



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110771614 A

(43)申请公布日 2020.02.11

(21)申请号 201911190350.8

A01P 13/00(2006.01)

(22)申请日 2019.11.28

(71)申请人 上海明德立达生物科技有限公司

地址 201499 上海市奉贤区金汇镇航塘公路1500号10幢

(72)发明人 陈坤 刘润峰 李洪军 殷强

陆建才 高敬雨 张磊 陶代雨

(74)专利代理机构 北京悦和知识产权代理有限公司

公司 11714

代理人 司丽春

(51)Int.Cl.

A01N 43/80(2006.01)

A01N 37/22(2006.01)

A01N 25/28(2006.01)

A01N 25/04(2006.01)

权利要求书2页 说明书17页

(54)发明名称

一种农药组合物、其应用及包括该农药组合物的微囊悬浮-悬浮剂、其制备方法和应用

(57)摘要

本发明涉及农药领域,具体地涉及一种农药组合物、其应用及包括该农药组合物的微囊悬浮-悬浮剂、其制备方法和应用。本发明实施例中提供的农药组合物,其活性成分包括精异丙甲草胺和异恶唑草酮,二者复配不仅可减少单种活性成分的用剂量、延缓抗药性的产生、延长农药品种的使用寿命、降低成本、减少对环境的污染,而且在提高防治效果方面和提高药效持效时间方面具有协同增效的作用。相比于单种活性成分的运用,无论是在施药后的短时间内、还是施药后的长时间内,本发明实施例中的农药组合物都展现出更强的株防效,尤其是在施药后的长时间内,株防效几乎不下降或下降很少,相较于活性成分使用量相同的单种活性成分,展现出更强的株防效。

1. 一种农药组合物,其特征在于:所述农药组合物包括精异丙甲草胺和异恶唑草酮。

2. 根据权利要求1所述的农药组合物,其特征在于:异恶唑草酮和精异丙甲草胺的质量比为:1:0.1-10;

和/或,所述农药组合物为活性成分包括精异丙甲草胺和异恶唑草酮的农药制剂,所述农药制剂选自可湿性粉剂、水分散粒剂、悬浮剂、悬乳剂、水乳剂、微乳剂、微囊悬浮剂、微囊悬浮-悬浮剂中的一种或多种。

3. 一种权利要求1-2之一所述的农药组合物在防治杂草中的应用;优选地为防治一年生杂草中的应用;更优选地为防治玉米田或高粱田一年生杂草中的应用,更进一步优选地为防治玉米田一年生杂草中的应用。

4. 根据权利要求3所述的应用,其特征在于:所述一年生杂草包括马塘、藜或稗草中的一种或多种。

5. 一种微囊悬浮-悬浮剂,其特征在于:所述微囊悬浮-悬浮剂中包括:

活性成分为精异丙甲草胺的微囊悬浮剂;

和,与活性成分为精异丙甲草胺的微囊悬浮剂共悬浮的、活性成分为异恶唑草酮的悬浮剂。

6. 根据权利要求5所述的微囊悬浮-悬浮剂,其特征在于:活性成分异恶唑草酮和活性成分精异丙甲草胺的质量比为:1:0.1-10;

和/或,所述异恶唑草酮悬浮剂中,异恶唑草酮微粒的平均粒径为1-5微米。

7. 一种微囊悬浮-悬浮剂的制备方法,其特征在于:所述制备方法包括:将精异丙甲草胺微囊悬浮剂和异恶唑草酮悬浮剂共悬浮制备得到微囊悬浮-悬浮剂的步骤;

可选地,将精异丙甲草胺微囊悬浮剂和异恶唑草酮悬浮剂共悬浮制备得到微囊悬浮-悬浮剂的过程包括以下步骤:将精异丙甲草胺微囊悬浮剂与异恶唑草酮悬浮剂、分散剂混合;

进一步可选地,所述精异丙甲草胺微囊悬浮剂与异恶唑草酮悬浮剂和分散剂按重量比为1:(0.1-1):(0.01-2)混合;

再更进一步可选地,将精异丙甲草胺微囊悬浮剂与异恶唑草酮悬浮剂、分散剂混合的步骤中,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、苄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一种或多种;

更进一步可选地,所述异恶唑草酮悬浮剂中,异恶唑草酮微粒的平均粒径为1-5微米;

再更进一步可选地,在制备精异丙甲草胺微囊悬浮剂的过程中包括下述步骤:a、将氨基醛类树脂预聚体水溶液与精异丙甲草胺乳油混合,得到第一物料;b、用缓冲溶液将第一物料的pH值调节为5-7,得到第二物料;c、用酸性溶液将第二物料的pH值调节为3-4,得到第三物料;d、在温度为40-70°C的条件下将第三物料固化缩聚,得到第四物料;e. 向第四物料中加入制备微囊悬浮剂所需要的辅料,制备得到精异丙甲草胺微囊悬浮剂;

再更进一步可选地,步骤e中,微囊悬浮剂所需要的辅料包括:分散剂、增稠剂和防冻剂;其中:步骤e中的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、苄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一种或多种;

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一种或多种；所述防冻剂可以包括乙二醇、1,2-丙二醇、丙三醇和尿素中的一种或多种；

再更进一步可选地，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)。

8. 根据权利要求7所述的制备方法，其特征在于：步骤a中，氨基醛类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；其中：所述含氨基的化合物与甲醛的摩尔比为(0.1-2)：1；所述水与甲醛的质量比为(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一种或多种；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；

和/或，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；其中：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一种或多种；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一种或多种，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)。

