

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200810107286.8

[51] Int. Cl.

A01N 25/04 (2006.01)

A01N 25/28 (2006.01)

A01N 43/90 (2006.01)

A01P 7/00 (2006.01)

[43] 公开日 2010年1月13日

[11] 公开号 CN 101622987A

[22] 申请日 2008.10.24

[21] 申请号 200810107286.8

[71] 申请人 江西正邦化工有限公司

地址 330096 江西省南昌市高新技术开发区
高新大道578号

[72] 发明人 宋艳丽 周学强 王成龙 李渊泉
朱植银

[74] 专利代理机构 南昌佳诚专利事务所

代理人 闵蓉 刘守正

权利要求书3页 说明书7页

[54] 发明名称

一种甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微囊悬浮剂及其制备方法

[57] 摘要

一种甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微囊悬浮剂及其制备方法，涉及一种农药杀虫剂及其制备方法。通过将甲代苯撑异氰酸酯和环己异氰酸酯的混合物与胺发生反应得到微囊化产品，可以减少有效成份甲氨基阿维菌素苯甲酸盐在贮存及使用过程中的光降解率，提高有效成份在微囊悬浮剂中的稳定性，进一步提高有效成分利用率、减缓害虫的抗药性增长速度、提高了对害虫防治效果，兼有速效和长效。

1、一种甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微囊悬浮剂，其特征在于：该制剂的油相采用以下重量含量的物质为原料：

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 0.1-20%；

甲代苯撑异氰酸酯和环己异氰酸酯的混合物 1-12%，甲代苯撑异氰酸酯：环己异氰酸酯的重量比为 1：0.3-2；

脂肪烃 10-90%；

油溶性聚合分散剂 1-15%；

胺 0.1-5%；

该制剂的水相基本上由水组成，水的重量含量为 15-50%，另外还可以包括聚乙烯醇和阿拉伯树胶的混合物，聚乙烯醇和阿拉伯树胶的重量含量分别为 0.1-3%、0.01-8%；

该制剂还可包括下列重量含量的助剂：

乳化剂 1-8%；

分散剂 1-8%；

防腐剂 0.05-0.5%；

增稠剂 0.01-0.2%。

2、根据权利要求 1 所述的一种甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微囊悬浮剂，其特征在于：该制剂的油相采用以下重量含量的物质为原料：

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 0.1-20%；

甲代苯撑异氰酸酯和环己异氰酸酯的混合物 2-10%，甲代苯撑异氰酸酯：环己异氰酸酯为 1：0.5-1.5；

脂肪烃 30-70%；

油溶性聚合分散剂 3-10%；

胺 0.5-2%；

该制剂的水相基本上由水组成，水的重量含量为 15-50%，另外还可以包括聚乙烯醇和阿拉伯树胶的混合物，聚乙烯醇和阿拉伯树胶的重量含量分别为 0.1-1%、0.05-5%；

该制剂还可包括下列重量含量的助剂：

乳化剂 2-5%；

分散剂 2-5%；

防腐剂 0.1-0.3%；

增稠剂 0.05-0.15%。

所述甲代苯撑异氰酸酯和环己异氰酸酯的混合物的重量百分比为：甲代苯撑异氰酸酯：环己异氰酸酯为 1：0.3-2，优选 1：0.5-1.5。

3、根据权利要求 1 所述的一种甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微囊悬浮剂，其特征在于：所述助剂中可不含乳化剂。

4、根据权利要求 1 所述的一种甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微囊悬浮剂，其特征在于：所述的脂肪烃包括石蜡油、矿物油中的一种或两种混合物。

5、根据权利要求 1 所述的一种甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微囊悬浮剂，其特征在于：所述的油溶性聚合分散剂包括烷基乙烯吡咯烷酮共聚物类、磷酸酯类、聚合羟基硬脂酸类中的一种或两种混合物。

6、根据权利要求 1 所述的一种甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微囊悬浮剂，其特征在于：所述的胺包括亚乙基-1, 2-二胺、二亚乙基三胺、三亚乙基四胺中的一

种或两种混合物。

7、一种甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微囊悬浮剂的制备方法，其特征在于，该方法包括以下工艺步骤：

(1) 制备油相

在室温条件下，将甲氨基阿维菌素苯甲酸盐、脂肪烃、油溶性聚合分散剂混合研磨后，一边搅拌一边加入甲代苯撑异氰酸酯和环己异氰酸酯，制成油相，此时反应温度升高，需将升高的温度控制在 20-50℃；

