。

[0043] 实施例 2

[0044] 30%噻虫嗪 * 氯虫苯甲酰胺油悬剂

[0045] 在 2000mL 的烧杯内加入 461 克油酸甲酯、70 克聚氧乙烯失水山梨醇油酸酯、50 克烷基芳基磺酸钙、60 克单支链烷基醇聚氧乙烯醚 (15E0) 和 30 克 2- 乙基 - 己基聚氧乙烯醚,经混合、乳化后,烧杯内再加入 158 克含量 95%噻虫嗪、158 克含量 95%氯虫苯甲酰胺、10 克白炭黑、3 克有机硅消泡剂,搅拌使烧杯中物料成均匀的浆料物,将此浆料物连续通入卧式砂磨机 (DYN0-mill 实验室用砂磨机) 中,循环砂磨 3 次制得样品。样品在常温下用马尔文激光粒度分布仪检测粒径 D102. 074 μm , D504. 315 μm , D906. 736 μm 。样品常温悬浮率为 96%,样品经 0 $^{\circ}\text{C}$ 冷贮 7 天,54 $^{\circ}\text{C}$ 热贮 14 天,样品无结底,析油率为 3.5%。

[0046] 实施例 3

[0047] 25%醚菌酯 * 啶酰菌胺油悬剂

[0048] 在 150mL 的烧杯内加入 43.3 克油酸甲酯、5 克壬基酚聚氧乙烯醚、5 克蓖麻油环氧乙烷加成物、15 克聚甘油脂肪酸酯的混合物以及 2 克 2- 乙基 - 己基聚氧乙烯醚,经混合、乳化后,烧杯内再加 10.5 克含量 96%醚菌酯、16.9 克含量 95%啶酰菌胺、1 克沉淀法白炭黑、1 克膨润土、0.3 克有机硅消泡剂,搅拌使烧杯中物料成均匀的浆料物,将此浆料物倒入内有玻璃珠的实验室用 0.1L 立式小砂磨机,连续砂磨 1 ~ 1.5 小时,得到油悬剂样品。样品在常温下用马尔文激光粒度分布仪检测粒径,测得粒径 D102. 567 μm , D504. 615 μm , D907. 108 μm 。样品经 0 $^{\circ}\text{C}$ 冷贮 7 天,54 $^{\circ}\text{C}$ 热贮 14 天,样品无结底,析油率为 4%。

[0049] 实施例 4

[0050] 18.5%吡唑醚菌酯 * 氟环唑油悬剂

[0051] 在 150mL 的烧杯内加入 58 克油酸甲酯、5 克二辛基丁二酸磺酸钠、5 克失水山梨醇单月桂酸酯、5 克蓖麻油环氧乙烷加成物的混合物以及 3 克渗透剂 TX,经混合、乳化后,烧杯内再加 14.3 克含量 95%吡唑醚菌酯、5.3 克含量 95%氟环唑、2 克膨润土、2 克白炭黑、0.4 克有机硅消泡剂。搅拌使烧杯中物料成均匀的浆料物,将此浆料物倒入内有玻璃珠的实验室用 0.1L 立式小砂磨机,连续砂磨 1 ~ 1.5 小时,得到油悬剂样品。样品在常温下用马尔文激光粒度分布仪检测粒径,测得粒径 D10 1. 869 μm , D50 4. 205 μm , D90 6. 208 μm 。样品经 0 $^{\circ}\text{C}$ 冷贮 7 天,54 $^{\circ}\text{C}$ 热贮 14 天,样品无结底,析油率为 4.6%。

[0052] 实施例 5

[0053] 12%五氟磺草胺 * 氰氟草酯油悬剂

[0054] 在 150mL 的烧杯内加入 38.4 克油酸甲酯、20 克玉米油、6 克聚氧乙烯失水山梨醇油酸酯、6 克烷基芳基磺酸钙、6 克单支链烷基醇聚氧乙烯醚 (15E0) 以及 4 克 JFC(脂肪醇聚氧乙烯醚),经混合、乳化后,烧杯内再加入 10.6 克含量 95%五氟磺草胺、2.1 克含量 96%氰氟草酯、2.5 克膨润土、2 克白炭黑、0.4 克有机硅消泡剂、2 克抗氧化剂 BHA,搅拌使烧杯中物料成均匀的浆料物,将此浆料物倒入内有玻璃珠的实验室用 0.1L 立式小砂磨机,连续砂磨 1 ~ 1.5 小时,得到油悬剂样品。样品在常温下用马尔文激光粒度分布仪检测粒径,测得粒径 D10 1. 799 μm , D50 4. 009 μm , D90 6. 108 μm 。样品经 0 $^{\circ}\text{C}$ 冷贮 7 天,54 $^{\circ}\text{C}$ 热贮 14 天,

