



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 1891046 B

(45)授权公告日 2017.07.18

(21)申请号 200610103113.X

(22)申请日 2006.07.03

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 1891046 A

(43)申请公布日 2007.01.10

(30)优先权数据

2005-194690 2005.07.04 JP

2006-074187 2006.03.17 JP

(73)专利权人 住友化学株式会社

地址 日本东京都

(72)发明人 川中秀夫 定由直

(74)专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公

司 72001

代理人 王颖煜 黄可峻

(51)Int.Cl.

A01N 57/02(2006.01)

A01N 25/30(2006.01)

A01P 7/04(2006.01)

A01N 43/72(2006.01)

(56)对比文件

CN 1322469 A,2001.11.21,

CN 1322469 A,2001.11.21,

US 4994102 A,1991.02.19,

审查员 刘文君

权利要求书2页 说明书16页

(54)发明名称

除草剂组合物

(57)摘要

杀虫剂组合物本发明提供了具有优异的悬浮稳定性的杀虫剂组合物,该杀虫剂组合物包括(a)水不溶性固体杀虫剂组分,(b)N-膦甲基甘氨酸的盐,(c)聚氧化烯烷基醚磷酸酯的盐,(d)聚氧化烯聚苯乙烯基苯基醚磷酸酯的盐,(e)增稠剂,和(f)水,其中所述杀虫剂组分以固态悬浮在水性连续相中。

1. 除草剂组合物, 其包括 (a) 水不溶性固体除草剂组分, (b) N-膦甲基甘氨酸的盐, (c) 聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵, (d) 聚氧乙烯三苯乙基苯基醚磷酸酯钾, (e) 增稠剂, 和 (f) 水, 其中所述除草剂组分以固态悬浮在水性连续相中, 该组合物不含有机溶剂,

聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵与聚氧乙烯三苯乙基苯基醚磷酸酯钾的重量比在75:25到25:75的范围内。

2. 权利要求1的除草剂组合物, 其包括 (a) 0.5-50w/v% 的水不溶性固体除草剂组分, (b) 5-60w/v% 的N-膦甲基甘氨酸的盐, (c) 0.5-15w/v% 的聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵, (d) 0.5-10w/v% 的聚氧乙烯三苯乙基苯基醚磷酸酯钾, (e) 0.01-10w/v% 的增稠剂和 (f) 20-90w/v% 的水, 其中所述除草剂组分以固态悬浮在水性连续相中。

3. 权利要求1的除草剂组合物, 其包括 (a) 1-30w/v% 的水不溶性固体除草剂组分, (b) 10-50w/v% 的N-膦甲基甘氨酸的盐, (c) 0.5-15w/v% 的聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵, (d) 0.5-10w/v% 的聚氧乙烯三苯乙基苯基醚磷酸酯钾, (e) 0.01-5w/v% 的增稠剂和 (f) 20-90w/v% 的水, 其中所述除草剂组分以固态悬浮在水性连续相中。

4. 权利要求1的除草剂组合物, 其由以下的成分组成: (a) 0.5-50w/v% 的水不溶性固体除草剂组分, (b) 5-60w/v% 的N-膦甲基甘氨酸的盐, (c) 0.5-15w/v% 的聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵, (d) 0.5-10w/v% 的聚氧乙烯三苯乙基苯基醚磷酸酯钾, (e) 0.01-10w/v% 的增稠剂, (f) 20-90w/v% 的水和 (g) 0-30w/v% 的配方用助剂, 其中所述除草剂组分以固态悬浮在水性连续相中, 并且, (g) 配方用助剂是选自防冻剂、消泡剂、防腐剂、稳定剂、着色剂、香料、增效剂和安全剂中的至少一种。

5. 权利要求1的除草剂组合物, 其由以下的成分组成: (a) 1-30w/v% 的水不溶性固体除草剂组分, (b) 10-50w/v% 的N-膦甲基甘氨酸的盐, (c) 0.5-15w/v% 的聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵, (d) 0.5-10w/v% 的聚氧乙烯三苯乙基苯基醚磷酸酯钾, (e) 0.01-5w/v% 的增稠剂, (f) 20-90w/v% 的水和 (g) 0-20w/v% 的配方用助剂, 其中所述除草剂组分以固态悬浮在水性连续相中, 并且, (g) 配方用助剂是选自防冻剂、消泡剂、防腐剂、稳定剂、着色剂、香料、增效剂和安全剂中的至少一种。

6. 权利要求1-5中任一项的除草剂组合物, 其中增稠剂包括 (e-1) 无机固体细粉和 (e-2) 水溶性多糖。

7. 权利要求1-5中任一项的除草剂组合物, 其中 (a) 水不溶性固体除草剂组分是原卟啉原氧化酶抑制性除草组分。

8. 权利要求1-5中任一项的除草剂组合物, 其中 (a) 水不溶性固体除草剂组分是丙炔氟草胺。

9. 生产除草剂组合物的方法, 该方法包括湿研磨以下的混合物: (a) 水不溶性固体除草剂组分, (c) 聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵, (d) 聚氧乙烯三苯乙基苯基醚磷酸酯钾和 (f) 水, 得到悬浮液, 将得到的悬浮液与 (b) N-膦甲基甘氨酸的盐和 (e) 增稠剂混合, 该组合物不含有机溶剂,

聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵与聚氧乙烯三苯乙基苯基醚磷酸酯钾的重量比在75:25到25:75的范围内。

10. 生产除草剂组合物的方法, 该方法包括湿研磨以下的混合物: (a) 水不溶性固体除草剂组分, (c) 聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵, (d) 聚氧乙烯三苯乙基苯基醚磷酸酯钾, (e-1)

无机固体细粉和 (f) 水, 得到悬浮液, 将得到的悬浮液与 (b) N-膦甲基甘氨酸的盐和 (e-2) 水溶性多糖混合, 该组合物不含有机溶剂,

聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵与聚氧乙烯三苯乙基苯基醚磷酸酯钾的重量比在75:25到25:75的范围内。

11. 生产除草剂组合物的方法, 该方法包括湿研磨以下的混合物: (a) 水不溶性固体除草剂组分, (d) 聚氧乙烯三苯乙基苯基醚磷酸酯钾, (e-1) 无机固体细粉和 (f) 水, 得到悬浮液, 将得到的悬浮液与 (b) N-膦甲基甘氨酸的盐、(c) 聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵和 (e-2) 水溶性多糖混合, 该组合物不含有机溶剂,

聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵与聚氧乙烯三苯乙基苯基醚磷酸酯钾的重量比在75:25到25:75的范围内。

12. 控制杂草的方法, 该方法包括通过叶处理对杂草施用权利要求7的除草剂组合物的稀释物。

除草剂组合物

技术领域

[0001] 本发明涉及杀虫剂组合物。

背景技术

[0002] 含有两种或多种活性组分的杀虫剂组合物用于各种目的。

[0003] 例如,尽管N-膦甲基甘氨酸的盐广泛用作非选择性除草剂的活性组分,但是它们需要时间来表现它们的除草效果,因此,提出了一些与其它的速效除草剂组分混合的除草剂组合物。典型的速效除草剂组分是原卟啉原氧化酶抑制剂。然而,其通常是固体并且不溶于水,尽管N-膦甲基甘氨酸的盐可自由地溶于水。因此希望开发出具有良好的制剂稳定性的混合型除草剂组合物。

[0004] USP5,698,492、USP6,583,087和JP2003-252704A公开了含有水不溶性除草剂组分和另一种水不溶性除草剂组分的杀虫剂组合物。然而,进一步希望开发出具有良好的制剂稳定性并且不含或含很少有机溶剂的混合型除草剂组合物。

发明内容

[0005] 本发明通过使用两种特定的阴离子型表面活性剂提供了水性杀虫剂的优异的悬浮稳定性,其中水不溶性固体杀虫剂组分悬浮在水性连续相中,在该连续相中溶解了N-膦甲基甘氨酸的盐。

[0006] 本发明提供了杀虫剂组合物,其包括(a)水不溶性固体杀虫剂组分,(b)N-膦甲基甘氨酸的盐,(c)聚氧化烯烷基醚磷酸酯的盐,(d)聚氧化烯聚苯乙烯基苯基醚磷酸酯的盐,(e)增稠剂,和(f)水,和另外任选的(g)防冻剂,其中所述杀虫剂组分以固态悬浮在水性连续相中。杀虫剂组合物具有优异的悬浮稳定性,其中杀虫剂组分悬浮在水性连续相中,在水性连续相中溶解了N-膦甲基甘氨酸的盐。在本发明中,术语“连续相”是指固体悬浮在其中的分散介质(即,分散系统中的液体)。

[0007] 优选方案是这样的杀虫剂组合物,其包括(a)0.5-50w/v%的水不溶性固体杀虫剂组分,(b)5-60w/v%的N-膦甲基甘氨酸的盐,(c)0.5-15w/v %的聚氧化烯烷基醚磷酸酯的盐,(d)0.5-10w/v%的聚氧化烯聚苯乙烯基苯基醚磷酸酯的盐,(e)0.01-10w/v%的增稠剂和(f)20-90w/v%的水,其中所述杀虫剂组分以固态悬浮在水性连续相中。更优选的是这样的杀虫剂组合物,其包括(a)1-30w/v%的水不溶性固体杀虫剂组分,(b)10-50w/v%的N-膦甲基甘氨酸的盐,(c)0.5-15w/v%的聚氧化烯烷基醚磷酸酯的盐,(d)0.5-10w/v%的聚氧化烯聚苯乙烯基苯基醚磷酸酯的盐,(e)0.01-5w/v%的增稠剂和(f)20-90w/v%的水,其中所述杀虫剂组分以固态悬浮在水性连续相中。

[0008] 水不溶性固体杀虫剂组分在25℃为固体,并且在25℃在水中的溶解度为10g/L或更低,其熔点优选为60℃或更高。固体杀虫剂组分优选具有1.2-3.0的比重。固体杀虫剂组分的例子包括杀昆虫组分、杀真菌组分、除草剂组分和植物生长调节组分。

