



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107739326 A

(43)申请公布日 2018.02.27

(21)申请号 201710951706.X

(22)申请日 2017.10.13

(71)申请人 重庆农药化工(集团)有限公司

地址 401220 重庆市长寿区重化工园区化
南路四支路3号

(72)发明人 程茂

(74)专利代理机构 北京超凡志成知识产权代理
事务所(普通合伙) 11371

代理人 李丙林

(51) Int. Cl.

C07C 381/02(2006.01)

权利要求书1页 说明书7页

(54)发明名称

杀虫单原粉及其生产方法与应用

(57)摘要

本发明涉及一种杀虫单原粉及其生产方法与应用,属于农用杀虫剂领域。该方法包括以下步骤:将1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷和硫代硫酸钠于水中磺化反应,然后酸化、沉降抽滤及结晶,得到杀虫单原粉。水与1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷的用量比为200~240mL:1mol。该生产方法工艺简单,成本较低,具有较高的收率,经济环保。所得的杀虫单原粉纯度较高,杀虫效果好。将上述杀虫单原粉用于治理虫害,具有无抗性、无残害且不污染环境的特点,治理效果佳。

1. 一种杀虫单原粉的生产方法,其特征在于,包括以下步骤:将1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷和硫代硫酸钠于水中磺化反应,然后酸化、沉降抽滤及结晶,得到杀虫单原粉;

优选地,水与所述1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷的用量比为200~240mL:1mol。

2. 根据权利要求1所述的杀虫单原粉的生产方法,其特征在于,磺化反应前,于pH值为6.8~7.0或温度为5~10℃的条件下将所述1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷与碱反应;

优选地,所述碱为强碱;

更优选地,所述强碱选自氢氧化钠。

3. 根据权利要求2所述的杀虫单原粉的生产方法,其特征在于,所述碱的添加量为所述1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷的重量的18~22%;

优选地,所述强碱的添加量为所述1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷的重量的20%。

4. 根据权利要求1所述的杀虫单原粉的生产方法,其特征在于,磺化反应是于60~100℃的条件下反应1~2h;

优选地,磺化反应的时间为0.5~0.8h。

5. 根据权利要求1所述的杀虫单原粉的生产方法,其特征在于,酸化是于28~32℃的磺化产物中加入强酸;

优选地,所述强酸选自盐酸。

6. 根据权利要求1所述的杀虫单原粉的生产方法,其特征在于,沉降过滤是于50~60℃的条件下去除酸化所得的酸化液中的固体氯化钠,收集滤液。

7. 根据权利要求6所述的杀虫单原粉的生产方法,其特征在于,结晶是于-8~-5℃的条件下进行;

优选地,结晶时间为8~10h;

优选地,结晶过程中搅拌转速为30~80r/min;

优选地,结晶过程中所述滤液的降温速率不超过8K/h;

优选地,结晶设备中,不同位置的所述滤液的最大温差不超过0.1℃。

8. 根据权利要求7所述的杀虫单原粉的生产方法,其特征在于,结晶过程中,于所述滤液加入添加剂,所述添加剂包括表面活性剂或无机离子;

优选地,所述添加剂中所述表面活性剂或所述无机离子的含量为10~100ppm;

更优选地,所述添加剂中所述表面活性剂或所述无机离子的含量为30ppm。

9. 如权利要求1~8任一项所述的杀虫单原粉的生产方法生产而得的杀虫单原粉。

10. 如权利要求9所述的杀虫单原粉在治理虫害中的应用。

杀虫单原粉及其生产方法与应用

技术领域

[0001] 本发明涉及农用杀虫剂领域,且特别涉及一种杀虫单原粉及其生产方法与应用。

背景技术

[0002] 杀虫单是人工合成的沙蚕毒素的类似物,进入昆虫体内能迅速转化为沙蚕毒素或二氢沙蚕毒素。杀虫单为乙酰胆碱竞争性抑制剂,具有较强的触杀、胃毒和内吸传导作用,对鳞翅目害虫的幼虫有较好的防治效果,属仿生型农药,对天敌影响小,无抗性、无残害、无污染环境,是综合治理害虫较为理想的药剂。

