



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105123747 A

(43) 申请公布日 2015. 12. 09

(21) 申请号 201510565135. 7

A01P 5/00(2006. 01)

(22) 申请日 2015. 09. 08

(71) 申请人 天津蕴农科技有限公司

地址 300384 天津市滨海新区滨海高新区华
苑产业园区华天道 8 号海泰信息广场 C
座 312 室 -1

(72) 发明人 吴静

(74) 专利代理机构 河南科技通律师事务所

41123

代理人 樊羿 韩松

(51) Int. Cl.

A01N 57/32(2006. 01)

A01N 25/02(2006. 01)

A01N 25/22(2006. 01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

用于杀线虫的噻唑膦可溶性液剂及其制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种用于杀线虫的噻唑膦可溶性液剂及其制备方法。该噻唑膦可溶性液剂每 100L 噻唑膦可溶性液剂包括 96 ~ 103Kg 的 93 ~ 99. 9wt% 噻唑膦, 余量为丙烯酸 - 马来酸酐共聚物钠盐、甲基丙烯酸 - 甲基丙烯酸酯共聚物、乙氧基化脱水山梨醇酯、甘油三酯, 重量比为 (3 ~ 5) : (2 ~ 4) : (1 ~ 0. 5) : (0. 5 ~ 0. 3), 其制备方法包括 : 瞬间高温减压蒸馏、助剂制备、定容等步骤。本发明可溶性液剂是目前噻唑膦有效成分含量最高的制剂, 有效成分含量达 960g/L 以上, 包装使用量少, 运输成本低, 性价比高, 不使用任何难分解有机溶剂, 对环境友好, 且具有卓越的稳定性, 克服一般噻唑膦剂型不稳定的缺点。

1. 一种用于杀线虫的噻唑膦可溶性液剂,其特征在于:其每 100L 含有 96 ~ 103Kg 的 93 ~ 99.9wt% 噻唑膦,余量为助剂丙烯酸-马来酸酐共聚物钠盐、甲基丙烯酸-甲基丙烯酸酯共聚物、乙氧基化脱水山梨醇酯和甘油三酯,其重量比为(3 ~ 5):(2 ~ 4):(1 ~ 0.5):(0.5 ~ 0.3)。

2. 根据权利要求 1 所述的噻唑膦可溶性液剂,其特征在于:每 100L 所述噻唑膦可溶性液剂包括 97.96Kg 的 98wt% 噻唑膦。

3. 根据权利要求 1 所述的噻唑膦可溶性液剂,其特征在于:所述丙烯酸-马来酸酐共聚物钠盐的原料单体之间的摩尔比为 1:0.8 ~ 1.2。

4. 根据权利要求 1 或 3 所述的噻唑膦可溶性液剂,其特征在于:所述丙烯酸-马来酸酐共聚物钠盐的制备方法如下:

先向反应容器中加入水、马来酸酐,控制温度为 80℃ ~ 100℃,同时滴加丙烯酸和引发剂 30% H_2O_2 ,引发剂用量为单体原料重量的 2 ~ 4%,反应时间为 6 ~ 8 h,然后降温,用碱溶液中和至 pH 值为中性时反应结束,即成。

5. 根据权利要求 1 所述的噻唑膦可溶性液剂,其特征在于:所述甲基丙烯酸-甲基丙烯酸酯共聚物的原料单体之间摩尔比为 1:0.8 ~ 1.2。

6. 权利要求 1 所述噻唑膦可溶性液剂的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1)用瞬间高温减压蒸馏方法,把 85 ~ 90wt% 噻唑膦原料的含量提高到 93 ~ 99.9wt%;

(2)将所述丙烯酸-马来酸酐共聚物钠盐、甲基丙烯酸-甲基丙烯酸酯共聚物、乙氧基化脱水山梨醇酯、甘油三酯按所述重量比充分混合均匀,得到助剂;

(3)将 96 ~ 103Kg 所得 93 ~ 99.9wt% 噻唑膦置于容器中,再用所得助剂定容至 100L,充分混匀后,即得噻唑膦可溶性液剂。

7. 根据权利要求 6 所述的制备方法,其特征在于:所述瞬间高温减压蒸馏方法为:先通过减压调整噻唑膦原料所处环境的真空度至 0.1 个大气压,然后用导热油炉把蒸发器加热到 110 ~ 130℃,再持续进料,蒸发时间不超过 1 秒,进行蒸馏提纯。

用于杀线虫的噻唑膦可溶性液剂及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于农药领域,具体涉及一种用于杀线虫的噻唑膦可溶性液剂及其制备方法。

背景技术

[0002] 噻唑膦是日本石原公司开发的一种新型、高效、广谱性的非熏蒸型有机磷杀虫杀线虫剂,是替代高毒高风险杀线虫剂农药的优秀品种之一,已在日本等许多国家投放市场。初步研究表明噻唑膦于植物体内有内吸输导作用,对植物寄生线虫和其它害虫有广谱活性。植物寄生线虫危害许多重要作物,而噻唑膦的生物和理化性质又非常适合土表施药,所以成为防治植物寄生线虫的理想药剂。当前已商品化的噻唑膦制剂主要有:颗粒剂、乳油、水乳剂和微囊悬浮剂等四种,但现有这些剂型均存在有效成分含量低、包装及运输成本高等问题。