9. 根据权利要求8所述的制备方法，其特征在于：步骤b中的所述缓冲溶液为含有缓冲对的溶液；

可选地，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-乙酸钠中的一种或多种；

进一步可选地，所述缓冲溶液的pH值为3-5.5；

更进一步可选地，所述缓冲溶液中的缓冲对的总浓度可为1-5重量%。

10. 根据权利要求9所述的制备方法，其特征在于：步骤c中的所述酸性溶液包括盐酸、硫酸、磷酸、乙酸中的一种或多种；

可选地，所述酸性溶液的浓度为0.5-8重量%。

11. 根据权利要求7所述的制备方法，其特征在于：制备精异丙甲草胺微囊悬浮剂时，将所述第四物料的pH值调节至中性后制备精异丙甲草胺微囊悬浮剂。

12. 权利要求5-6之一所述的微囊悬浮-悬浮剂或权利要求7-11所述的制备方法所得微囊悬浮-悬浮剂在防治杂草中的应用，优选地为防治一年生杂草中的应用；更优选地为防治玉米田或高粱田一年生杂草中的应用，更进一步优选地为防治玉米田一年生杂草中的应用。

13. 权利要求12所述的应用，所述一年生杂草包括马唐、藜或稗草中的一种或多种。

一种农药组合物、其应用及包括该农药组合物的微囊悬浮-悬浮剂、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,涉及一种农药组合物、其应用及包括该农药组合物的微囊悬浮-悬浮剂、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。但是精异丙甲草胺单剂也有一定的局限性,并且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。

[0003] 异恶唑草酮,化学名称为5-环丙基-4-[2-(甲磺酰)-4-(三氟甲基)苯甲酰]异噁唑,英文名称为isoxaflutole,分子式为 $C_{15}H_{12}F_3NO_4S$,相对分子量为359,CAS号为141112-29-0。

[0004] 本领域技术人员总在开发合适的复配产品,以减少单种活性成分的用剂量、延缓抗药性的产生、延长农药品种的使用寿命、降低成本、减少对环境的污染,但现有技术中未见精异丙甲草胺和异恶唑草酮的复配。

[0005] 公开于该背景技术部分的信息仅仅旨在增加对本发明的总体背景的理解,而不应当被视为承认或以任何形式暗示该信息构成已为本领域一般技术人员所公知的现有技术。

发明内容

[0006] 发明目的

[0007] 为解决上述技术问题,本发明的目的在于提供一种包括精异丙甲草胺和异恶唑草酮的农药组合物、其应用及包括该农药组合物的微囊悬浮-悬浮剂、其制备方法和应用。本发明实施例中提供的农药组合物,其活性成分包括精异丙甲草胺和异恶唑草酮,二者复配不仅可减少单种活性成分的用剂量、延缓抗药性的产生、延长农药品种的使用寿命、降低成本、减少对环境的污染,而且在提高防治效果方面和提高药效持效时间方面具有协同增效的作用。相比于单种活性成分的运用,无论是在施药后的短时间内、还是施药后的长时间内,本发明实施例中的农药组合物都展现出更强的株防效,尤其是在施药后的长时间内,株防效几乎不下降或下降很少,相较于活性成分使用量相同的单种活性成分,展现出更强的株防效。

[0008] 解决方案

[0009] 为实现本发明目的,本发明实施例提供了一种农药组合物,所述农药组合物包括精异丙甲草胺和异恶唑草酮。

[0010] 上述农药组合物在一种可能的实现方式中,异恶唑草酮和精异丙甲草胺的质量比为:1:0.1-10。

[0011] 上述农药组合物在一种可能的实现方式中,所述农药组合物为活性成分包括精异丙甲草胺和异恶唑草酮的农药制剂,所述农药制剂选自可湿性粉剂、水分散粒剂、悬浮剂、悬乳剂、水乳剂、微乳剂、微囊悬浮剂、微囊悬浮-悬浮剂中的一种或多种。

[0012] 本发明实施例还提供了上述农药组合物在防治杂草中的应用,优选地为防治一年生杂草中的应用;更优选地为防治玉米田或高粱田一年生杂草中的应用,更进一步优选地为防治玉米田一年生杂草中的应用。

[0013] 上述应用在一种可能的实现方式中,所述一年生杂草包括马塘、藜或稗草中的一种或多种。

[0014] 本发明实施例还提供了一种微囊悬浮-悬浮剂,所述微囊悬浮-悬浮剂中包括:

[0015] 活性成分为精异丙甲草胺的微囊悬浮剂;

[0016] 和,与活性成分为精异丙甲草胺的微囊悬浮剂共悬浮的、活性成分为异恶唑草酮的悬浮剂。

[0017] 上述微囊悬浮-悬浮剂在一种可能的实现方式中,活性成分异恶唑草酮和活性成分精异丙甲草胺的质量比为:1:0.1-10。

[0018] 上述微囊悬浮-悬浮剂在一种可能的实现方式中,所述异恶唑草酮悬浮剂中,异恶唑草酮微粒的平均粒径为1-5微米。

[0019] 本发明实施例还提供了上述微囊悬浮-悬浮剂的制备方法,所述制备方法包括:将精异丙甲草胺微囊悬浮剂和异恶唑草酮悬浮剂共悬浮制备得到微囊悬浮-悬浮剂的步骤。

[0020] 上述微囊悬浮-悬浮剂的制备方法在一种可能的实现方式中,将精异丙甲草胺微囊悬浮剂和异恶唑草酮悬浮剂共悬浮制备得到微囊悬浮-悬浮剂的过程包括以下步骤:将精异丙甲草胺微囊悬浮剂与异恶唑草酮悬浮剂、分散剂混合。可选地,所述精异丙甲草胺微囊悬浮剂与异恶唑草酮悬浮剂和分散剂按重量比为1:(0.1-1):(0.01-2)混合。本步骤的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一种或多种。