样品无结底,析油率为 4.8%。

[0055] 实施例 6

[0056] 30%甲基磺草酮·莠去津悬浮剂

[0057] 在 2000mL 的烧杯内加入 462 克油酸甲酯、70 克 Pluronic PE 10500 (EO/PO 嵌段共聚物, BASF 产品)、60 克烷基芳基磺酸钙、60 克单支链烷基醇聚氧乙烯醚 (15EO) 以及 30 克渗透剂 TX, 经混合、乳化后, 烧杯内再加入 85 克含量 95% 甲基磺草酮、230 克含量 95% 莠去津、3 克有机硅消泡剂, 搅拌使烧杯中物料成均匀的浆料物, 将此浆料物连续通入卧式砂磨机 (DYN0-mill 实验室用砂磨机) 中, 循环砂磨 3 次得到油悬剂样品。样品在常温下用马尔文激光粒度分布仪检测粒径 D10 2.176 μm , D50 4.521 μm , D90 6.927 μm 。样品经 0°C 冷贮 7 天, 54°C 热贮 14 天, 样品无结底, 析油率为 3.8%。

[0058] 实施例 7

[0059] 18%噻虫啉油悬剂

[0060] 在 150mL 的烧杯内加入 62.8 克油酸甲酯和 8 克蓖麻油环氧乙烷加成物、5 克聚甘油脂肪酸酯、5 克烷基芳基磺酸钙。经混合、乳化后, 加入 18.95 克含量 95% 的噻虫啉原药和 0.25 克有机硅消泡剂, 搅拌使烧杯中物料成均匀的浆料物, 将此浆料物倒入内有砂磨珠的实验室用 0.1L 立式小砂磨机, 连续砂磨 1~1.5 小时, 得到油悬剂样品。样品在常温下用马尔文激光粒度分布仪检测粒径, 测得粒径 D10 2.034 μm , D50 4.315 μm , D90 6.462 μm 。样品经 0°C 冷贮 7 天, 54°C 热贮 14 天, 样品无结底, 析油率为 3.7%。

[0061] 实施例 8

[0062] 1%噻虫啉油悬剂

[0063] 在 150mL 的烧杯内加入 93.45 克油酸甲酯和 3 克聚甘油脂肪酸酯、2 克烷基芳基磺酸钙, 经混合、乳化后, 加入 1.05 克含量 95% 的噻虫啉原药, 0.5 克有机硅消泡剂, 搅拌使烧杯中物料成均匀的浆料物, 将此浆料物倒入内有砂磨珠的实验室用 0.1L 立式小砂磨机, 连续砂磨 1~1.5 小时, 得到油悬剂样品。样品在常温下用马尔文激光粒度分布仪检测粒径, 测得粒径 D101.832 μm , D503.018 μm , D905.942 μm 。样品经 0°C 冷贮 7 天, 54°C 热贮 14 天, 样品无结底, 析油率为 4.1%。

[0064] 实施例 9

[0065] 35%噻虫啉油悬剂

[0066] 在 150mL 的烧杯内加入 33.10 克油酸甲酯和 17 克聚甘油脂肪酸酯、13 克烷基芳基磺酸钙, 经混合、乳化后, 加入 36.85 克含量 95% 的噻虫啉原药, 0.05 克有机硅消泡剂, 搅拌使烧杯中物料成均匀的浆料物, 将此浆料物倒入内有砂磨珠的实验室用 0.1L 立式小砂磨机, 连续砂磨 1~1.5 小时, 得到油悬剂样品。样品在常温下用马尔文激光粒度分布仪检测粒径, 测得粒径 D10 2.013 μm , D504.512 μm , D906.632 μm 。样品经 0°C 冷贮 7 天, 54°C 热贮 14 天, 样品无结底, 析油率为 3.6%。

[0067] 对比例 1

[0068] 按照实施例 1、3、6 中操作步骤及配方, 仅将油酸甲酯替换为玉米油或大豆油或菜籽油, 砂磨完成后, 砂磨机中粘稠液体与砂磨珠混成一团, 仅少量能从砂磨机中倒出。不符合生产需要。

[0069] 对比例 2

[0070] 24%噻虫啉水悬剂

[0071] 在 150mL 烧杯内加入 3 克木质素磺酸盐,3 克支链烷基聚乙烯醚,5 克乙二醇,0.4 克异辛醇,2 克羟乙基纤维素,3 克膨润土,2 克磷酸,56.3 克水。搅拌使杯中表面活性剂完全溶解于水中,然后再加入 25.3 克含量 95%的噻虫啉原药,再搅拌使杯中物料分布均匀,倒入实验室用的立式 200mL 的小砂磨机内砂磨 2 小时。制得的悬浮剂样品经马尔文激光粒度分布仪检测,测得样品常温的粒径: D10 1.123 μm , D50 2.034 μm , D90 4.021 μm 。制剂常温悬浮率 98.7%。

[0072] 对比例 3

[0073] 25%醚菌酯·啶酰菌胺水悬剂

[0074] 在 150mL 烧杯内加入 3 克乙氧基化多苯乙烯基硫酸盐分散剂,1.5 克 NP-10(壬基酚聚氧乙烯醚),3 克支链烷基聚乙烯醚,0.4 克有机硅消泡剂,5 克乙二醇,0.2 克黄原胶,59.5 克水。搅拌使杯中表面活性剂完全溶解于水中,然后再加入 10.5 克含量 96%醚菌酯、16.9 克含量 95%啶酰菌胺,再搅拌使杯中物料成均匀的浆料,倒入实验室用的立式 200ml 的小砂磨机内砂磨 2 小时。制得的悬浮剂样品经马尔文激光粒度分布仪检测,测得样品常温的粒径: D10 1.720 μm , D50 2.445 μm , D90 3.865 μm 。制剂常温悬浮率 98.9%。