[0003] 我国是世界上沙蚕毒素类仿生农药生产产量最大的国家,农业部颁发的沙蚕毒素仿生农药的登记证近500多份。其中颁发杀虫单原药及制剂(含复配产品)的登记证284份。

[0004] 传统的杀虫单的合成工艺,是以二甲胺和氯丙烯反应得到烯丙胺,再通过一系列反应得到杀虫单。该工艺在合成过程中产生大量杀虫双母液,杀虫双母液中杀虫单含量达到20%以上,再将杀虫双母液中的杀虫单进行二次结晶,得到的产品中杀虫单的含量也仅在80%~90%之间。

[0005] 并且,目前杀虫单生产过程中结晶往往采用甲醇为溶剂来降温结晶,原料成本高。此外,用低浓度的甲醇结晶还会增加设备的数量,进一步提高了生产成本。

[0006] 因此,需采用一种经济环保的方法生产含杀虫单原粉杀虫单。

发明内容

[0007] 本发明的目的在于提供一种杀虫单原粉的生产方法,该生产方法工艺简单,成本较低,具有较高的收率,经济环保。

[0008] 本发明的第二目的在于提供一种杀虫单原粉,该杀虫单原粉由上述杀虫单原粉的生产方法生产而得。

[0009] 本发明的第三目的在于提供一种上述杀虫单原粉在治理虫害中的应用,具有无抗性、无残害且不污染环境的特点,治理效果佳。

[0010] 本发明解决其技术问题是采用以下技术方案来实现的:

[0011] 本发明提出一种杀虫单原粉的生产方法,其包括以下步骤:

[0012] 将1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷和硫代硫酸钠于水中磺化反应,然后酸化、沉降抽滤及结晶,得到杀虫单原粉。

[0013] 优选地,水与1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷的用量比为200~240mL:1mol。

[0014] 本发明还提出一种杀虫单原粉,该杀虫单原粉由上述杀虫单原粉的生产方法生产而得。

[0015] 本发明还提出上述杀虫单原粉在治理虫害中的应用,例如可将其用于防治水稻、蔬菜、小麦、玉米、茶叶和果树等作物上的多种害虫。

[0016] 本发明实施例的杀虫单原粉及其生产方法与应用的有益效果是:

[0017] 以水作为溶剂,能较目前市面通用的甲醇更为经济实惠。并且,在生产过程中,用

水作为溶剂不需增加生产设备的数量,工艺控制较易。将水与1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷的用量比控制在200~240mL:1mol范围内,能够缩短溶剂水蒸出的时间以及杀虫双分解的时间,提高收率。故本发明实施例的含氰废水的杀虫单原粉的生产方法工艺简单,成本较低,具有较高的收率,经济环保。

[0018] 经上述生产所得的杀虫单原粉纯度较高,杀虫效果好。将上述杀虫单原粉用于治理虫害,具有无抗性、无残害且不污染环境的特点,治理效果佳。

具体实施方式

[0019] 为使本发明实施例的目的、技术方案和优点更加清楚,下面将对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述。实施例中未注明具体条件者,按照常规条件或制造商建议的条件进行。所用试剂或仪器未注明生产厂商者,均为可以通过市售购买获得的常规产品。

[0020] 下面对本发明实施例的杀虫单原粉及其生产方法与应用进行具体说明。

[0021] 本发明实施例提供的杀虫单原粉的生产方法,可以包括以下步骤:

[0022] 将1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷和硫代硫酸钠于水中磺化反应,然后酸化、沉降抽滤及结晶,得到杀虫单原粉。

[0023] 因从磺化反应的机理来看,反应物N-三环中间体与硫代硫酸钠的浓度越高,反应速度越快,用极性比水小的甲醇为溶剂,更利于反应进行。故目前杀虫单的生产过程中普遍采用甲醇为溶剂。