[0009] 杀昆虫组分的例子包括阿维菌素、氟丙菊酯、双甲脒、印楝素(azadiractin)、甲基

吡啶磷、甲基谷硫磷 (azinphos-methyl)、三唑锡、杀虫磺、联苯菊酯、溴螨酯、噻嗪酮、溴虫腈 (chlorfenapyr)、杀螨酯、克福隆、四螨嗪、蝇毒磷、氟氯氰菊酯、 β -氟氯氰菊酯、氯氰菊酯、 α -氯氰菊酯、 γ -氯氰菊酯、溴氰菊酯 (deltamethrin)、汰丁醚脲、三氯杀螨醇、除虫脲、硫丹、高效氰戊菊酯、乙螨尘、啞螨醚、苯丁锡、双氧威、啞螨酯、氟虫腈、啞蜱脲、氟环脲、氟虫脲、氯酰肼、氟铃脲、噻嗪酮、氟蚁腈、虱螨脲 (lufenuron)、甲硫威、甲氧滴滴涕、密灭汀、敌草胺、五氯酚、速螨酮、鱼藤酮、氟虫胺、虫酰肼、吡螨胺、啞丙磷、氟苯脲、tetrachlorvinphoe、四氯杀螨砒、硫双成、溴氰菊酯、杀铃脲和混灭威。

[0010] 抗真菌组分的例子包括啞菌酯、苯霜灵、苯菌灵、联苯三唑醇 (bitertsnol)、糠菌唑、敌菌丹、克菌丹、多菌灵、灭螨猛、百菌清、乙菌利、啞菌环胺、抑菌灵、二氯酚、啞菌清、氯硝胺、双氯菌胺、万霉灵、达灭芬、烯唑醇、二噻农、氟环唑、恶唑菌酮、氯苯啞啞醇、腈苯唑、甲呋酰胺、拌种咯、三苯锡 (fentin)、氟啞胺、咯菌腈、啞呋草、氟啞唑、氟硫灭、氟酰胺、灭菌丹、六氯代苯、己唑醇、易胺唑 (imibenconazole)、ipoconazole、异菌脲、啞菌酯、代森锰锌、代森锰、啞菌胺、灭锈胺、methoconazole、代森联、二甲基二硫代氨基甲酸镍、氟苯啞啞醇、啞啞铜、恶啞酸、戊菌隆、苯酞、腐霉利、丙森锌、五氯硝基苯、硫、戊唑醇、叶枯酞、四氯硝基苯、啞呋酰胺、甲基硫菌灵、福美双、甲基立枯磷、双甲抑菌灵、三唑酮、三唑乙醇、三唑磷、啞胺灵、灭菌唑、乙烯菌核利、代森锌和福美锌。

[0011] 除草剂组分的例子包括原卞啞原氧化酶抑制性除草活性组分,如啞啞草酮、甲羧除草醚、甲磺草胺、霸草灵、flumicrolac-pentyl和丙炔氟草胺、苯草醚、莠去津、苄啞磺隆、吡草酮、丙炔酰草胺、溴酚脞、甲氧除草醚、氯溴隆、氯啞磺隆、草枯醚、绿麦隆、氯酞酸二甲酯、氯甲酰草胺、汰草龙、甜菜安 (desmedipham)、敌草腈、吡啞酰草胺、恶唑隆、氨氟灵、敌草隆、胺苯磺隆、恶唑禾草灵、甲氟燕灵、啞啞磺隆、氟啞啞磺草胺、氟啞乙草酯、氟胺草唑、氟啞酮、呋草酮、异丙隆、异恶酰草胺、异恶草醚、乳氟禾草灵、环草定、利谷隆、苯啞草胺、甲基苯啞隆、吡喃隆、萘丙胺、草不隆、啞草伏、胺磺灵、恶草酮、乙氧氟草醚、甜菜宁 (phenmedipham)、氨氟乐灵、扑草净、扑灭津、炔苯酰草胺、苄草唑、吡啞磺隆 (pyrazosulfuron-ethyl)、稗草畏、二氯啞啞酸、啞禾灵、玉啞磺隆、环草隆、西玛津、特丁津、特丁净、啞草啞、trakoxydime和草达津。

[0012] 植物生长调节组分的例子包括 β -苄基氨基嘌呤、环丙酸酞胺、氟节胺、氯吡苯脲、抗倒胺、2-(1-萘基)乙酰胺、巴克素、N-苄基邻氨甲酰苯甲酸、赛苯隆和烯效唑。