[0021] 上述微囊悬浮-悬浮剂的制备方法在一种可能的实现方式中,所述异恶唑草酮悬浮剂中,异恶唑草酮微粒的平均粒径为1-5微米。

[0022] 上述微囊悬浮-悬浮剂的制备方法在一种可能的实现方式中,在制备精异丙甲草胺微囊悬浮剂的过程中包括下述步骤:

[0023] a、将氨基醛类树脂预聚体水溶液与精异丙甲草胺乳油混合,得到第一物料;b、用缓冲溶液将第一物料的pH值调节为5-7,得到第二物料;c、用酸性溶液将第二物料的pH值调节为3-4,得到第三物料;d、在温度为40-70°C的条件下将第三物料固化缩聚,得到第四物料;e.向第四物料中加入制备微囊悬浮剂所需要的辅料,制备得到精异丙甲草胺微囊悬浮剂。

[0024] 上述微囊悬浮-悬浮剂的制备方法在一种可能的实现方式中,为了避免出现微囊聚集、沉淀、板结等现象,制备精异丙甲草胺和异恶唑草酮微囊悬浮-悬浮剂时,步骤e中,可以先将所述第四物料与分散剂、增稠剂和防冻剂混合后,再制备得到精异丙甲草胺微囊悬

浮剂。即制备精异丙甲草胺微囊悬浮剂所需要的辅料包括：分散剂、增稠剂、防冻剂中的一种或多种。本步骤的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、苄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一种或多种。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一种或多种。所述防冻剂可以包括乙二醇、1,2-丙二醇、丙三醇和尿素中的一种或多种。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)。

[0025] 上述微囊悬浮-悬浮剂的制备方法在一种可能的实现方式中，步骤a中的所述氨基醛类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，本公开对其没有特别的限制；可选地，所述氨基醛类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包括尿素、三聚氰胺和苯代三聚氰胺中的一种或多种。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。

[0026] 上述微囊悬浮-悬浮剂的制备方法在一种可能的实现方式中，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，本公开对其没有特别的限制。可选地，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一种或多种。所述乳化剂可以为各种具有乳化作用的物质，可选地，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一种或多种。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，可选地，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。

[0027] 上述微囊悬浮-悬浮剂的制备方法在一种可能的实现方式中，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。可选地，所述缓冲对包括柠檬酸-柠檬酸钠、柠檬酸-磷酸氢二钠硫酸铵-氯化铵和乙酸-乙酸钠中的一种或多种。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%。

[0028] 上述微囊悬浮-悬浮剂的制备方法在一种可能的实现方式中，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。可选情况下，所述酸性溶液包括盐酸、硫酸、磷酸、乙酸中的一种或多种。所述酸性溶液的浓度可以为0.5-8重量%。

[0029] 上述微囊悬浮-悬浮剂的制备方法在一种可能的实现方式中，制备精异丙甲草胺和异恶唑草酮微囊悬浮-悬浮剂时，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。可选地，步骤a中的所述混合在搅拌的条件下进行，所述搅拌的速度可以为200-600转/分钟。步骤b中的pH调节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pH调节在搅拌的条件下进行，所

述搅拌的速度可以为200-900转/分钟。

[0030] 上述微囊悬浮-悬浮剂的制备方法在一种可能的实现方式中,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,制备精异丙甲草胺和异恶唑草酮微囊悬浮-悬浮剂时,将精异丙甲草胺剂与异恶唑草酮悬浮剂、乳化分散剂进行混合前,优选将所述第四物料的pH值调节至中性后制备精异丙甲草胺微囊悬浮剂。因此,本公开制备精异丙甲草胺和异恶唑草酮微囊悬浮-悬浮剂时,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。

[0031] 上述微囊悬浮-悬浮剂的制备方法在一种可能的实现方式中,制备精异丙甲草胺和异恶唑草酮微囊悬浮-悬浮剂时,异恶唑草酮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,可以将异恶唑草酮与分散剂和水充分混合、分散,使异恶唑草酮以悬浮微粒形式存在于水溶液中,然后砂磨使得异恶唑草酮微粒的平均粒径为1-5微米,得到异恶唑草酮悬浮剂。本步骤的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、苄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一种或多种。所述异恶唑草酮与分散剂、水的重量比可以为1:(0.2-0.5):(1.5-3)。此外,所述异恶唑草酮悬浮剂中还可以包括消泡剂、增稠剂、防冻剂和防腐剂中的一种或多种。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一种或多种。所述防冻剂可以包括乙二醇、1,2-丙二醇、丙三醇和尿素中的一种或多种。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一种或多种。

[0032] 本发明实施例还提供了上述微囊悬浮-悬浮剂在防治杂草中的应用,优选地为防治一年生杂草中的应用;更优选地为防治玉米田或高粱田一年生杂草中的应用,更进一步优选地为防治玉米田一年生杂草中的应用。

[0033] 上述应用在一种可能的实现方式中,所述一年生杂草包括马塘、藜或稗草中的一种或多种。

[0034] 有益效果

[0035] (1) 本发明实施例中提供的农药组合物,其活性成分包括精异丙甲草胺和异恶唑草酮,二者复配不仅可减少单种活性成分的用药量、延缓抗药性的产生、延长农药品种的使用寿命、降低成本、减少对环境的污染,而且在提高防治效果方面和提高药效持效时间方面具有协同增效的作用。相比于单种活性成分的运用,无论是在施药后的短时间内、还是施药后的长时间内,本发明实施例中的农药组合物都展现出更强的株防效,尤其是在施药后的长时间内,如:50天,株防效几乎不下降或下降将很少,相较于活性成分使用量相同的单种活性成分,展现出更强的株防效。