[0024] 但是根据对比,一吨甲醇成本为2000~3000元,而同样重量的水的成本仅为2元左右,因此就成本而言,水较甲醇更为经济实惠。并且,在生产过程中,用甲醇作为溶剂,需要增加生产设备的数量,工艺更难控制。因此,本发明实施例中优选以水为溶剂,通过对生产方法中的各工艺步骤进行适当改进,以达到效益与成本均最大化。

[0025] 优选地,本发明实施例中水与1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷的用量比为200~240mL:1mol。更优选地,水与1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷的用量比为220mL:1mol。在此用量比下,能够缩短溶剂水蒸出的时间以及杀虫双分解的时间,提高收率。

[0026] 具体地,磺化反应前,可将1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷与碱反应。该反应步骤一方面可以去除反应物中的游离酸,另一方面可使1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷部分游离出来,从而产生N-三环中间体,提高杀虫单原粉有效体的收率。

[0027] 作为可选地,1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷与碱反应的pH的值优选为6.8~7.0,反应的温度优选为5~10℃。该反应温度较低,有利于避免副反应发生。但值得说明的是,若反应温度过低,则耗时较长,不适于批量生产。

[0028] 作为可选地,上述碱优选为强碱,例如氢氧化钠。相对而言,氢氧化钠这种强碱在本发明实施例中不易与其它物质发生副反应,且后续加工过程中形成的氯化钠也容易去除。

[0029] 进一步地,上述碱的添加量例如可以为1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷的重量的18~22%。优选地,强碱的添加量为1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷的重量的20%。当氯化物游离度小于18%时,反应形成的氯化物较少,从而导致形成的N-三环中间体较少,杀虫单原粉的有效体也相应较少。当氯化物游离度大于22%时,虽N-三环中间体增加,但体系逐步变为非均

相体系,且氯化物易挥发,导致磺化收率下降。因此,本发明实施例中将碱的添加量控制在1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷的重量的18~22%范围内。

[0030] 进一步地,磺化反应是于60~100℃的条件下反应1~2h。优选地,本发明实施例所涉及的磺化反应的时间为0.5~0.8h。磺化时间过长,容易使磺化后的产物分解损失,而磺化时间过短,造成反应不完全,产物得率低。

[0031] 进一步地,酸化是于28~32℃的磺化产物中加入强酸。优选地,上述强酸选自盐酸。通过将磺化后的产物进行酸化,以便于杀虫单结晶析出,并且保持较高的纯度。具体地,将磺化产物降温至28~32℃,然后再加入盐酸,得到酸化液。

[0032] 因目前杀虫单原粉质量不高,其原因之一即是杂质,如氯化钠的含量过多。故本发明实施例中在结晶前,于50~60℃的条件下去除酸化液中的固体氯化钠,收集滤液,以避免氯化钠在结晶过程中对杀虫单造成不利影响。

[0033] 进一步地,结晶是于-8~-5℃的条件下进行。优选地,在上述结晶温度下,本发明实施例中的结晶时间控制在8~10h范围内。该结晶时间内,杀虫单基本完全析出。

[0034] 作为可选地,结晶可以在结晶器,如反应釜中进行。为使反应釜中各位置的滤液得以充分混合,以使结晶均匀,本发明实施例中优选在结晶过程中对滤液进行搅拌。搅拌转速例如可为30~80r/min。搅拌转速过大,容易使结晶后的杀虫单质地疏松、形状细长且容易破碎;而搅拌速度过小则容易使部分粒度较小的晶体发生聚结,造成粒度较大的晶体数量增多,晶体总粒数减少。

[0035] 较佳地,在上述结晶过程中,滤液的降温速率不超过8K/h,结晶设备中不同位置的滤液的最大温差不超过0.1℃。在此条件下,滤液结晶条件较为缓和,更利于晶体的均匀析出,得到得率和纯度均较高的杀虫单。

[0036] 更进一步地,本发明实施例在结晶过程中,还可在滤液中加入添加剂,以用于调节或改变晶体形态。作为可选地,上述添加剂例如可以包括表面活性剂或无机离子。

[0037] 其中,表面活性剂通过选择性地吸附在晶体表面来改变晶体形状,对晶体的最终纯度影响不大。无机离子可以是与滤液中的其它物质形成络合物后螯合物,从而改变这些物质离子的活度,也可以是取代溶质离子而直接长入晶面。