[0013] 在本发明的杀虫剂组合物中,一部分固体杀虫剂组分可以溶解状态存在于水性连续相中,然而80重量%或更多的杀虫剂组分以固态存在于水性连续相中。

[0014] 在本发明的杀虫剂组合物中,固体杀虫剂组分的平均直径通常为20 μ m或更低的体积中值直径,优选0.1-10 μ m的体积中值直径。体积中值直径是通过分析在Mie散射下用激光散射法获得的多个粒子的图像计算得到的值。典型的测量仪器是Mastersizer 2000 (由Malvern制造)。体积中值直径表示这样的值,其中小于该值的较小粒子的体积和大于该值的较大粒子的体积中的每一体积是相同的,即,为总体积的50%。

[0015] 本发明杀虫剂组合物中的水不溶性固体杀虫剂组分的含量通常为0.5-50w/v%。

[0016] 本发明的杀虫剂组合物包括 (b) N-膦甲基甘氨酸的盐 (在下文称作 N-膦甲基甘氨酸盐)。

[0017] N-膦甲基甘氨酸盐是可用于杀虫剂的盐。N-膦甲基甘氨酸盐的例子包括N-膦甲基

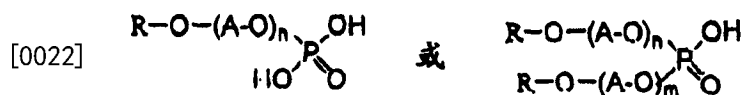
甘氨酸的碱金属盐(例如锂盐、钠盐、钾盐),三烷基脲盐(例如三甲基脲盐)和铵盐(如C1-14单烷基铵盐如异丙基铵盐,C2-14二烷基铵盐如二乙基铵盐,未取代的铵盐)。N-膦甲基甘氨酸盐是市售的(如N-膦甲基甘氨酸铵,N-膦甲基甘氨酸三甲基脲盐),并且还可通过已知方法生产。本发明杀虫剂组合物中的N-膦甲基甘氨酸盐的含量通常为5-60w/v%,并且N-膦甲基甘氨酸盐通常以溶解状态存在于水性连续相中。

[0018] 本发明杀虫剂组合物中固体杀虫剂组分对N-膦甲基甘氨酸盐的重量比通常为1:16到1:0.1,优选1:8到1:1。

[0019] 本发明杀虫剂组合物中的固体杀虫剂组分和N-膦甲基甘氨酸盐的总含量为5.5-60.5w/v%。

[0020] 本发明的杀虫剂组合物包括(c)聚氧化烯烷基醚磷酸酯的盐(在下文称作第一阴离子型表面活性剂)和(d)聚氧化烯聚苯乙烯基苯基醚磷酸酯的盐(在下文称作第二阴离子型表面活性剂)。

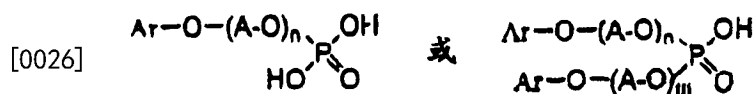
[0021] 第一阴离子型表面活性剂通常是由以下所示的磷酸酯:



[0023] 其中R表示烷基(如C4-18烷基),A表示亚烷基(如1,2-亚乙基、1,3-亚丙基),n和m独立地表示2-20的整数,

[0024] 和诸如碱金属氢氧化物和胺的碱制备的盐。

[0025] 第二阴离子型表面活性剂通常是由下式所示的磷酸酯:



[0027] 其中Ar表示聚苯乙烯基苯基(如三苯乙烯基苯基、二苯乙烯基苯基),A表示亚烷基(如1,2-亚乙基、1,3-亚丙基),n和m独立地表示2-20的整数,

[0028] 和诸如碱金属氢氧化物和胺的碱制备的盐。

[0029] 上述磷酸酯的盐是用于表面活性剂时可接受的盐,并且它们的例子包括碱金属如钠和钾,碱土金属如钙、及铵如NH₄和i-PrNH₃的盐。

[0030] 可用于本发明的杀虫剂组合物的两种阴离子型表面活性剂是市售的,并且可获得的产品在下面描述。

[0031] 第一阴离子型表面活性剂的例子包括聚氧乙烯烷基醚磷酸酯的铵盐(Geronol CF/AR,由Rhodia Nikka生产),和聚氧乙烯油酰基醚磷酸酯的钠盐(Phosphanol RD-720N,由Toho Chemical生产)。

[0032] 第二阴离子型表面活性剂的例子包括聚氧乙烯三苯乙烯基苯基醚磷酸酯的钾盐(Soprofol FLK,由Rhodia Nikka生产)。

[0033] 关于用于本发明的杀虫剂组合物的阴离子型表面活性剂,在本发明杀虫剂组合物中的第一阴离子型表面活性剂和第二阴离子型表面活性剂的总量为3-20w/v%,优选5-15w/v%。另外,第一阴离子型表面活性剂与第二阴离子型表面活性剂的重量比通常为97:3到3:97,优选75:25到25:75。在本发明的杀虫剂组合物中,第一阴离子型表面活性剂的含量通常是0.5-15w/v%,第二阴离子型表面活性剂的含量通常是0.5-10w/v%。