发明内容

[0003] 针对上述问题,本发明公开了一种噻唑膦新剂型-可溶性液剂及其制备方法,该可溶性液剂是已知噻唑膦有效成分含量最高的制剂,有效成分含量达 960 ~ 980g/L,而且包装使用量少,运输成本低,性价比高,不使用任何难分解的有机溶剂,对环境友好,且具有卓越的稳定性,能克服一般噻唑膦剂型不稳定的缺点。

[0004] 为解决上述问题,本发明通过以下技术方案实现:

设计一种用于杀线虫的噻唑膦可溶性液剂,每 100L 包括 96 ~ 103Kg 的 93 ~ 99.9wt% 噻唑膦,余量为丙烯酸-马来酸酐共聚物钠盐、甲基丙烯酸-甲基丙烯酸酯共聚物、乙氧基化脱水山梨醇酯、甘油三酯,重量比为(3 ~ 5):(2 ~ 4):(1 ~ 0.5):(0.5 ~ 0.3)。

[0005] 优选的,每 100L 所述噻唑膦可溶性液剂包括 97.96Kg 的 98wt% 噻唑膦。

[0006] 优选的,所述丙烯酸-马来酸酐共聚物钠盐的原料单体之间的摩尔比为 1: 0.8 ~ 1.2,具体可采用如下制备方法:

先向反应容器中加入水、马来酸酐,控制温度为 80℃ ~ 100℃,同时滴加丙烯酸和引发剂水溶液(30% H_2O_2 ,其用量为单体原料重量的 3%),反应时间为 6 ~ 8 h,然后降温,用 NaOH 溶液中和至 pH =7 反应结束,即成。

[0007] 优选的,所述甲基丙烯酸-甲基丙烯酸酯共聚物的原料单体之间摩尔比为 1: 0.8 ~ 1.2。

[0008] 设计一种上述噻唑膦可溶性液剂的制备方法,包括以下步骤:

(1)用瞬间高温减压蒸馏方法,把 85 ~ 90wt% 噻唑膦原料的含量提高到 93 ~ 99.9wt%;

(2)将所述丙烯酸-马来酸酐共聚物钠盐、甲基丙烯酸-甲基丙烯酸酯共聚物、乙氧基化脱水山梨醇酯、甘油三酯按所述重量比充分混合均匀,得到助剂;

(3)将 96 ~ 103Kg 所得 93 ~ 99.9wt% 噻唑膦置于容器中,再用所得助剂定容至 100L,充分混匀后,即得噻唑膦可溶性液剂。

[0009] 优选的,所述瞬间高温减压蒸馏方法具体操作为:先通过减压调整真空度至 0.1 个大气压,然后用导热油炉把蒸发器加热到 110 ~ 130℃,再持续进料,蒸发时间不超过 1 秒,进行蒸馏提纯。

[0010] 本发明具有以下积极有益效果:

(1) 本发明噻唑膦可溶性液剂为目前有效成分含量最高的噻唑膦制剂,其包装使用量少,运输成本低,性价比高。

[0011] (2) 本发明噻唑膦可溶性液剂不使用任何难分解的有机溶剂,对环境友好。

[0012] (3) 本发明噻唑膦可溶性液剂具有卓越的稳定性,所用助剂螯合分散力高、抗再沉积能力优良,能克服一般噻唑膦剂型不稳定的缺点。

[0013] 本发明所得噻唑膦可溶性液剂完全符合 FAO 标准,其在 54℃ 下储存 14 天,有效成分损失不超过 3%;在 0±2℃ 下贮存 7 天,析出物少于 0.3 毫升,本发明噻唑膦可溶性液剂用 CIPAC 标准水 D 稀释后,在 30±2℃ 下静置 18 小时,仍然是清澈的溶液,无沉淀物析出。

具体实施方式

[0014] 以下结合具体实施例对本发明的技术方案作进一步说明。以下各实施例中所用原料,如无特别说明,则均为市售;所用方法,如无特别说明,均为常规方法。

[0015] 实施例 1

一种用于杀线虫的噻唑膦可溶性液剂,每 100L 包括 97.96Kg 的 98wt% 噻唑膦,余量为丙烯酸-马来酸酐共聚物钠盐(单体摩尔比 1:1)、甲基丙烯酸-甲基丙烯酸酯共聚物(罗地亚精细化工添加剂(青岛)有限公司生产,单体摩尔比 1:1)、乙氧基化脱水山梨醇酯、甘油三酯,重量比为 4:3:0.8:0.4。

[0016] 其制备方法包括以下步骤:

(1) 用瞬间高温减压蒸馏方法,把市购 90wt% 噻唑膦原料的含量提高到 98wt%;瞬间高温减压蒸馏方法具体操作为:先通过减压调整真空度至 0.1 个大气压,然后用导热油炉把蒸发器加热到 120℃,再持续进料,蒸发时间不超过 1 秒,进行蒸馏提纯;

