



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101642099 B

(45) 授权公告日 2012. 10. 17

(21) 申请号 200910169681. 3

(22) 申请日 2009. 08. 31

(73) 专利权人 桂林集琦生化有限公司

地址 541004 广西壮族自治区桂林市育才路
55 号

专利权人 郭正
陈铖

(72) 发明人 郭正 陈铖

(51) Int. Cl.

A01N 25/30 (2006. 01)

A01N 25/04 (2006. 01)

A01N 43/90 (2006. 01)

A01N 37/28 (2006. 01)

A01N 47/18 (2006. 01)

A01N 43/16 (2006. 01)

A01N 43/713 (2006. 01)

A01N 47/02 (2006. 01)

A01N 43/54 (2006. 01)

A01P 7/00 (2006. 01)

A01P 3/00 (2006. 01)

A01P 7/02 (2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101379964 A, 2009. 03. 11, 权利要求, 实施例.

CN 1899038 A, 2007. 01. 24, 说明书第 3 页倒数第 2 段.

CN 101444203 A, 2009. 06. 03, 全文.

CN 101099490 A, 2008. 01. 09, 摘要, 权利要求.

章晓花. 添加 Silwet 有机硅助剂对农药增效作用的研究. 《中国农技推广》. 2008, 第 24 卷 (第 12 期), 36-38.

审查员 蔡丽红

权利要求书 1 页 说明书 8 页

(54) 发明名称

一种含有机硅表面活性剂的农药悬浮剂及其制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种含有有机硅表面活性剂的农药悬浮剂及其制备方法。将一种或几种农药活性成分混合均匀后, 再加入润湿分散剂、有机硅表面活性剂, 以及增稠剂、稳定剂、消泡剂、防冻剂、触变剂、PH 调节剂等其它辅助成分和去离子水一起于球磨机中球磨制成悬浮剂。本发明的农药制剂, 表面张力低, 在靶标表面润湿性好, 渗透能力强, 药效好, 可明显提高农药的利用率。

CN 101642099 B

1. 一种农药悬浮剂,其为 20%阿维菌素·虫酰肼悬浮剂,其中各组分含量按重量计为:阿维菌素 1%、虫酰肼 19%,分散剂 SFR4%、润湿剂 NNO 3%,有机硅表面活性剂 5%、有机硅消泡剂 1%、防冻剂乙二醇 3.0%、增稠剂黄原胶 1%、PH 调节剂 1.0%、稳定剂苯甲酸钠 1%、硅酸镁铝 3.0%、加水至 100%。

2. 一种农药悬浮剂,其为 28%多菌灵·井冈霉素悬浮剂,其中各组分含量按重量计为:多菌灵 24%、井冈霉素 4%,润湿分散剂 MF7%、有机硅表面活性剂 8%、有机硅消泡剂 1%、防冻剂丙三醇 3.0%、增稠剂黄原胶 1%,助悬剂硅酸镁铝 2%、PH 调节剂 1.0%、稳定剂山梨酸钾 0.5%、加水至 100%。

3. 一种农药悬浮剂,其为 20%四螨嗪悬浮剂,其中各组分含量按重量计为:四螨嗪 20%、润湿剂 Morwet EFW 2%,分散剂 Morwet D-4254%、有机硅表面活性剂 2%、有机硅消泡剂 1%、防冻剂乙二醇 2.0%、增稠剂羟甲基纤维素 0.5%、PH 调节剂 1.0%、稳定剂山梨酸钾 0.5%,加水至 100%。

4. 一种农药悬浮剂,其为 5%氟虫腈悬浮剂,其中各组分含量按重量计为:氟虫腈 20%、润湿剂 Morwet EFW 2%,分散剂 Morwet D-4254%、有机硅表面活性剂 8%、有机硅消泡剂 1%、防冻剂丙三醇 3.0%、增稠剂羟甲基纤维素 0.5%、PH 调节剂 1.0%、稳定剂苯甲酸钠 0.5%,加水至 100%。