[0034] 本发明的杀虫剂组合物包括(e)增稠剂。增稠剂的例子包括水溶性聚合物如水溶

性糖类和水溶性合成聚合物以及无机细粉如二氧化硅、硅酸镁、硅酸铝、硅酸镁铝、膨润土、蒙脱石、锂皂石和氧化铝。优选使用上述两种或多种增稠剂的混合物。

[0035] 水溶性糖类的例子包括黄原胶、阿拉伯树胶、鼠李糖胶、刺槐豆胶、角叉菜胶、文莱胶、木素磺酸、淀粉和羧甲基纤维素及其盐。这些水溶性糖类是市售的,可获得名为Kelzan S(由CP Kelco生产)和Kelzan ASX(由CP Kelco生产)的黄原胶,和Celogen HE-90F(由Dai-ichi Kogyo Seiyaku生产)和名为Cellogen HE-600F(Dai-ichi KogyoSeiyaku生产)的羧甲基纤维素钠。

[0036] 水溶性合成聚合物的例子包括聚乙烯基吡咯烷酮、羧乙烯基聚合物和聚丙烯酸钠。

[0037] 用于无机细粉的优选的二氧化硅的初级粒径为50nm或更低。这种二氧化硅是市售的,其例子为Aerosil 200(由Degussa生产),其是干燥的二氧化硅,初级粒径为20nm或更低,比表面积为200cm²/g,和Aerosil COK-84(由Degussa生产),其是Aerosil 200与氧化铝的混合物。

[0038] 考虑到本发明杀虫剂组合物的制剂稳定性,优选水溶性糖类和无机细粉用作本发明的增稠剂。更优选使用水溶性糖类和无机细粉两者用作本发明的增稠剂。黄原胶是优选的水溶性糖类,并且更优选黄原胶与二氧化硅组合使用、或黄原胶与二氧化硅和氧化铝的混合物组合使用。

[0039] 另外,当水相pH改变时其粘度改变很小的水溶性糖类适用于本发明杀虫剂组合物中的增稠剂。具体而言,优选用作增稠剂的是这样的水溶性糖类,当其溶于弱碱性(pH 9)到弱酸性(pH5)水时,其溶液的粘度改变在1-3倍的范围内。这种水溶性糖类可购自Kelzan ASK(由CP Kelco生产)等。

[0040] 本发明杀虫剂组合物中增稠剂的总含量通常为0.1-10w/v%,优选0.1-5w/v%。

[0041] 本发明杀虫剂组合物在20℃下的粘度优选为500-3000mPa·s(使用Toki Sangyo制造的RB-80型粘度仪Spindle No.2测量得到,6rpm)。

[0042] 本发明的杀虫剂组合物包括(f)水,其含量通常为20-90w/v%,优选30-70w/v%。优选离子交换水用作所述的水。

[0043] 本发明的杀虫剂组合物除了第一阴离子型表面活性剂、第二阴离子型表面活性剂和增稠剂之外,还任选包括(g)配方用助剂,如防冻剂、消泡剂、防腐剂、稳定剂、着色剂、香料、增效剂和安全剂。本发明杀虫剂组合物中配方用助剂的含量通常为0-30w/v%,优选0-20w/v%。

[0044] 可与水混溶的一元醇如丙醇和可与水混溶的多元醇如乙二醇和丙二醇优选用作本发明杀虫剂组合物中的任选包括的防冻剂。当使用防冻剂时,防冻剂的含量通常为0.5-30w/v%,优选1-20w/v%。

[0045] 本发明杀虫剂组合物中任选包括的消泡剂的例子包括有机硅型消泡剂如Antifoam C(Dow Corning的商品名),Rhodosil 454(Rhodia的商品名),Rhodosil Antifoam 432(Rhodia的商品名),TSA730(Toshiba Silicone的商品名)和YMA 6509(Toshiba Silicone的商品名),和氟型消泡剂如Fluowet PL80(Clariant的商品名)。当使用消泡剂时,消泡剂的含量通常为0.001-3w/v%。

[0046] 本发明杀虫剂组合物中任选包括的防腐剂的例子包括对羟基苯甲酸酯,水杨酸衍

生物和异噻唑啉-3-酮衍生物。当使用防腐剂时,防腐剂的含量通常为0.01-5w/v%,优选0.05-3w/v%。

[0047] 本发明杀虫剂组合物中任选包括的稳定剂的例子包括抗氧化剂如酚型抗氧化剂、胺型抗氧化剂、磷型抗氧化剂和硫型抗氧化剂,以及UV吸收剂如苯并三唑型UV吸收剂、苯甲酮型UV吸收剂、苯甲酸酯型UV吸收剂、氰基丙烯酸酯型UV吸收剂、水杨酸型UV吸收剂和受阻酚型UV吸收剂。