(2) 制备水相

将聚乙烯醇和阿拉伯树胶加入水中制成水相，加热使聚乙烯醇和阿拉伯树胶更快溶解，此过程应将温度控制在 30-100℃，溶解后冰水冷却；

(3) 制备微囊悬浮剂

经过分散机的搅拌混合，将油相分散在水相中，搅拌转速为 20000 转/分，分散时应将温度控制在 10-40℃；待温度降至 15℃以下，加入胺溶液，然后一边加热一边搅拌，达到要求温度后停止加热，并保温继续搅拌 20 小时，此过程加热温度控制在 40-80℃；待冷却至室温条件下，加入防腐剂、分散剂、乳化剂、增稠剂等助剂，加入助剂后温度会升高，此时应将温度控制在 10-50℃，得到甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微囊悬浮剂。

8、根据权利要求 7 所述的一种甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微囊悬浮剂的制备方法，其特征在于：所述步骤 (2) 中，制备水相时温度控制在 30-90℃。

9、根据权利要求 7 所述的一种甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微囊悬浮剂的制备方法，其特征在于：所述步骤 (3) 中，分散温度控制在 10-30℃；加热温度控制在 50-70℃；加入助剂时温度控制在 10-40℃。

一种甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微囊悬浮剂及其制备方法

技术领域

本发明涉及一种农药杀虫剂及其制备方法，尤其涉及一种甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微囊悬浮剂及其制备方法。

背景技术

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐（emamectin benzoate）是农用抗生素阿维菌素 B1 的修饰产物，它具有超高效、低毒(制剂近无毒)、无残留、无公害等优势，杀虫活性较阿维菌素提高了 1-3 个数量级，既有胃毒作用又兼触杀作用，对鳞翅目昆虫的幼虫和其它许多害虫及螨类的活性极高，已证明在非常低的剂量 (0.084-2g/ha) 下也具有很好的效果，目前生产上主要与其他有效成分复配制成乳油、微乳剂、水乳剂、水分散粒剂等剂型。

近些年，农药的微囊化因其增加有效成分的稳定性、残效期长、降低接触毒性、异味减轻、减少有害溶剂用量以及降低对环境的污染等方面的优势，受到农药制剂领域的广泛关注。由于甲氨基阿维菌素苯甲酸盐易发生光解，尤其水和某些溶剂会明显加速其光解，大大降低了其药效，制成微囊化剂型可以减弱其光解特性，与其他剂型比较具有一定的优势。

发明内容

本发明的目的是提供一种甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微囊悬浮剂及其制备方法，将甲代苯撑异氰酸酯和环己异氰酸酯的混合物与胺发生反应得到微囊化产品，可以减少有效成份甲氨基阿维菌素苯甲酸盐在贮存及使用过程中的光降解率，提高有效成份在微囊悬浮剂中的稳定性，进一步提高有效成分利用率、减

缓抗性发展。

本发明的目的可以采用以下技术方案来实现：

一种甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微囊悬浮剂，其特征在于：该制剂的油相采用以下重量含量的物质为原料：

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 0.1-20%；

甲代苯撑异氰酸酯和环己异氰酸酯的混合物 1-12%，优选 2-10%；

脂肪烃 10-90%，优选 30-70%；

油溶性聚合分散剂 1-15%，优选 3-10%；

胺 0.1-5%，优选 0.5-2%；

该制剂的水相基本上由水组成，水的重量含量为 15-50%，另外还可以包括聚乙烯醇和阿拉伯树胶的混合物，聚乙烯醇和阿拉伯树胶的重量含量分别为 0.1-3%，优选 0.1-1%、0.01-8%，优选 0.05-5%；

该制剂还可包括下列重量含量的助剂：

乳化剂 1-8%，优选 2-5%；

分散剂 1-8%，优选 2-5%；

防腐剂 0.05-0.5%，优选 0.1-0.3%；

增稠剂 0.01-0.2%，优选 0.05-0.15%。

所述甲代苯撑异氰酸酯和环己异氰酸酯的混合物的重量比为：甲代苯撑异氰酸酯：环己异氰酸酯为 1：0.3-2，优选 1：0.5-1.5。

所述助剂中可不含乳化剂。

所述的脂肪烃包括石蜡油、矿物油中的一种或两种混合物。

所述的油溶性聚合分散剂包括烷基乙烯吡咯烷酮共聚物类例如 Agrimer AL

10 LC (ISP 公司生产)、磷酸酯类例如 Hordaphos 215 (Clariant 公司生产)、聚合羟基硬脂酸类例如 Atlox LP (Uniqema 公司生产)中的一种或两种混合物。

所述的胺包括亚乙基-1, 2-二胺、二亚乙基三胺、三亚乙基四胺中的一种或两种混合物。

所述的乳化剂包括非离子嵌段共聚物例如 Atlox 4912 (Uniqema 公司生产)、Ethylan NS-500LQ (阿克苏诺贝尔公司生产)、Pluronic PE (巴斯夫公司生产)中的一种或两种混合物。