5. 一种农药悬浮剂,其为 20%虫酰肼悬浮剂,其中各组分含量按重量计为:虫酰肼 20%、润湿剂 Morwet EFW 3%,分散剂 Morwet D-4253%、有机硅表面活性剂 6%、有机硅消泡剂 1%、防冻剂乙二醇 5.0%、增稠剂黄原酸胶 0.5%、PH 调节剂 1.0%、稳定剂苯甲酸钠 0.5%,加水至 100%。

6. 一种农药悬浮剂,其为 30%啞霉胺悬浮剂,其中各组分含量按重量计为:啞霉胺 30%、润湿剂 Morwet EFW 3%,分散剂 Morwet D-4255%、有机硅表面活性剂 8%、有机硅消泡剂 1%、防冻剂乙二醇 5.0%、增稠剂黄原酸胶 0.5%、稳定剂苯甲酸钠 0.5%,加水至 100%。

一种含有机硅表面活性剂的农药悬浮剂及其制备方法

技术领域：

[0001] 本发明涉及农药领域，更具体涉及一种新型农药助剂在农药悬浮剂中的使用方法及该悬浮制剂的制备方法。

背景技术：

[0002] 使用农药防治病虫害是保证农产品优质高产不可缺少的手段。现代农药剂型向水基化、超微化、无粉尘和控制释放发展，其中水基化就是农药发展的主要方向之一。用水作为载体的农药悬浮剂可以减少有机溶剂的用量，又没有可湿粉剂和粉剂带来的粉尘污染，并且降低了农药生产成本，已成为农药制剂中一种极为重要的剂型。农药要发挥高的使用效率，首先要有更多的农药药液在靶标物质上铺展和滞留。这就要求药液具有较低的表面张力，在靶标表面具有良好的润湿性和渗透性。否则就会造成药液流失，这样必然会影响药效，直接对环境造成了严重的污染。同时，由于药效不高，农民必然会加大施药力度和强度，既造成了农药使用成本的增加，也造成了农药残留的严重超标。因此，提高农药利用率是降低用药成本，减少环境污染，降低农药残留的根本。

[0003] 与传统表面活性剂相比，有机硅表面活性剂具有良好的润湿性、较强的粘附力、超强的扩展能力和好的渗透能力。由于具有较低的表面张力，其气孔渗透率高，具有良好的抗雨冲刷性。作为一种新型的、高效的农药助剂，其在农药工业中具有广阔的应用前景。

[0004] 因此，在本发明中将新型的表面活性剂 - 有机硅表面活性剂加入到农药悬浮制剂中，制得了一种物理稳定性、化学稳定性、制剂功效性俱佳的农药悬浮剂。

[0005] 技术内容：

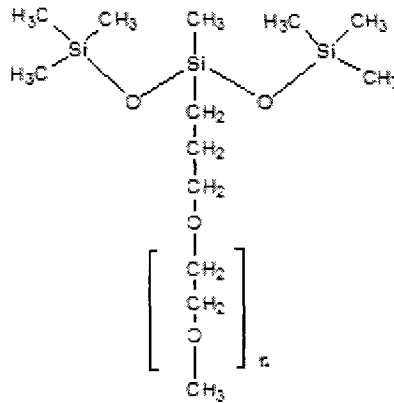
[0006] 本发明的目的是提出一种含有有机硅表面活性剂的农药悬浮剂及其制备方法。

[0007] 本发明的农药悬浮剂由农药活性物质、有机硅表面活性剂、辅助成分和水组成。

[0008] 其中的农药活性物质为选自杀虫剂氟虫腈、毒死蜱、阿维菌素、甲氨基阿维菌素、甲氨基阿维菌素苯甲酸盐、虫酰肼、吡虫啉、丁醚脲；杀菌剂选自丙环唑、苯醚甲环唑、井冈霉素、甲基硫菌灵、多菌灵、福美双、嘧霉胺、苏云金杆菌；除草剂烟嘧磺隆、精喹禾灵、高效氟吡甲禾灵、莠去津；杀螨剂四螨嗪、三唑锡；植物生长调节剂赤霉素中的一种或几种。