[0036] (2) 本发明实施例中提供的农药组合物,对精异丙甲草胺和异恶唑草酮的配比进行了进一步选择,在该特定配比范围内,农药组合物在各方面的效果更好。

[0037] (3) 本发明实施例中提供的微囊悬浮-悬浮剂,与其他剂型及单剂相比,热贮稳定性和低温稳定性更好,在流动性方面、在是否分层结块方面、在悬浮率方面以及药效持效时间方面,都表现更加优异,其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。

[0038] (4) 本发明实施例中提供的微囊悬浮-悬浮剂的制备方法中,通过两步调节pH,以及在特定的搅拌转速、乳化分散剂、溶剂等反应条件下制备得到的精异丙甲草胺和异恶唑草酮的微囊悬浮-悬浮剂,能够提高微囊的包覆率、改善粒径分布均匀度以及囊壳的厚度紧致性,进而提高微囊悬浮剂的贮存稳定性,不易出现微囊聚集、沉淀、板结、团聚、凝固等现象,具有缓释长效地防治农作物多种杂草的效果,且具有良好的农作物虫害防治效果。

[0039] (5) 本发明实施例中提供的微囊悬浮-悬浮剂,与活性成分总使用量相同的其他剂型及单剂相比,无论是在施药后的短时间内、还是施药后的长时间内,本发明实施例中的微囊悬浮-悬浮剂都展现出更强的株防效,尤其是在施药后的长时间内,如:50天,株防效几乎不下降或下降将很少,相较于活性成分使用量相同的单种活性成分,展现出更强的株防效。

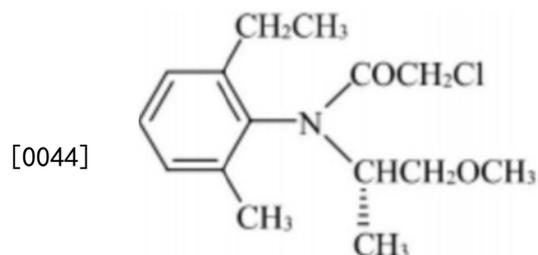
[0040] 本公开的其他特征和优点将在随后的具体实施方式部分予以详细说明。

具体实施方式

[0041] 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,显然,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。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。另外,为了更好的说明本发明,在下文的具体实施方式中给出了众多的具体细节。本领域技术人员应当理解,没有某些具体细节,本发明同样可以实施。在一些实施例中,对于本领域技术人员熟知的原料、元件、方法、手段等未作详细描述,以便于凸显本发明的主旨。

[0042] 除非另有其它明确表示,否则在整个说明书和权利要求书中,术语“包括”或其变换如“包含”或“包括有”等等将被理解为包括所陈述的元件或组成部分,而并未排除其它元件或其它组成部分。

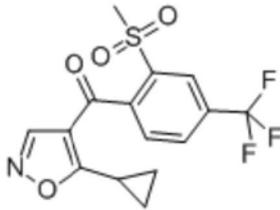
[0043] 本公开中,精异丙甲草胺为乙酰胺类除草剂,具有氯乙酰胺结构,为细胞分裂抑制剂,通过抑制长链脂肪酸的合成从而影响细胞生长。中文通用名称:精异丙甲草胺,英文通用名称:s-metolachlor,化学名称:(aRS,1S)-2-氯-6'-乙基-N-(2-甲氧基-1-甲基乙基)乙酰邻甲苯胺,分子式 $C_{15}H_{22}ClNO_2$,相对分子量:283.8,CAS号为178961-20-1,其结构式如式(1)所示:



式(1)

[0045] 本公开中,异恶唑草酮,化学名称为5-环丙基-4-[2-(甲磺酰)-4-(三氟甲基)苯甲酰]异噁唑,英文名称为isoxaflutole,分子式为 $C_{15}H_{12}F_3NO_4S$,相对分子量为359,CAS号为141112-29-0,结构式如式(2)所示。

[0046]



式(2)

[0047] 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。

[0048] 本发明实施例第一方面提供了一种农药组合物,所述农药组合物包括精异丙甲草胺和异恶唑草酮。

[0049] 本发明实施例中,异恶唑草酮和精异丙甲草胺的质量比为:1:0.1-10。

[0050] 本发明实施例,所述农药组合物为活性成分包括精异丙甲草胺和异恶唑草酮的农药制剂,所述农药制剂选自可湿性粉剂、水分散粒剂、悬浮剂、悬乳剂、水乳剂、微乳剂、微囊悬浮剂、微囊悬浮-悬浮剂中的一种或多种。

[0051] 本发明实施例第二方面还提供了上述农药组合物在防治杂草中的应用,优选地为防治一年生杂草中的应用;更优选地为防治玉米田或高粱田一年生杂草中的应用,更进一步优选地为防治玉米田一年生杂草中的应用。

[0052] 本发明实施例中,所述一年生杂草包括马塘、藜或稗草中的一种或多种。

[0053] 本发明实施例第三方面还提供了一种微囊悬浮-悬浮剂,所述微囊悬浮-悬浮剂中包括:

[0054] 活性成分为精异丙甲草胺的微囊悬浮剂;