[0038] 优选地,上述添加剂中表面活性剂或无机离子的含量为10~100ppm,更优选地,添加剂中表面活性剂或无机离子的含量为30ppm。在此含量范围下,添加剂的用量较小,且同时能达到较佳的改善晶体形状的效果。

[0039] 进一步地,还可将结晶所得的杀虫单原粉进行干燥、粉碎和包装,以利于运输和交易。

[0040] 本发明实施例中的杀虫单原粉可用于治理虫害,例如可将其用于防治水稻、蔬菜、小麦、玉米、茶叶和果树等作物上的多种害虫。

[0041] 以下结合实施例对本发明的特征和性能作进一步的详细描述。

[0042] 实施例1

[0043] 以水为溶剂,于60℃的条件下与1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷和硫代硫酸钠磺化反应2h。其中,水与1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷的用量比为200mL:1mol。

[0044] 然后将磺化产物降温至32℃,加入盐酸,得到酸化液。

[0045] 于50℃的条件下去除酸化液中的固体氯化钠,收集滤液,然后于反应釜中结晶

10h,得到杀虫单原粉。其中,结晶过程的反应温度为 -5°C ,结晶过程的搅拌转速为30r/min,结晶过程中滤液的降温速率为8K/h且反应釜中不同位置的滤液的最大温差为 0.1°C 。

[0046] 实施例2

[0047] 将1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷与氢氧化钠于 5°C 的条件下反应至体系pH值为6.8。其中,氢氧化化的添加量为1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷的重量的18%。

[0048] 以水为溶剂,于 100°C 的条件下与1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷和硫代硫酸钠磺化反应1h。其中,水与1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷的用量比为240mL:1mol。

[0049] 然后将磺化产物降温至 28°C ,加入盐酸,得到酸化液。

[0050] 于 50°C 的条件下去除酸化液中的固体氯化钠,收集滤液,然后于反应釜中结晶8h,得到杀虫单原粉。其中,结晶过程的反应温度为 -8°C ,结晶过程的搅拌转速为80r/min,结晶过程中滤液的降温速率为6K/h且反应釜中不同位置的滤液的最大温差为 0.08°C 。

[0051] 实施例3

[0052] 将1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷与氢氧化钠于 10°C 的条件下反应至体系pH值为7.0。其中,氢氧化化的添加量为1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷的重量的22%。

[0053] 以水为溶剂,于 90°C 的条件下与1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷和硫代硫酸钠磺化反应1.5h。其中,水与1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷的用量比为220mL:1mol。

[0054] 然后将磺化产物降温至 30°C ,加入盐酸,得到酸化液。

[0055] 于 55°C 的条件下去除酸化液中的固体氯化钠,收集滤液,加入含有10ppm表面活性剂的添加剂,然后于反应釜中结晶9h,得到杀虫单原粉。其中,结晶过程的反应温度为 $\sim 6^{\circ}\text{C}$,结晶过程的搅拌转速为55r/min,结晶过程中滤液的降温速率为5K/h且反应釜中不同位置的滤液的最大温差为 0.05°C 。

[0056] 实施例4

[0057] 将1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷与氢氧化钠于 7.5°C 的条件下反应至体系pH值为6.9。其中,氢氧化化的添加量为1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷的重量的21%。

[0058] 以水为溶剂,于 80°C 的条件下与1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷和硫代硫酸钠磺化反应0.8h。其中,水与1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷的用量比为210mL:1mol。

[0059] 然后将磺化产物降温至 29°C ,加入盐酸,得到酸化液。

[0060] 于 52°C 的条件下去除酸化液中的固体氯化钠,收集滤液,加入含有100ppm表面活性剂的添加剂,然后于反应釜中结晶9.5h,得到杀虫单原粉。其中,结晶过程的反应温度为 -7°C ,结晶过程的搅拌转速为50r/min,结晶过程中滤液的降温速率为7K/h且反应釜中不同位置的滤液的最大温差为 0.09°C 。