[0048] 本发明杀虫剂组合物中任选包括的着色剂的例子包括若丹明如若丹明B,以及合成有机食品添加剂如4号黄、1号蓝和2号红。

[0049] 本发明的杀虫剂组合物可另外包括除了第一阴离子型表面活性剂和第二阴离子型表面活性剂之外的表面活性剂,这些表面活性剂的例子包括非离子型表面活性剂如聚氧化烯烷基醚(如聚氧乙烯烷基醚)、聚氧化烯烯基醚(如聚氧乙烯烯基醚)、聚氧化烯烷基苯基醚、聚氧化烯蓖麻油、聚氧化烯硬化蓖麻油、聚氧化烯脂肪酸酯、甘油脂肪酸酯和山梨醇酐脂肪酸酯。当在本发明杀虫剂组合物中使用这些表面活性剂时,其含量为10w/v%或更低。

[0050] 本发明的杀虫剂组合物通常是可流动的水性杀虫剂组合物,其中水不溶性固体杀虫剂组分以固态悬浮在水性连续相中。在本发明的杀虫剂组合物中,液相基本上由水性连续相构成。即,在本发明的杀虫剂组合物中,水不溶性固体杀虫剂组分基本上以细粒形式存在并且被溶解了N-膦甲基甘氨酸盐的水性连续相所包围。本发明的杀虫剂组合物与所谓的悬浮乳剂(suspoemulsion)有明显区别,在悬浮乳剂中水不溶性溶剂的小滴分散在水性连续相中,而水不溶性杀虫剂组分分散为固态小滴的形式。

[0051] 本发明的杀虫剂组合物基本上不包括在20℃下水溶性为10克/升或更低的水不溶性有机溶剂。

[0052] 本发明的杀虫剂组合物可通过在包括N-膦甲基甘氨酸盐、第一阴离子型表面活性剂、第二阴离子型表面活性剂、增稠剂和水的溶液中均一地悬浮固体杀虫剂组分的粒子而制备。

[0053] 固体杀虫剂组分通常为具有20μm或更低的体积中值直径的粒子。体积中值直径为20μm或更低的固体杀虫剂组分可通过干法研磨制备。然而,优选其通过湿法研磨制备。当固体杀虫剂组分通过湿法研磨制备为具有20μm或更低的体积中值直径时,本发明的杀虫剂组合物 优选通过以下方法制备。

[0054] 首先,向第一阴离子型表面活性剂、第二阴离子型表面活性剂和水的混合物中加入固体杀虫剂组分,并且进行湿法研磨,得到杀虫剂组分的悬浮液。湿法研磨的方法例如向包括杀虫剂组分、第一阴离子型表面活性剂、第二阴离子型表面活性剂和水的混合物中加入硬质球珠,并搅拌。通常使用湿法研磨设备如湿法球磨(如珠磨机)和沙磨机。

[0055] 然后,将增稠剂和N-膦甲基甘氨酸盐和如果需要的另外的水加入到杀虫剂组分的悬浮液中。另外,可加入配方用助剂如防冻剂、防腐剂、稳定剂和着色剂。本发明的杀虫剂组合物可通过将混合物充分搅拌至均一而制备。

[0056] 还优选向湿法研磨下的杀虫剂组分中加入作为无机细粒的增稠剂,和在研磨后向含有杀虫剂组分的悬浮液中加入作为水溶性多糖的增稠剂。

[0057] 另外,含有杀虫剂组分的悬浮液可通过向含有第二阴离子型表面活性剂和水的混

合物中加入杀虫剂组分并进行湿法研磨。然后,本发明的杀虫剂组合物可通过向含有杀虫剂组分的悬浮液中加入第一阴离子型表面活性剂、增稠剂和N-膦甲基甘氨酸盐以及任选的水而制备。

[0058] 本发明的杀虫剂组合物优选是这样的杀虫剂组合物,其中(a)以固态悬浮在水性连续相中的0.5-50w/v%的水不溶性固体杀虫剂组分,所述水性连续相基本上由以下的(b)-(g)组成:(b)5-60w/v%的N-膦甲基甘氨酸盐,(c)0.5-15w/v%的第一阴离子型表面活性剂,(d)0.5-10w/v%的第二阴离子型表面活性剂,(e)0.01-10w/v%的增稠剂,(f)20-90w/v%的水和(g)0-80w/v%的配方用助剂如防冻剂。本发明的杀虫剂组合物更优选是这样的杀虫剂组合物,其中(a)以固态悬浮在水性连续相中的1-30w/v%的水不溶性固体杀虫剂组分,所述水性连续相基本上由以下的(b)-(g)组成:(b)10-50w/v%的N-膦甲基甘氨酸盐,(c)0.5-15w/v%的第一阴离子型表面活性剂,(d)0.5-10w/v%的第二阴离子型表面活性剂,(e)0.01-5w/v%的增稠剂,(f)20-90w/v%的水和(g)0-20w/v%的配方用助剂如防冻剂。

[0059] 本发明的杀虫剂组合物在用前可用水稀释用于应用并以足够对土壤、植物等提供杀虫剂活性组分的希望效果的量被施用。

[0060] 当固体杀虫剂组分是丙炔氟草胺时,本发明的杀虫剂组合物可用于作用于农作物地、休耕地、稻谷地之间的垄沟、果园、牧场、草坪、森林、非耕种地等的除草剂。在这种情况下,剂量根据丙炔氟草胺与N-膦甲基甘氨酸之间的混合比、目标杂草的种类、气候状况等而定,并且活性成分的总量通常为每公顷100-6000克,优选每公顷200-3000克。当施用,将每公顷指定的量用100-1000升水稀释。稀释物通过叶处理如直接施用到目标杂草上而进行。