[0055] 和,与活性成分为精异丙甲草胺的微囊悬浮剂共悬浮的、活性成分为异恶唑草酮的悬浮剂

[0056] 本发明实施例中,活性成分异恶唑草酮和活性成分精异丙甲草胺的质量比为:1:0.1-10。

[0057] 本发明实施例第四方面还提供了上述微囊悬浮-悬浮剂的制备方法,所述制备方法包括:将精异丙甲草胺微囊悬浮剂和异恶唑草酮悬浮剂共悬浮制备得到微囊悬浮-悬浮剂的步骤。

[0058] 本发明实施例中,将精异丙甲草胺微囊悬浮剂和异恶唑草酮悬浮剂共悬浮制备得到微囊悬浮-悬浮剂的过程包括以下步骤:将精异丙甲草胺微囊悬浮剂与异恶唑草酮悬浮剂、分散剂混合。可选地,所述精异丙甲草胺微囊悬浮剂与异恶唑草酮悬浮剂和分散剂按重量比为1:(0.1-1):(0.01-2)混合。本步骤的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、苄基萘磺酸钠甲醛缩合物、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一种或多种。

[0059] 本发明实施例中,在制备精异丙甲草胺微囊悬浮剂的过程中包括下述步骤:

[0060] a、将氨基醛类树脂预聚体水溶液与精异丙甲草胺乳油混合,得到第一物料;b、用缓冲溶液将第一物料的pH值调节为5-7,得到第二物料;c、用酸性溶液将第二物料的pH值调节为3-4,得到第三物料;d、在温度为40-70°C的条件下将第三物料固化缩聚,得到第四物

料；e.向第四物料中加入制备微囊悬浮剂所需要的辅料，制备得到精异丙甲草胺微囊悬浮剂。

[0061] 本发明实施例中，步骤a中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。

[0062] 本发明实施例中，步骤c中固化缩聚2-7小时

[0063] 本发明实施例中，为了避免出现微囊聚集、沉淀、板结等现象，制备精异丙甲草胺和异恶唑草酮微囊悬浮-悬浮剂时，步骤e中，可以先将所述第四物料与分散剂、增稠剂和防冻剂混合后，再制备得到精异丙甲草胺微囊悬浮。即制备精异丙甲草胺微囊悬浮剂所需要的辅料包括：分散剂、增稠剂、防冻剂中的一种或多种。本步骤的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、苄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一种或多种。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一种或多种。所述防冻剂可以包括乙二醇、1,2-丙二醇、丙三醇和尿素中的一种或多种。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)。

[0064] 本发明实施例中，步骤a中的所述氨基醛类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，本公开对其没有特别的限制；可选地，所述氨基醛类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包括尿素、三聚氰胺和苯代三聚氰胺中的一种或多种。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。

[0065] 本发明实施例中，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，本公开对其没有特别的限制。可选地，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一种或多种。所述乳化剂可以为各种具有乳化作用的物质，可选地，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一种或多种。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，可选地，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。

[0066] 本发明实施例中，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。可选地，所述缓冲对包括柠檬酸-柠檬酸钠、柠檬酸-磷酸氢二钠硫酸铵-氯化铵和乙酸-乙酸钠中的一种或多种。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%。

[0067] 本发明实施例中，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。可选情况下，所述酸性溶液包括盐酸、硫酸、磷酸、乙酸中的一种或多种。所述酸性溶液的浓

度可以为0.5-8重量%。

[0068] 本发明实施例中,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。可选地,步骤a中的所述混合在搅拌的条件下进行,所述搅拌的速度可以为200-600转/分钟。步骤b中的pH调节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pH调节在搅拌的条件下进行,所述搅拌的速度可以为200-900转/分钟。

[0069] 本发明实施例中,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,制备精异丙甲草胺微囊悬浮剂时,优选将所述第四物料的pH值调节至中性后制备精异丙甲草胺微囊悬浮剂。因此,本公开制备精异丙甲草胺和异恶唑草酮微囊悬浮-悬浮剂时,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。

[0070] 本发明实施例中,制备精异丙甲草胺和异恶唑草酮微囊悬浮-悬浮剂时,异恶唑草酮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,可以将异恶唑草酮与分散剂和水充分混合、分散,使异恶唑草酮以悬浮微粒形式存在于水溶液中,然后砂磨使得异恶唑草酮微粒的平均粒径为1-5微米,得到异恶唑草酮悬浮剂。本步骤的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、苄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一种或多种。所述异恶唑草酮与分散剂、水的重量比可以为1:(0.2-0.5):(1.5-3)。此外,所述异恶唑草酮悬浮剂中还可以包括消泡剂、增稠剂、防冻剂和防腐剂中的一种或多种。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一种或多种。所述防冻剂可以包括乙二醇、1,2-丙二醇、丙三醇和尿素中的一种或多种。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一种或多种。

[0071] 本发明实施例第五方面还提供了上述微囊悬浮-悬浮剂在防治杂草中的应用,优选地为防治一年生杂草中的应用;更优选地为防治玉米田或高粱田一年生杂草中的应用,更进一步优选地为防治玉米田一年生杂草中的应用。

[0072] 本发明实施例中,所述一年生杂草包括马塘、藜或稗草中的一种或多种。

[0073] 以下实施例中,所用原料均为市售商品。

[0074] 实施例1

[0075] 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。

[0076] 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。

[0077] 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,将所述第三物料以500转/分钟搅拌处理2小时以固化缩聚,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。

[0078] 将25重量%的异恶唑草酮、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61.3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,得到异恶唑草酮悬浮剂。