[0061] 然后干燥、粉碎所得的杀虫单原粉,包装得到成品。

[0062] 实施例5

[0063] 将1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷与氢氧化钠于 8°C 的条件下反应至体系pH值为7.0。其中,氢氧化化的添加量为1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷的重量的19%。

[0064] 以水为溶剂,于 100°C 的条件下与1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷和硫代硫酸钠磺化反应0.5h。其中,水与1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷的用量比为230mL:1mol。

[0065] 然后将磺化产物降温至 31°C ,加入盐酸,得到酸化液。

[0066] 于 58°C 的条件下去除酸化液中的固体氯化钠,收集滤液,加入含有10ppm无机离子

的添加剂,然后于反应釜中结晶10h,得到杀虫单原粉。其中,结晶过程的反应温度为-6℃,结晶过程的搅拌转速为40r/min,结晶过程中滤液的降温速率为8K/h且反应釜中不同位置的滤液的最大温差为0.4℃。

[0067] 然后干燥、粉碎所得的杀虫单原粉,包装得到成品。

[0068] 实施例6

[0069] 将1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷与氢氧化钠于6℃的条件下反应至体系pH值为7.0。其中,氢氧化化的添加量为1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷的重量的20%。

[0070] 以水为溶剂,于100℃的条件下与1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷和硫代硫酸钠磺化反应0.65h。其中,水与1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷的用量比为220mL:1mol。

[0071] 然后将磺化产物降温至30℃,加入盐酸,得到酸化液。

[0072] 于54℃的条件下去除酸化液中的固体氯化钠,收集滤液,加入含有100ppm无机离子的添加剂,然后于反应釜中结晶8h,得到杀虫单原粉。其中,结晶过程的反应温度为-8℃,结晶过程的搅拌转速为35r/min,结晶过程中滤液的降温速率为6K/h且反应釜中不同位置的滤液的最大温差为0.5℃。

[0073] 然后干燥、粉碎所得的杀虫单原粉,包装得到成品。

[0074] 实施例7

[0075] 将1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷与氢氧化钠于8℃的条件下反应至体系pH值为7.0。其中,氢氧化化的添加量为1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷的重量的20%。

[0076] 以水为溶剂,于100℃的条件下与1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷和硫代硫酸钠磺化反应0.7h。其中,水与1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷的用量比为220mL:1mol。

[0077] 然后将磺化产物降温至30℃,加入盐酸,得到酸化液。

[0078] 于55℃的条件下去除酸化液中的固体氯化钠,收集滤液,加入含有30ppm无机离子的添加剂,然后于反应釜中结晶9h,得到杀虫单原粉。其中,结晶过程的反应温度为-5℃,结晶过程的搅拌转速为30r/min,结晶过程中滤液的降温速率为5K/h且反应釜中不同位置的滤液的最大温差为0.6℃。

[0079] 然后干燥、粉碎所得的杀虫单原粉,包装得到成品。

[0080] 实施例8

[0081] 将1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷与氢氧化钠于8℃的条件下反应至体系pH值为7.0。其中,氢氧化化的添加量为1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷的重量的20%。

[0082] 以水为溶剂,于100℃的条件下与1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷和硫代硫酸钠磺化反应0.7h。其中,水与1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷的用量比为220mL:1mol。

[0083] 然后将磺化产物降温至30℃,加入盐酸,得到酸化液。

[0084] 于55℃的条件下去除酸化液中的固体氯化钠,收集滤液,加入含有55ppm表面活性剂的添加剂,然后于反应釜中结晶9h,得到杀虫单原粉。其中,结晶过程的反应温度为-5℃,结晶过程的搅拌转速为50r/min,结晶过程中滤液的降温速率为5K/h且反应釜中不同位置的滤液的最大温差为0.6℃。

[0085] 然后干燥、粉碎所得的杀虫单原粉,包装得到成品。

[0086] 试验例1

[0087] 重复上述实施例1~8,得到足够多的杀虫单原粉。比较实施例1~8的杀虫单原粉

的得率和纯度,结果如表1所示。同时,设置与实施例1~8一一对应的对照组1~8,对照组与实施例的唯一区别在于溶剂为甲醇,对照组的杀虫单原粉的得率和纯度结果如表2所示。