[0061] 辅助剂如散播剂可任选被加入到稀释物中,并且辅助剂的例子包括聚氧乙烯树脂酸、木素磺酸的盐、石蜡和矿物油。可以使用市场上的辅助剂如Agridex(农作物用油状浓缩物,由Helena生产)。

[0062] 可通过本发明的其中水不溶性杀虫剂组分为丙炔氟草胺的杀虫剂组合物控制的杂草的例子为野生荞麦(*Polygonum convolvulus*),旱辣蓼(*Polygonum lapathifolium*),羊蹄(*Rumex japonicus*),马齿苋(*Portulaca eleracea*),繁缕(*Stellaria media*),藜(*Chenopodium album*),反枝苋(*Amaranthus retroflexus*),萝卜(*Raphanus sativus*),田芥菜(*Sinapis arvensis*),荠菜(*Capsella burss-pastoris*),弯曲碎米荠(*Cardamine flexuosa*),田菁(*hemp sesbania*) (*Sesbania exaltata*),决明(sicklepod) (*Cassia obtusifolia*),狗尾草(velvetleaf) (*Abutilontheophrast*),prickly sids(*Sida spinosa*),field pansy (*Viola arvensis*),八仙草(cleavers) (*Galium aparine*),iveleaf morningglory(*Ipomoeahederacea*),高牵牛花(tall morningglory) (*Pharbitis purpurea*),田旋花(*Convolvulus arvensis*),purple deadnettle(*Lamium purpureum*),宝盖草(*Lamium amplexicaule*),曼陀罗(*Datura stramonium*),blacknightshade(*Solanum nigrum*),波斯婆婆纳(*Veronica perisica*),commoncocklebur(*Xanthium pensylvanicum*),spiny sowthistle(*Sonchus asper*),向日葵(*Helianthus annuus*),scentless chamomile(*Matriesria perforata*),corn marigold(*Ohrysanthemum segetum*),艾(*Artemisia princeps*)和Sumatra erigeron(*Conysa sumatronsia*),

gramineous weeds诸如elymus(Agrophyron tsukushiensis vsr.transiens),稗草(Echinochloaorus-galli),狗尾草(Setaria viridis),谷莠子(Setaria faberi),升马唐(Digitaria ciliaris),草地早熟禾(Poa annua),water foxtail(Alopecurusgeniculatus),blackgrass(Alopecurus myosuroides),燕麦(Avena sativa),野生燕麦(wild oats)(Avena fatua),约翰逊草(Johnsongrass)(Sorghumhalopense),偃麦草(quackgrass)(Agropyron repens)和downey brome(Bromus tectorum),鸭趾草科杂草如紫锦草(asiaticdayflower)(Commelina communia)和饭包草(bengaldayflower)(Commelina benghalensis);和莎草科杂草诸如碎米莎草(Cyperus iria),purple nulsedge(Cyperus rotundus)和油莎草(yellownutsedge)(Cyperus esculentus)。

[0063] 实施例

[0064] 在下文,将通过制备例等更详细地描述本发明,然而本发明不受这些例子的限制。

[0065] 制备例1

[0066] (1)向500毫升的不锈钢烧杯中加入83.0克去离子水和55.2克Soprophor FLK(聚氧乙烯三苯乙基苯基醚磷酸酯钾)(40%)和丙二醇(60%),由Rhodia Nikka生产)并搅拌直到溶解。然后,向其中加入1.1克Antifoam C(消泡剂,有机硅乳剂,由Dow Corning生产)、5.5克Aerosil COK-84(增稠剂,二氧化硅/氧化铝的混合物,由Degussa生产)和55.2克丙炔氟草胺(含量:99.8%),并进一步加入300克直径1.0毫米的玻璃珠,用Lab-搅拌器(由Yamato Scientific生产)以2000rpm在室温下搅拌2小时,用尼龙网滤出玻璃珠得到丙炔氟草胺悬浮液。悬浮液中丙炔氟草胺的体积中值直径用Mastersizer 2000(由Malvern生产)测量为2.0 μ m。

[0067] (2)向500毫升不锈钢烧杯中加入297.6克去离子水和2.4克KelzanASX(酸来源(acid staple)黄原胶,由CP Kelco生产)并用Lab-搅拌器(由Yamato Scientific生产)搅拌,得到水性增稠剂溶液。

[0068] (3)向300毫升不锈钢烧杯中加入72.4克在步骤(1)中得到的丙炔氟草胺悬浮液和16.0克的Geronol CF/AR(聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵(70%)),由Rhodia Nikka生产)并用Polytoron(匀浆器,由Kinematica生产)以3000rpm在室温下搅拌5分钟。另外,向其中加入30克在步骤(2)中得到的水性增稠剂溶液并以3000rpm在室温下搅拌5分钟。然后向其中加入87.1克N-膦甲基甘氨酸异丙基铵的水溶液(含量:62%)和去离子水使总体积为200毫升,以3000rpm在室温下搅拌10分钟,得到杀虫剂组合物1。