[0079] 最后,将精异丙甲草胺微囊悬浮剂与异恶唑草酮悬浮剂混合,再加入木质素磺酸钠和水,搅拌均匀,得到精异丙甲草胺和异恶唑草酮的微囊悬浮-悬浮剂。其中,精异丙甲草胺微囊悬浮剂与异恶唑草酮悬浮剂、木质素磺酸钠的重量比为1:0.3:0.05。水的量可以根据活性成分的目标浓度进行调整。

[0080] 实施例2

[0081] 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。

[0082] 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。

[0083] 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,将所述第三物料以500转/分钟搅拌处理4小时以固化缩聚,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。

[0084] 将25重量%的异恶唑草酮、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61.3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,得到异恶唑草酮悬浮剂。

[0085] 最后,将精异丙甲草胺微囊悬浮剂与异恶唑草酮悬浮剂混合,再加入木质素磺酸钠和水,搅拌均匀,得到精异丙甲草胺和异恶唑草酮的微囊悬浮-悬浮剂。其中,精异丙甲草胺微囊悬浮剂与异恶唑草酮悬浮剂、木质素磺酸钠的重量比为1:0.5:0.1。水的量可以根据活性成分的目标浓度进行调整。

[0086] 实施例3

[0087] 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。

[0088] 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。

[0089] 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,将所述第三物料以500转/分钟搅拌处理6小时以固化缩聚,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。

[0090] 将25重量%的异恶唑草酮、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61.3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,得到异恶唑草酮悬浮剂。

[0091] 最后,将精异丙甲草胺微囊悬浮剂与异恶唑草酮悬浮剂混合,再加入木质素磺酸钠和水,搅拌均匀,得到精异丙甲草胺和异恶唑草酮的微囊悬浮-悬浮剂。其中,精异丙甲草胺微囊悬浮剂与异恶唑草酮悬浮剂、木质素磺酸钠的重量比为1:0.8:1。水的量可以根据活性成分的目标浓度进行调整。

[0092] 实施例4

[0093] 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。

[0094] 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。

[0095] 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,将所述第三物料以500转/分钟搅拌处理2小时以固化缩聚,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。

[0096] 将25重量%的异恶唑草酮、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61.3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,得到异恶唑草酮悬浮剂。

[0097] 最后,将精异丙甲草胺微囊悬浮剂与异恶唑草酮悬浮剂混合,再加入木质素磺酸钠和水,搅拌均匀,得到精异丙甲草胺和异恶唑草酮的微囊悬浮-悬浮剂。其中,精异丙甲草胺微囊悬浮剂与异恶唑草酮悬浮剂、木质素磺酸钠的重量比为1:1:2。水的量可以根据活性成分的目标浓度进行调整。

[0098] 实施例5

[0099] 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。

[0100] 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。

[0101] 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,将所述第三物料以500转/分钟搅拌处理2小时以固化缩聚,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。

[0102] 将25重量%的异恶唑草酮、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61.3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,得到异恶唑草酮悬浮剂。

[0103] 最后,将精异丙甲草胺微囊悬浮剂与异恶唑草酮悬浮剂混合,再加入木质素磺酸钠和水,搅拌均匀,得到精异丙甲草胺和异恶唑草酮的微囊悬浮-悬浮剂。其中,精异丙甲草胺微囊悬浮剂与异恶唑草酮悬浮剂、木质素磺酸钠的重量比为1:0.2:0.5。水的量可以根据活性成分的目标浓度进行调整。

[0104] 实施例6

[0105] 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。

[0106] 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。

[0107] 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,将所述第三物料以500转/分钟搅拌处理2小时以固化缩聚,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。

[0108] 将25重量%的异恶唑草酮、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61.3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,得到异恶唑草酮悬浮剂。

[0109] 最后,将精异丙甲草胺微囊悬浮剂与异恶唑草酮悬浮剂混合,再加入木质素磺酸钠和水,搅拌均匀,得到精异丙甲草胺和异恶唑草酮的微囊悬浮-悬浮剂。其中,精异丙甲草胺微囊悬浮剂与异恶唑草酮悬浮剂、木质素磺酸钠的重量比为1:0.1:0.01。水的量可以根据活性成分的目标浓度进行调整。

[0110] 实施例7

[0111] 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。

[0112] 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。

[0113] 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,将所述第三物料以500转/分钟搅拌处理2小时以固化缩聚,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。

[0114] 将25重量%的异恶唑草酮、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61.3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,得到异恶唑草酮悬浮剂。

[0115] 最后,将精异丙甲草胺微囊悬浮剂与异恶唑草酮悬浮剂混合,再加入木质素磺酸钠和水,搅拌均匀,得到精异丙甲草胺和异恶唑草酮的微囊悬浮-悬浮剂。其中,精异丙甲草胺微囊悬浮剂与异恶唑草酮悬浮剂、木质素磺酸钠的重量比为1:0.3:0.05。水的量可以根据活性成分的目标浓度进行调整。

[0116] 实施例8

[0117] 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。

[0118] 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。

[0119] 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4重量%的磷酸在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,将所述第三物料以500转/分钟搅拌处理2小时以固化缩聚,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。

[0120] 将25重量%的异恶唑草酮、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61.3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,得到异恶唑草酮悬浮剂。

[0121] 最后,将精异丙甲草胺微囊悬浮剂与异恶唑草酮悬浮剂混合,再加入木质素磺酸钠和水,搅拌均匀,得到精异丙甲草胺和异恶唑草酮的微囊悬浮-悬浮剂。其中,精异丙甲草胺微囊悬浮剂与异恶唑草酮悬浮剂、木质素磺酸钠的重量比为1:0.2:0.03。水的量可以根据活性成分的目标浓度进行调整。

[0122] 实施例9

[0123] 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。

[0124] 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。

[0125] 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,将所述第三物料以500转/分钟搅拌处理2小时以固化缩聚,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。