所述的分散剂包括苯酚甲醛缩合物类例如 Baykanol SL (拜尔公司生产)、聚羧酸盐类例如 Tersperse 2700 (Huntsman 公司生产)、萘磺酸盐类例如 Tamol NN (巴斯夫公司生产)、苯乙烯基苯酚乙氧化物类例如 Soprophor 4D 384 (罗地亚公司生产)中的一种或两种混合物。

所述的防腐剂包括 Preventol D2、Preventol D7 (拜尔公司生产)中的一种或两种混合物。

所述的增稠剂包括黄原胶类例如 Kelcan S、Manugel XG (ISP 公司生产)中的一种或两种混合物。

上述甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微囊悬浮剂的制备方法,其特征在于,该方法包括以下工艺步骤:

(1) 制备油相

在室温条件下,将甲氨基阿维菌素苯甲酸盐、脂肪烃、油溶性聚合分散剂混合研磨后,一边搅拌一边加入甲代苯撑异氰酸酯和环己异氰酸酯,制成油相,此时反应温度升高,需将升高的温度控制在 20-50℃;

(2) 制备水相

将聚乙烯醇和阿拉伯树胶加入水中制成水相，加热使聚乙烯醇和阿拉伯树胶更快溶解，此过程应将温度控制在 30-100℃，溶解后冰水冷却；

(3) 制备微囊悬浮剂

经过分散机的搅拌混合，将油相分散在水相中，搅拌转速为 20000 转/分，分散时应将温度控制在 10-40℃；待温度降至 15℃以下，加入胺溶液，然后一边加热一边搅拌，达到要求温度后停止加热，并保温继续搅拌 20 小时，此过程加热温度控制在 40-80℃；待冷却至室温条件下，加入防腐剂、分散剂、乳化剂、增稠剂等助剂，加入助剂后温度会升高，此时应将温度控制在 10-50℃，得到甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微囊悬浮剂。

所述步骤（2）中，制备水相时温度优选控制在 30-90℃。

所述步骤（3）中，分散温度优选控制在 10-30℃；加热温度优选控制在 50-70℃；加入助剂时温度优选控制在 10-40℃。

本发明可直接兑水稀释喷雾使用。

本发明的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微囊悬浮剂与现有技术相比，产生以下有益效果：（1）提高有效成份甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的稳定性，提高有效成份的利用率，减缓害虫的抗药性增长速度；（2）明显提高了对害虫防治效果，兼有速效和长效，（3）可替代高毒农药，并大幅度减少田间用药量，有效减少环境污染和农药残留。

具体实施方式

下面结合实施例对本发明进一步说明。

实施例1

(1) 制备油相：在室温条件下，将1.8g甲氨基阿维菌素苯甲酸盐、20gAtlox

LP和100g矿物油混合研磨后，一边搅拌一边加入5g甲代苯撑异氰酸酯和3g环己异氰酸酯，此时反应温度升高，将升高的温度控制在30℃；

(2) 制备水相：加热至70℃，将1g聚乙烯醇和6g阿拉伯树胶溶解于130g去离子水中，溶解后冰水冷却；

(3) 制备微囊悬浮剂：将油相和水相混合后用分散机以20000转/分的转速进行分散，分散时温度控制在30℃，待温度降至15℃以下，加入2.8g二亚乙基三胺和2.8g水的混合物，一边搅拌一边加热至50℃，保温在50℃搅拌20小时，待冷却至室温条件下，加入0.3g Preventol D2、0.3g Preventol D7、6g Tersperse 2700、6g Pluronic PE、8g 2%Kelcan S溶液，此时温度升高，将温度控制在40℃，最终得到甲氨基阿维菌素苯甲酸盐含量为0.6%、平均粒径为11.8微米的微囊悬浮剂。

实施例2

(1) 制备油相：在室温条件下，将30g甲氨基阿维菌素苯甲酸盐、200g Atlox LP和1000g矿物油混合，研磨后一边搅拌一边加入16g甲代苯撑异氰酸酯和12g环己异氰酸酯，此时反应温度升高，将升高的温度控制在40℃；