[0009] 其中的有机硅表面活性剂可以是本领域技术人员公知的那些。优选具有 T 型结构，由全部是甲基化硅氧烷组成的骨架，带着一个或一个以上的聚醚尾巴的三硅氧烷。更优选 GE 公司生产的 Silwet408、Silwet625、Silwet618 以及 Silwet806，Doro Elaneo 公司生产的 Boost，或 DocoCorning 公司生产的 Sylgard309 等。具体的结构通式为

[0010]



[0011] 本发明的农药悬浮剂还含有辅助成分。所述的辅助成分为润湿分散剂、消泡剂、防冻剂、增稠剂、pH 调节剂和稳定剂。其中润湿分散剂可以是选自木质素磺酸钠、木质素磺酸钙、月桂醇聚氧乙烯基醚硫酸钠、烷基萘甲醛缩合物磺酸盐、十二烷基苯磺酸钠、十二烷基硫酸钠、油酸钠、油酸钾、烷基聚氧乙烯醚磺酸盐、烷基酚聚氧乙烯醚甲醛缩合物、烷基酚聚氧乙烯醚、壬基酚聚氧乙烯醚、聚氧乙烯聚氧丙烯醚嵌段共聚物、拉开粉、十二烷基聚氧乙烯醚磷酸酯、烷基萘甲醛缩合物磺酸盐中的一种或几种。

[0012] 增稠剂可以是选自黄原胶、杂多糖、羟甲基纤维素、羟乙基纤维素、甲基纤维素、阿拉伯胶、海藻酸钠、聚乙烯醇、硅酸镁铝中的任一种或几种。

[0013] 稳定剂可以是选自表氯醇、邻苯三酚、丁基缩水甘油醚、山梨酸钾、苯甲酸钠、环氧化大豆油、亚麻油、BHA、BHT、柠檬酸、PABA、蓖麻油、橄榄油、对苯二酚、二萘酚、水杨酸、可溶性淀粉中的一种或几种。

[0014] 消泡剂可以是选自硅油、硅酮类、C10-20 饱和脂肪酸类、C8-10 脂肪醇类中的一种或几种。

[0015] 防冻剂为选自乙二醇、丙二醇、丙三醇、聚乙二醇、山梨醇、脲素中的一种或几种。

[0016] pH 调节剂为选自氢氧化钠、氨水、醋酸、盐酸、柠檬酸和磷酸中的一种或几种。

[0017] 本发明的含有有机硅表面活性剂的农药悬浮剂组成为按重量计农药活性成分 0.5%~80%，有机硅表面活性剂为 0.5%~25%，其余为辅助成分和水。

[0018] 更进一步地，本发明的农药悬浮剂的组成按重量计为：

[0019] 农药活性成分 0.5%~80% 润湿分散剂 0.5%~30%

[0020] 有机硅表面活性剂 0.5%~25% 消泡剂 1.0%~10%

[0021] 防冻剂 0.2%~5.0% 增稠剂 0.3%~10%

[0022] pH 调节剂 0.1%~5.0% 稳定剂 0.01%~20%

[0023] 水 15%~80%。

[0024] 本发明的农药悬浮剂可以通过以下方法制备：

[0025] 将农药活性成分与润湿分散剂充分搅拌混合，或者先将几种农药活性成分按比例混合均匀，再与润湿分散剂充分搅拌混合。然后依次加入有机硅表面活性剂、消泡剂、增稠剂、稳定剂、防冻剂、触变剂、pH 调节剂和去离子水，边加入边搅拌均匀，于球磨机中球磨 2.5-4 小时，得到粒径在 5um 以下的悬浮剂。

[0026] 本发明的农药悬浮剂由于将农药活性成分以微细化的颗粒分散于水中，并在其中加入了有机硅表面活性剂，因而具有以下优点：(1) 闪点高，不燃烧，不爆炸，生产贮存和使

用安全；(2) 粉尘少，环境污染小，对生产者和使用者以及环境安全；(3) 以水为基质，资源丰富，产品成本低，容易包装；(4) 该制剂喷雾后具有低的表面张力，在靶标表面润湿性好，铺展和渗透能力强，以细小颗粒分布于靶标表面，有利于提高药效；(5) 有机硅助剂能显著降低溶液表面张力，降低药液与靶标之间的接触角，因此能促进药液经气孔渗透进入表皮，药液吸收快，从而能够降抵抗雨水的冲刷。