[0075] 对比例 4

[0076] 30%甲基磺草酮·莠去津水悬剂

[0077] 在 2000mL 的烧杯内加入 30 克分散剂 N0(双丁基萘磺酸钠甲醛缩合物),20 克农乳 1601*,20 克 NP-10,30 克 JFC,10 克没食子酸丙酯,50 克乙二醇,4 克有机硅消泡剂,0.1 克苯甲酸钠,10 克磷酸,0.2 克黄原胶,510.7 克水。搅拌使烧杯中表面活性剂完全溶解于水中,然后加入 85 克含量 95%甲基磺草酮、230 克含量 95%莠去津,再搅拌使杯中的物料最终成浆料物,此浆料物连续通入卧式砂磨机(DYNO-mill 实验室用砂磨机)中,循环砂磨 3 次得悬浮剂样品。样品在常温下用马尔文激光粒度分布仪检测粒径,测得粒径 D10 1.762 μm , D50 3.204 μm , D90 4.441 μm 。样品常温悬浮率为 97.2%。

[0078] 药效对比实验

[0079] 油酸甲酯型油悬剂与相应常规农药水悬剂制品的药效对比实验结果如下:

[0080] 1) 防治棉花蚜虫田间试验:

[0081] 在棉花蚜虫孵化盛期施药,分别在药后 7 天、15 天、20 天调查虫口减退率。试验结果表明噻虫啉油悬剂防治棉花蚜虫田间效果优于同等剂量使用下的噻虫啉水悬剂防治效果。试验结果参见表 1:

[0082] 表 1:噻虫啉悬浮剂防治棉花蚜虫田间药效试验结果:

[0083]

药剂及浓度	7天虫口	15天虫口	20天虫口
	减退率(%)	减退率(%)	减退率(%)
实施例1所得制剂 25ppm	91.4	86.4	82.3
对比例2所得制剂 25ppm	87.3	84.2	76.4
CK值	-4.4	-6.8	-8.7

[0084] 2) 防治黄瓜白粉病田间试验：

[0085] 选择黄瓜白粉病发病一致的黄瓜，将醚菌酯·啶酰菌胺悬浮剂兑水稀释 2000 倍喷雾，15 天后调查防治效果。试验结果表明醚菌酯·啶酰菌胺油悬剂防治黄瓜白粉病田间效果优于同等剂量使用下的醚菌酯·啶酰菌胺水悬剂防治效果。试验结果参见表 2：

[0086] 表 2：醚菌酯·啶酰菌胺悬浮剂防治黄瓜白粉病田间药效试验结果：

[0087] 药剂及稀释倍数 15 天后防治效果(%)

[0088] 实施例 3 中所得制剂稀释 2000 倍 84.3

[0089] 对比例 3 中所得制剂稀释 2000 倍 79.4

[0090] 3) 防治马唐、牛筋草、藜、马齿苋田间试验：

[0091] 采用土壤喷雾处理法测定甲基磺草酮·莠去津悬浮剂对马唐、牛筋草、藜、马齿苋的防治效果，试验采用玉米田常见的 4 种杂草，2 种禾本科杂草：马唐 (*Digitaria sanguinalis*(L.) Scop)，牛筋草 (*Eleusine indica*)；2 种阔叶杂草：马齿苋 (*Portulaca oleracea* L)，藜 (*Chenopodium album*) 均为试验田内生长的敏感杂草采集的种子。试验结果见表 3。

[0092] 表 3 采用土壤喷雾处理法对甲基磺草酮·莠去津悬浮剂对马唐、牛筋草、藜、马齿苋的试验结果

[0093]

试验药剂	药剂浓度	药后 21 天鲜重防效				
	ppm	马唐	牛筋草	藜	马齿苋	实际防效 (E)
实施例 6	0	0	0	0	0	0
	200	43.65	41.29	42.23	43.56	42.68
	300	62.36	61.68	61.54	62.96	62.14
	400	78.36	78.68	76.54	77.96	77.89
	500	97.46	89.18	89.44	88.17	91.06
对比例 4	0	0	0	0	0	0.00
	200	31.32	32.83	32.13	32.32	32.15
	300	53.65	51.29	52.23	53.56	52.68
	400	62.36	61.68	61.54	65.96	62.89
	500	79.36	8.68	81.54	81.96	82.89

[0094] 由药效对比实验可知,无论杀虫剂、杀菌剂还是除草剂,油酸甲酯作为分散介质的油悬剂在药效上对于相应的水悬剂均有一定的优势。

[0095] 实验结果证明所得制剂不仅分散稳定性高而且由于其独特的渗透作用,相对于其它农药制剂展现出更加优良的防治效果。

[0096] 以上所述仅为本发明的较佳实施例,并不用以限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内所作的任何修改、等同替换和改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。