[0088] 表1实施例杀虫单原粉的得率与纯度(%)

[0089]

	实施 例 1	实施 例 2	实施 例 3	实施 例 4	实施 例 5	实施 例 6	实施 例 7	实施 例 8
得率	92.9	95.8	98.7	98.5	98.6	98.7	99.2	99.0
纯度	98.7	99.1	99.3	99.3	99.2	99.3	99.4	99.4

[0090] 表2对照组杀虫单原粉的得率与纯度(%)

[0091]

	对照 组 1	对照 组 2	对照 组 3	对照 组 4	对照 组 5	对照 组 6	对照 组 7	对照 组 8
得率	92.5	94.9	98.0	98.4	98.2	98.4	98.6	98.7
纯度	97.4	98.1	98.1	98.2	98.2	98.2	98.5	98.4

[0092] 由表1和表2可以看出,实施例较对照组的杀虫单原粉的得率和纯度均更高,说明本发明实施例提供的杀虫单的生产方法有效可行。对比实施1和实施例2~8以及对照组1和对照组2~8可知,在磺化前,将1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷与碱反应较未与碱反应所是的杀虫单原粉的得率和纯度均更高,说明在磺化前,将1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷与碱反应有利于提高杀虫单原粉的得率和纯度。对比实施1~2和实施例3~8以及对照组1~2和对照组3~8可知,结晶过程中加入添加剂较未加入添加剂所得的杀虫单的得率和纯度均更高,说明在结晶过程中加入添加剂有利于提高杀虫单原粉的得率和纯度。

[0093] 实施例2

[0094] 以上述实施例8为例,设置对照组1~6。其中,对照组1~6与实施例8的唯一区别在于碱的添加量分别为1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷的重量的18%、22%、5%、10%、30%和50%,对比实施例8及对照组1~6所得的杀虫单原粉的得率和纯度,其结果如表3所示。

[0095] 表3杀虫单原粉的得率与纯度(%)

[0096]

	实施例	对照组	对照组	对照组	对照组	对照组	对照组
	8	1	2	3	4	5	6
得率	99.0	98.4	98.5	71.6	82.2	80.9	74.5
纯度	99.4	99.4	99.3	99.2	99.3	99.1	99.1

[0097] 由表3可以看出,实施例8及对照组1~2均较对照组3~6所得的杀虫单原粉的得率均明显更高,纯度相差不大,说明碱的添加量为1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷的重量的18~22%较低于18%或高于22%更有利于提高杀虫单原粉的得率。其中,实施例8又较对照组1~2所得的杀虫单原粉的得率略高,说明碱的添加量为1-二甲氨基-2,3-二氯丙烷的重量的20%最有利于提高杀虫单原粉的得率。

[0098] 试验例3

[0099] 于同一虫害稻田中选取9块面积相等且虫害程度无明显差异的试验区间1~9,将本发明实施例1~8所得的杀虫单原粉与对照组所用的市售杀虫剂分别等量施加于试验区间1~9,每天施加1次,每次的施加量为10kg/亩,施加10天。10天后对比试验区间1~9的恢复情况(以试验区间内残留有害虫的面积占试验区间面积的百分数计)。其结果显示试验区间1~8的稻田的恢复情况在2~5%范围内,而试验区间9的稻田的恢复情况为18%,由此可以看出本发明实施例1~8所得的杀虫单原粉具有显著的杀虫效果。

[0100] 综上所述,本发明实施例的杀虫单原粉的生产方法工艺简单,成本较低,具有较高的收率,经济环保。经其生产所得的杀虫单原粉纯度较高,杀虫效果好。将上述杀虫单原粉用于治理虫害,具有无抗性、无残害且不污染环境的特点,治理效果佳。

[0101] 以上所描述的实施例是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。本发明的实施例的详细描述并非旨在限制要求保护的本发明的范围,而是仅仅表示本发明的选定实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有作出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。