[0027] 本发明提供了一种高效、低毒、生物有效利用率高，对环境较为友好的农药悬浮剂。该制剂以水代替有机溶剂，并将新型表面活性剂-有机硅表面活性剂引入到农药悬浮剂的加工中，借助分散剂和球磨机的物理分散作用，将农药活性成分以 5um 以下均匀分散于水中，形成一种物理稳定性、化学稳定性、制剂功效性俱佳的农药悬浮剂。本发明制备工艺简单，生产成本低。

具体实施方式：

[0028] 为了更好的理解本发明的本质，下面用实例来详细说明本发明的技术内容，但本发明的内容并不局限于此。

[0029] 实施例一：20%阿维菌素·虫酰肼悬浮剂

[0030] 各组分含量按重量计为阿维菌素 1%、虫酰肼 19%，分散剂 SFR 4%、润湿剂 NNO 3%，有机硅表面活性剂 5%、有机硅消泡剂 1%、防冻剂乙二醇 3.0%、增稠剂黄原胶 1%、PH 调节剂 1.0%、稳定剂苯甲酸钠 1%、硅酸镁铝 3.0%、加水至 100%。

[0031] 制备过程为：先将阿维菌素、虫酰肼与润湿分散剂充分搅拌混合，然后依次加入有机硅表面活性剂、消泡剂、增稠剂、稳定剂、防冻剂、触变剂、PH 调节剂和去离子水，边加入边搅拌均匀，于球磨机中球磨 2.5-4 小时，得到粒径在 5um 以下的悬浮剂。

[0032] 实施例二：28%多菌灵·井冈霉素悬浮剂

[0033] 各组分含量按重量计为多菌灵 24%、井冈霉素 4%，润湿分散剂 MF7%、有机硅表面活性剂 8%、有机硅消泡剂 1%、防冻剂丙三醇 3.0%、增稠剂黄原胶 1%，助悬剂硅酸镁铝 2%、PH 调节剂 1.0%、稳定剂山梨酸钾 0.5%、加水至 100%。

[0034] 制备过程为：先将多菌灵原药、井冈霉素原液与润湿分散剂充分搅拌混合，然后依次加入有机硅表面活性剂、消泡剂、增稠剂、稳定剂、防冻剂、PH 调节剂和去离子水，边加入边搅拌均匀，于球磨机中球磨 2.5-4 小时，得到粒径在 5um 以下的悬浮剂。

[0035] 实施例三：20%四螨嗪悬浮剂

[0036] 各组分含量按重量计为四螨嗪 20%、润湿剂 Morwet EFW 2%，分散剂 Morwet D-4254%、有机硅表面活性剂 2%、有机硅消泡剂 1%、防冻剂乙二醇 2.0%、增稠剂羟甲基纤维素 0.5%、PH 调节剂 1.0%、稳定剂山梨酸钾 0.5%，加水至 100%。

[0037] 制备过程为：先将 95%四螨嗪原药与润湿剂、分散剂充分搅拌混合，然后依次加入有机硅表面活性剂、有机硅消泡剂、增稠剂、稳定剂、防冻剂、PH 调节剂和去离子水，边加入边搅拌均匀，于球磨机中球磨 2.5-4 小时，得到粒径在 5um 以下的悬浮剂。

[0038] 实施例四：5%氟虫腓悬浮剂

[0039] 各组分含量按重量计为氟虫腓 20%、润湿剂 Morwet EFW 2%，分散剂 Morwet D-4254%、有机硅表面活性剂 8%、有机硅消泡剂 1%、防冻剂丙三醇 3.0%、增稠剂羟甲基纤维素 0.5%、PH 调节剂 1.0%、稳定剂苯甲酸钠 0.5%，加水至 100%。