[0126] 将25重量%的异恶唑草酮、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61.3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,得到异恶唑草酮悬浮剂。

[0127] 最后,将精异丙甲草胺微囊悬浮剂与异恶唑草酮悬浮剂混合,再加入木质素磺酸钠和水,搅拌均匀,得到精异丙甲草胺和异恶唑草酮的微囊悬浮-悬浮剂。其中,精异丙甲草胺微囊悬浮剂与异恶唑草酮悬浮剂、木质素磺酸钠的重量比为1:0.15:0.04。水的量可以根据活性成分的目标浓度进行调整。

[0128] 对比例1

[0129] 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。

[0130] 对比例2

[0131] 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。

[0132] 对比例3

[0133] 与实施例1的区别在于,采用浓度为5重量%的盐酸将第三物料的pH值被调节为2。

[0134] 对比例4

[0135] 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。与实施例1相同方法制备异恶唑草酮悬浮剂,将精异丙甲草胺乳油与异恶唑草酮悬浮剂按重量比为1:0.3混合,得到精异丙甲草胺·异恶唑草酮悬乳剂。

[0136] 对比例5

[0137] 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。

[0138] 对比例6

[0139] 将25重量%的异恶唑草酮、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,得到异恶唑草酮悬浮剂。

[0140] 测试实施例1

[0141] 本测试实施例用于测试实施例1-9和对比例1-3中得到的精异丙甲草胺和异恶唑草酮的微囊悬浮-悬浮剂和对比例4中得到的精异丙甲草胺·异恶唑草酮微悬乳剂的热贮稳定性和低温稳定性。

[0142] 热贮稳定性测试:将实施例1-9和对比例1-3中得到的精异丙甲草胺和异恶唑草酮的微囊悬浮-悬浮剂和对比例4中得到的精异丙甲草胺·异恶唑草酮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。

[0143] 低温稳定性测定:将实施例1-9和对比例1-3中得到的精异丙甲草胺和异恶唑草酮的微囊悬浮-悬浮剂和对比例4中得到的精异丙甲草胺·异恶唑草酮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。

[0144] 表1

[0145]	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99.5%	流动性良好,无分层结块,悬浮率为99.6%
实施例2	流动性良好,无分层结块,悬浮率为98.3%	流动性良好,无分层结块,悬浮率为98.5%
实施例3	流动性良好,无分层结块,悬浮率为97.6%	流动性良好,无分层结块,悬浮率为97.2%
实施例4	流动性良好,无分层结块,悬浮率为97.6%	流动性良好,无分层结块,悬浮率为98.7%
实施例5	流动性良好,无分层结块,悬浮率为96.3%	流动性良好,无分层结块,悬浮率为98.3%
实施例6	流动性良好,无分层结块,悬浮率为97.7%	流动性良好,无分层结块,悬浮率为97.2%
实施例7	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97.7%
实施例8	流动性良好,无分层结块,悬浮率为97.6%	流动性良好,无分层结块,悬浮率为95.3%
实施例9	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97.5%
对比例1	黏度增大,流动性稍差,悬浮率为85.8%	流动性稍差,悬浮率为85.6%
对比例2	黏度增大,流动性差,悬浮率为86.3%	流动性稍差,悬浮率为89.2%
对比例3	凝固	凝固
对比例4	黏度增大,流动性差,悬浮率为78.9%	黏度增大,流动性差,悬浮率为76.5%

[0146] 从表1可以看出,本发明提供的制备方法得到的精异丙甲草胺和异恶唑草酮的微囊悬浮-悬浮剂具有良好的热贮存稳定性和低温贮存稳定性。

[0147] 测试实施例2

[0148] 本测试实施例对实施例1-9、对比例1-3中得到的精异丙甲草胺和异恶唑草酮的微囊悬浮-悬浮剂、对比例4中得到的精异丙甲草胺·异恶唑草酮悬乳剂、对比例5的精异丙甲草胺水乳剂和对比例6的异恶唑草酮悬浮剂对玉米田中马塘、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,分别将实施例1-9、对比例1-3中得到的精异丙甲草胺和异恶唑草酮的微囊悬浮-悬浮剂、对比例4中得到的精异丙甲草胺·异恶唑草酮悬乳剂、对比例5的精异丙甲草胺水乳剂和对比例6的异恶唑草酮悬浮剂配制成活性成分浓度为10重量%的药液。

[0149] 试验地点:江西省南昌市。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。

[0150] 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中得到的精异丙甲草胺和异恶唑草酮的微囊悬浮-悬浮剂、对比例4中得到的精异丙甲草胺·异恶唑草酮悬乳剂、对比例5的精异丙甲草胺水乳剂和对比例6的异恶唑草酮悬浮剂的活性成分浓度为10重量%的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。

[0151] 于施药后10天、20天、30天和50天调查马塘、稗草植株的防治效果,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,调查各处理区马塘、稗草植株的防治效果,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。由表2可知,通过实施例1-9和对比例1-6的对比可知,精异丙甲草胺

和异恶唑草酮微囊悬浮-悬浮剂对马塘和稗草的防治持效期长;对比例1-6的制剂,10天左右的药效与本发明的精异丙甲草胺和异恶唑草酮微囊悬浮-悬浮剂差别不是特别大,但对比例1-6的制剂持效期短,长期药效下降极为明显。由实施例1-9和对比例5-6(精异丙甲草胺单剂和异恶唑草酮单剂)的对比可知,精异丙甲草胺和异恶唑草酮在延长持效期方面和提高株防效方面,具有协同增效的效果。

$$[0152] \quad \text{株防效}(\%) = \frac{\text{空白对照区杂草数} - \text{处理区杂草数}}{\text{空白对照区杂草数}} \times 100\% \quad \text{式(A)}$$