(2) 制备水相：加热至70℃，将12g聚乙烯醇和3g阿拉伯树胶溶解于350g去离子水中，溶解后冰水冷却；

(3) 制备微囊悬浮剂：将油相和水相混合后用分散机以20000转/分的转速进行分散，分散时温度控制在40℃，待温度降至20℃以下，加入20g 50%二亚乙基三胺溶液，一边搅拌一边加热至55℃，保持温度在55℃搅拌20小时，待冷却至室温条件下，加入0.8g Preventol D2、0.8g Preventol D7、30g Baykanol SL、44g 2%Kelcan S溶液，此时温度升高，将温度控制在30℃，最终得到甲氨基阿维菌素苯甲酸盐含量为1%、平均粒径为11.4微米的微囊悬浮剂。

实施例3

(1) 制备油相：在室温条件下，将60g甲氨基阿维菌素苯甲酸盐、200g Atlox LP和1000g矿物油混合，研磨后一边搅拌一边加入16g甲代苯撑异氰酸酯和12g环己异氰酸酯，此时反应温度升高，将升高的温度控制在20℃；

(2) 制备水相：加热至70℃，将12g聚乙烯醇和3g阿拉伯树胶溶解于350g去离子水中，溶解后冰水冷却；

(3) 制备微囊悬浮剂：将油相和水相混合后用分散机以20000转/分的转速进行分散，分散时温度控制在20℃。待温度降至20℃以下，加入20g 50%二亚乙基三胺溶液，一边搅拌一边加热至55℃，保持温度在55℃搅拌20小时，待冷却至室温条件下，加入0.8g Preventol D2、0.8g Preventol D7、30g Baykanol SL、44g 2%Kelcan S溶液，此时温度升高，将温度控制在50℃，最终得到甲氨基阿维菌素苯甲酸盐含量为3.4%、平均粒径为11.4微米的微囊悬浮剂。

实施例4

(1) 制备油相：在室温条件下，将200g甲氨基阿维菌素苯甲酸盐、200g Atlox LP和1000g矿物油混合，研磨后一边搅拌一边加入47g甲代苯撑异氰酸酯和35g环己异氰酸酯，此时反应温度升高，将升高的温度控制在50℃；

(2) 制备水相：加热至70℃，将12g聚乙烯醇和62g阿拉伯树胶溶解于1300g去离子水中，溶解后冰水冷却；

(3) 制备微囊悬浮剂：将油相和水相分别用泵打入反应罐中，用分散机以20000转/分的转速进行分散，分散时温度控制在10℃，待温度降至15℃以下，加入27.5g二亚乙基三胺和27.5g水的混合物，一边搅拌一边加热至50℃，并在50℃保温搅拌20小时，待冷却至室温条件下，加入2.5g Preventol D2、2.5g Preventol D7、56g Soprophor 4D 384、56g Ethylan NS-500LQ、75g 2%Kelcan S溶液，此时温度升高，将温度控制在30℃，最终得到甲氨基阿维菌素苯甲酸盐含量为6.4%、平均粒径为11.8微米的微囊悬浮剂。

用途实施例

实施例A 光解稳定性试验

在室内紫外光（40W）下照射不同时间，本发明的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微囊悬浮剂及相同含量的乳油、微乳剂的降解率如表1所示。

表1 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微囊悬浮剂及乳油、微乳剂的光降解率

处理	6h 光降解率	24h 光降解率	48h 光降解率
实施例2	1.02	2.13	4.05
1%甲维盐乳油	4.06	7.03	10.27
1%甲维盐微乳剂	4.55	6.87	12.79

从表1可以看出甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微囊悬浮剂较乳油和微乳剂的光降解率低很多，可见微囊悬浮剂在光解稳定性方面的优势。

实施例B 生测试验

本发明的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微囊悬浮剂防治十字花科蔬菜甜菜夜蛾药效试验结果如表2所示：

表2 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微囊悬浮剂

防治十字花科蔬菜甜菜夜蛾药效试验结果表

处理	处理浓度	药前 虫基数	药后第3 天防效%	药后第7 天防效%	药后第14 天防效%
实施例3	4000倍	152	91.63	96.52	98.27
2%甲维盐 乳油	4000倍	145	90.85	87.67	83.52
2%甲维盐 微乳剂	4000倍	148	91.78	89.56	87.98
空白 对照	—	140	-2.54	-7.62	-18.75

表2中数据为4次重复的平均值。

从表2可以看出，甲氨基阿维菌素苯甲酸盐微囊悬浮剂在药后第3天的防效与相同浓度的乳油、微乳剂相当，但药后第3天和第7天的防效明显高于另外两种剂型，可见微囊悬浮剂在持效方面的优势。