[0040] 制备过程为：先将氟虫腈与润湿分散剂充分搅拌混合，然后依次加入有机硅表面活性剂、有机硅消泡剂、增稠剂、稳定剂、防冻剂、PH 调节剂和去离子水，边加入边搅拌均匀，于球磨机中球磨 2.5-4 小时，得到粒径在 5um 以下的悬浮剂。

[0041] 实施例五：20% 虫酰肼悬浮剂

[0042] 各组分含量按重量计为虫酰肼 20%、润湿剂 Morwet EFW 3%，分散剂 Morwet D-4253%、有机硅表面活性剂 6%、有机硅消泡剂 1%、防冻剂乙二醇 5.0%、增稠剂黄原酸胶 0.5%、PH 调节剂 1.0%、稳定剂苯甲酸钠 0.5%，加水至 100%。

[0043] 制备过程为：先将虫酰肼与润湿分散剂充分搅拌混合，然后依次加入有机硅表面活性剂、有机硅消泡剂、增稠剂、稳定剂、防冻剂、PH 调节剂和去离子水，边加入边搅拌均匀，于球磨机中球磨 2.5-4 小时，得到粒径在 5um 以下的悬浮剂。

[0044] 实施例六：30% 嘧霉胺悬浮剂

[0045] 各组分含量按重量计为嘧霉胺 30%、润湿剂 Morwet EFW 3%，分散剂 Morwet D-4255%、有机硅表面活性剂 8%、有机硅消泡剂 1%、防冻剂乙二醇 5.0%、增稠剂黄原酸胶 0.5%、稳定剂苯甲酸钠 0.5%，加水至 100%。

[0046] 制备过程为：先将嘧霉胺与润湿分散剂充分搅拌混合，然后依次加入有机硅表面活性剂、有机硅消泡剂、增稠剂、稳定剂、防冻剂和去离子水，边加入边搅拌均匀，于球磨机中球磨 2.5-4 小时，得到粒径在 5um 以下的悬浮剂。

[0047] 实施例七：制剂理化性质功效性评价

[0048] 对本发明中所述加入有机硅表面活性剂的制剂，各项评价指标的测定方法如下：

[0049] 1、表面张力 (γ)

[0050] 药液表面张力的测定采用铂金板法。药液的表面张力低于靶标的表面自由能时，药液才有可能在靶标表面润湿和铺展。

[0051] 2、动态接触角 (θ)

[0052] 动态接触角采用接触角测量仪测定，采用视频法。动态接触角小的药液对所选靶标上润湿能力强。

[0053] 3、液滴扩展面积 (S)

[0054] 液滴扩展面积的测定采用积分法。液滴扩展面积直接代表了药液在靶标表面的扩展能力，液滴扩展面积大，表明制剂铺展性好。

[0055] 表 1 本发明制剂功效性评价（稀释 2000×）

[0056]

测定项目	CK	制剂实施例 1
表面张力 (mN/m)	34.31	22.1
30s 时的接触角 ($^{\circ}$)	60.2	35.7
30s 时的扩展半径 (mm)	2.38	3.90

[0057] 表 2 本发明制剂的功效性评价（稀释 1000×）

[0058]

测定项目	CK	制剂实施例 2
表面张力 (mN/m)	38.2	22.9
30s 时的接触角 (°)	66.2	40.9
30s 时的扩展半径 (mm)	2.04	3.58

[0059] 表 3 本发明制剂的功效性评价 (稀释 1000×)

[0060]

测定项目	CK	制剂实施例 3
表面张力 (mN/m)	36.7	22.7
30s 时的接触角 (°)	64.3	41.9
30s 时的扩展半径 (mm)	2.46	3.73

[0061] 表 4 本发明制剂的功效性评价 (稀释 2000×)

[0062]

测定项目	CK	制剂实施例 4
表面张力 (mN/m)	38.6	22.4
30s 时的接触角 (°)	62.1	39.5
30s 时的扩展半径 (mm)	2.41	3.29

[0063] 表 5 本发明制剂的功效性评价 (稀释 1000×)

[0064]

测定项目	CK	制剂实施例 5
表面张力 (mN/m)	37.0	22.3
30s 时的接触角 (°)	69.8	38.4
30s 时的扩展半径 (mm)	2.08	3.19