[0153] 表2

	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	89.22	92.52	91.40	84.34	86.95	91.02	88.77	82.52
实施例2	87.42	92.84	91.13	86.34	85.75	91.11	89.22	84.64
实施例3	84.40	91.04	90.25	85.33	81.25	91.61	88.52	83.56
实施例4	84.54	92.24	89.57	88.00	83.05	91.43	88.25	86.97
实施例5	82.57	91.24	90.53	84.84	80.43	90.87	89.52	81.43
实施例6	81.87	90.54	89.28	87.57	78.51	89.23	86.53	85.78
实施例7	82.51	91.53	90.85	86.54	81.36	90.21	89.87	84.98
实施例8	82.65	91.36	91.21	85.54	81.87	91.35	89.12	82.84
实施例9	86.54	92.35	93.57	83.87	83.51	91.69	92.24	81.98
对比例1	80.42	76.78	61.24	50.36	77.44	76.39	56.54	43.35
对比例2	79.87	75.89	62.54	51.21	76.12	72.45	58.63	43.98
对比例3	75.78	72.65	61.12	58.52	73.78	69.35	56.69	54.35
对比例4	80.25	77.51	66.69	54.78	77.54	75.32	61.52	45.58
对比例5	80.85	78.74	67.25	52.36	58.96	47.36	43.25	35.41
对比例6	78.25	73.63	68.85	54.47	55.14	42.25	43.98	37.87

[0154] 测试实施例3

[0156] 本测试实施例对实施例1-9、对比例1-3中得到的精异丙甲草胺和异恶唑草酮的微囊悬浮-悬浮剂、对比例4中得到的精异丙甲草胺·异恶唑草酮微悬乳剂、对比例5的精异丙甲草胺水乳剂和对比例6的异恶唑草酮悬浮剂对高粱田中马塘、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,分别将实施例1-9、对比例1-3中得到的精异丙甲草胺和异恶唑草酮的微囊悬浮-悬浮剂、对比例4中得到的精异丙甲草胺·异恶唑草酮微悬乳剂、对比例5的精异丙甲草胺水乳剂和对比例6的异恶唑草酮悬浮剂配制成活性成分浓度为10重量%的药液。

[0157] 试验地点:河北省石家庄市。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。

[0158] 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中得到的精异丙甲草胺和异恶唑草酮的微囊悬浮-悬浮剂、对比例4中得到的精异丙甲草胺·异恶唑草酮悬乳剂、对比例5的精异丙甲草胺水乳剂和对比例6的异恶唑草酮悬浮剂的活性成分浓度为10重量%的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。

[0159] 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,调查各处理区马塘、稗草植株的防治效果,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:

[0160] 表3

[0161]

	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	87.63	86.65	93.45	92.65	92.54	91.65	87.56	87.12
实施例 2	86.54	84.58	93.32	92.35	92.54	90.55	85.25	86.66
实施例 3	84.54	86.84	92.55	93.54	92.36	92.87	85.54	86.32
实施例 4	84.68	85.87	93.54	93.78	90.36	92.65	87.65	89.23
实施例 5	85.54	85.21	91.54	93.87	91.24	92.54	85.54	86.21
实施例 6	85.00	88.02	93.35	93.51	90.64	91.65	84.32	83.54
实施例 7	84.36	84.25	92.69	92.04	91.02	92.06	85.54	86.32
实施例 8	86.32	86.32	93.21	93.65	92.16	91.39	90.54	89.54
实施例 9	89.54	87.21	93.02	93.01	91.05	92.06	85.30	86.42
对比例 1	81.02	82.54	66.54	69.58	53.54	53.54	40.54	42.54
对比例 2	80.54	82.54	65.21	66.54	53.54	53.04	33.54	39.01
对比例 3	80.55	83.01	65.54	63.97	51.55	52.34	38.01	37.06
对比例 4	77.54	82.69	63.69	67.36	60.54	53.00	37.01	32.65
对比例 5	78.21	80.03	73.45	74.95	59.89	59.54	35.55	35.84
对比例 6	77.21	79.54	74.57	72.02	60.54	57.21	36.65	37.21

[0162] 由表3可知,通过实施例1-9和对比例1-6的对比可知,精异丙甲草胺和异恶唑草酮微囊悬浮-悬浮剂对马塘和稗草的防治持效期长;对比例1-6的制剂持效期短,长期药效下降极为明显。由实施例1-9和对比例5-6(精异丙甲草胺单剂和异恶唑草酮单剂)的对比可知,精异丙甲草胺和异恶唑草酮在延长持效期方面和提高株防效方面,具有协同增效的效果。

[0163] 本方法制备的精异丙甲草胺和异恶唑草酮的微囊悬浮-悬浮剂效果均大大好于精异丙甲草胺水乳剂单剂、异恶唑草酮悬浮剂单剂。本公开的精异丙甲草胺和异恶唑草酮的微囊悬浮-悬浮剂相对于精异丙甲草胺·异恶唑草酮的其他剂型,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。

[0164] 最后应说明的是:以上实施例仅用以说明本发明的技术方案,而非对其限制;尽管参照前述实施例对本发明进行了详细的说明,本领域的普通技术人员应当理解:其依然可以对前述各实施例所记载的技术方案进行修改,或者对其中部分技术特征进行等同替换;而这些修改或者替换,并不使相应技术方案的本质脱离本发明各实施例技术方案的精神和范围。