制备丙烯酸-马来酸酐共聚物钠盐:在装有搅拌器、冷凝器、温度计和滴液漏斗的四口瓶中先加入适量水、及马来酸酐,控制温度为 90℃,同时滴加丙烯酸和引发剂水溶液(30% H_2O_2 ,其用量为单体原料重量的 3%),反应时间为 7 h,然后降温,用 NaOH 溶液中和至 pH =7 反应结束,即成;

(2) 将丙烯酸-马来酸酐共聚物钠盐、甲基丙烯酸-甲基丙烯酸酯共聚物、乙氧基化脱水山梨醇酯、甘油三酯按所述重量比充分混合均匀,得到助剂;

(3) 将 97.96Kg 的 98wt% 噻唑膦置于容器中,再用所得助剂定容至 100L,充分混匀后,制得噻唑膦 960g/L 可溶性液剂。

[0017] 所得噻唑膦可溶性液剂符合 FAO 标准,其在 54℃ 下储存 14 天,有效成分损失不超过 2.7%;在 0±2℃ 下贮存 7 天,析出物少于 0.24 毫升;本例噻唑膦可溶性液剂用 CIPAC 标准水 D 稀释后,在 30±2℃ 下静置 20 小时,仍然是清澈的溶液,无沉淀物析出。

[0018] 实施例 2

一种用于杀线虫的噻唑膦可溶性液剂,每 100L 包括 103Kg 的 93wt% 噻唑膦,余量为丙烯酸-马来酸酐共聚物钠盐(原料单体摩尔比 1:1)、甲基丙烯酸-甲基丙烯酸酯共聚物(罗

地亚精细化工添加剂（青岛）有限公司生产，单体摩尔比 1:1）、乙氧基化脱水山梨醇酯、甘油三酯，重量比为 5:2:0.5:0.5。

[0019] 其制备方法包括以下步骤：

(1) 用瞬间高温减压蒸馏方法，把市购 85wt% 噻唑膦原料的含量提高到 93wt%；瞬间高温减压蒸馏方法具体操作为：先通过减压调整真空度至 0.1 个大气压，然后用导热油炉把蒸发器加热到 130℃，再持续进料，蒸发时间不超过 1 秒，进行蒸馏提纯：

(2) 将丙烯酸-马来酸酐共聚物钠盐、甲基丙烯酸-甲基丙烯酸酯共聚物、乙氧基化脱水山梨醇酯、甘油三酯按所述重量比充分混合均匀，得到助剂；

(3) 将 103Kg 的 93wt% 噻唑膦置于容器中，再用所得助剂定容至 100L，充分混匀后，制得噻唑膦 960g/L 可溶性液剂。

[0020] 本例所得噻唑膦可溶性液剂符合 FAO 标准，其在 54℃ 下储存 14 天，有效成分损失不超过 2.8%；在 0±2℃ 下贮存 7 天，析出物少于 0.27 毫升；本例噻唑膦可溶性液剂用 CIPAC 标准水 D 稀释后，在 30±2℃ 下静置 18 小时，仍然是清澈的溶液，无沉淀物析出。

[0021] 实施例 3

一种用于杀线虫的噻唑膦可溶性液剂，每 100L 包括 100Kg 的 98wt% 噻唑膦，余量为丙烯酸-马来酸酐共聚物钠盐（单体原料摩尔比 1:1）、甲基丙烯酸-甲基丙烯酸酯共聚物（罗地亚精细化工添加剂（青岛）有限公司生产，单体摩尔比 1:1）、乙氧基化脱水山梨醇酯、甘油三酯，重量比为 3:4:1:0.3。

[0022] 其制备方法包括以下步骤：

(1) 用瞬间高温减压蒸馏方法，把市购 90wt% 噻唑膦原料的含量提高到 98wt%；瞬间高温减压蒸馏方法具体操作为：先通过减压调整真空度至 0.1 个大气压，然后用导热油炉把蒸发器加热到 110℃，再持续进料，蒸发时间不超过 1 秒，进行蒸馏提纯：

(2) 将丙烯酸-马来酸酐共聚物钠盐、甲基丙烯酸-甲基丙烯酸酯共聚物、乙氧基化脱水山梨醇酯、甘油三酯按所述重量比充分混合均匀，得到助剂；

(3) 将 100Kg 的 98wt% 噻唑膦置于容器中，再用所得助剂定容至 100L，充分混匀后，制得噻唑膦 980g/L 可溶性液剂。

[0023] 本例所得噻唑膦可溶性液剂符合 FAO 标准，其在 54℃ 下储存 14 天，有效成分损失不超过 2.6%；在 0±2℃ 下贮存 7 天，析出物少于 0.25 毫升；本例噻唑膦可溶性液剂用 CIPAC 标准水 D 稀释后，在 30±2℃ 下静置 19 小时，仍然是清澈的溶液，无沉淀物析出。

[0024] 本发明并不局限于上述具体实施方式，本领域技术人员还可据此做出多种变化，但任何与本发明等同或者类似的变化都应涵盖在本发明权利要求的范围内。