[0065] 注:以上实验中,CK 均采用等量的水来替代有机硅表面活性剂,其余配方与本发明所述同。

[0066] 从以上的测定结果可以看出,添加有机硅表面活性剂的制剂比对照制剂可以有效地降低药液的表面张力、接触角和润湿时间,增加液滴的扩展面积。

[0067] 实施例八:制剂田间药效防治效果评价

[0068] 为了更进一步验证采用本发明生产的农药悬浮制剂与常规生产的农药悬浮剂的先进性,分别进行了田间药效试验,采用方法及结果如下所述。以下实验中,CK 采用等量的

水来替代有机硅表面活性剂,其余配方与本发明所述同。

[0069] 1、20%阿维菌素·虫酰肼悬浮剂田间药效试验

[0070] 试验作物为甘蓝,防治对象为小菜蛾 1-2 龄幼虫,将制剂稀释 2000 倍,每亩用制剂量 50 克均匀喷雾,施药一次,每个处理重复三次,药后 2 天及 7 天调查防治效果,结果见下表。

[0071] 表 6 20%阿维菌素·虫酰肼悬浮剂防治小菜蛾效果比较

[0072]

处理	重复	药后 2 天防效 (%)	药后 7 天防效 (%)
20 % 阿 维 菌 素 · 虫 酰 肼 悬 浮 剂	1	78.42	91.24
	2	79.28	93.58
	3	78.46	92.38
	平均	78.72	92.40
CK	1	68.37	86.76
	2	70.26	85.37
	3	71.46	88.45
	平均	70.03	86.86

[0073] 2、20%四螨嗪悬浮剂田间药效试验

[0074] 试验作物为柑橘树,防治对象为红蜘蛛,将制剂稀释 3000 倍,均匀喷雾,施药一次,每个处理重复三次,药后 2 天、15 天调查防治效果,结果见下表。

[0075] 表 7 20%四螨嗪悬浮剂防治柑橘红蜘蛛效果比较

[0076]

处理	重复	药后 2 天防效 (%)	药后 15 天防效 (%)
20 % 四螨嗪悬 浮剂	1	86.37	98.56
	2	87.64	97.67
	3	84.39	98.48
	平均	86.13	98.24
CK	1	76.63	88.72
	2	75.87	87.47
	3	73.86	85.29
	平均	74.45	87.16

[0077] 3、20%虫酰肼悬浮剂田间药效试验

[0078] 试验作物为甘蓝,防治对象为甜菜夜蛾 1-2 龄幼虫,将制剂稀释 1000 倍,按亩用制剂量 100 克均匀喷雾,施药一次,每个处理重复三次,药后 2 天及 7 天调查防治效果,结果见下表。

[0079] 表 8 20%虫酰肼悬浮剂防治甜菜夜蛾效果比较

[0080]

处理	重复	药后 2 天防效 (%)	药后 7 天防效 (%)
20 % 虫 酰 肼 悬 浮 剂	1	75.38	92.37
	2	76.64	93.18
	3	78.39	94.58
	平均	76.80	93.38
CK	1	70.28	86.43
	2	69.46	85.29
	3	71.35	82.67
	平均	70.36	84.80

[0081] 4、30%啞霉胺悬浮剂田间药效试验

[0082] 试验作物为番茄,防治对象为灰霉病,将制剂稀释 1000 倍,按亩用制剂量 100 克均

匀喷雾,于灰霉病发病初期施药一次,10天后施第二次药,共施药二次。每个处理重复三次,分别调查第一次药后10天及第二次药后10天防效,结果见下表。

[0083] 表9 30%啞霉胺悬浮剂防治灰霉病效果比较

[0084]

处理	重复	第一次药后10天防效 (%)	第二次药后10天防效 (%)
30%啞霉胺悬浮剂	1	71.29	88.37
	2	75.38	87.67
	3	74.69	89.45
	平均	73.79	88.50
CK	1	65.39	81.29
	2	67.46	82.67
	3	63.69	84.52
	平均	65.51	82.83