[0069] 制备例2

[0070] 根据制备例1相同的步骤,除了使用32.0克聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵代替16.0克聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵,并用25克在步骤(2)中得到的水性增稠剂溶液代替30克在步骤(2)中得到的水性增稠剂溶液之外,得到杀虫剂组合物2。

[0071] 制备例3

[0072] 根据制备例1相同的步骤,除了使用35克在步骤(2)中得到的水性增稠剂溶液代替30克在步骤(2)中得到的水性增稠剂溶液之外,得到杀虫剂组合物3。

[0073] 制备例4

[0074] 根据制备例1相同的步骤,除了使用40克在步骤(2)中得到的水性增稠剂溶液代替

30克在步骤(2)中得到的水性增稠剂溶液之外,得到杀虫剂组合物4。

[0075] 制备例5

[0076] (1)向500毫升的不锈钢烧杯中加入82.4克去离子水和54.9克Soprophor FLK(聚氧乙烯三苯乙基苯基醚磷酸酯钾,由Rhodia生产)并搅拌直到溶解。然后,向其中加入1.1克Antifoam C(消泡剂,有机硅乳剂,由Dow Corning生产)、6.6克Aerosil COK-84(增稠剂,二氧化硅/氧化铝的混合物,由Degussa生产)和54.9克丙炔氟草胺(含量:99.2%),并进一步加入300克直径1.0毫米的玻璃珠,用Lab-搅拌器(由Yamato Scientific生产)以2000rpm在室温下搅拌2小时,用尼龙网滤出玻璃珠得到丙炔氟草胺悬浮液。悬浮液中丙炔氟草胺的体积中值直径用Mastersizer 2000(由Malvern生产)测量为1.9 μ m。

[0077] (2)向500毫升不锈钢烧杯中加入297.6克去离子水和2.4克KelzanASX(酸来源黄原胶,由CP Kelco生产)并用Lab-搅拌器(由YamatoScientific生产)搅拌,得到水性增稠剂溶液。

[0078] (3)向300毫升不锈钢烧杯中加入72.8克在步骤(1)中得到的丙炔氟草胺悬浮液和16.0克Geronol CF/AR(聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵,由Rhodia Nikka生产)并用Polytoron(匀浆器,由Kinematica生产)以3000rpm在室温下搅拌5分钟。另外,向其中加入30克在步骤(2)中得到的水性增稠剂溶液并以3000rpm在室温下搅拌5分钟。然后向其中加入87.1克N-膦甲基甘氨酸异丙基铵(含量:62%)的水溶液和去离子水使总体积为200毫升,以3000rpm在室温下搅拌10分钟,得到杀虫剂组合物5。

[0079] 制备例6

[0080] 根据制备例5相同的步骤,除了使用35克在步骤(2)中得到的水性增稠剂溶液代替30克在步骤(2)中得到的水性增稠剂溶液之外,得到杀虫剂组合物6。

[0081] 制备例7

[0082] 根据制备例5相同的步骤,除了使用40克在步骤(2)中得到的水性增稠剂溶液代替30克在步骤(2)中得到的水性增稠剂溶液之外,得到杀虫剂组合物7。

[0083] 制备例8

[0084] (1)向500毫升的不锈钢烧杯中加入82.0克去离子水和54.6克Soprophor FLK(聚氧乙烯三苯乙基苯基醚磷酸酯钾,由Rhodia生产)并搅拌直到溶解。然后,向其中加入1.1克Antifoam C(消泡剂,有机硅乳剂,由Dow Corning生产)、7.7克Aerosil COK-84(增稠剂,二氧化硅/氧化铝的混合物,由Degussa生产)和54.6克丙炔氟草胺(含量:99.2%),并进一步加入300克直径1.0毫米的玻璃珠,用Three OneMotor(由Shinto Kagaku生产的搅拌器)搅拌1.5小时,滤出玻璃珠得到丙炔氟草胺悬浮液。悬浮液中丙炔氟草胺的体积中值直径用Mastersizer 2000(由Malvern生产)测量为2.0 μ m。

[0085] (2)向500毫升不锈钢烧杯中加入297.6克去离子水和2.4克KelzanASX(酸来源黄原胶,由CP Kelco生产)并用Lab-搅拌器搅拌,得到水性增稠剂溶液。

[0086] (3)向300毫升不锈钢烧杯中加入73.2克在步骤(1)中得到的丙炔氟草胺悬浮液和16.0克Geronol CF/AR(聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵,由Rhodia Nikka生产)并用Polytoron(匀浆器,由Kinematica生产)以3000rpm在室温下搅拌5分钟。另外,向其中加入30克在步骤(2)中得到的水性增稠剂溶液并以3000rpm在室温下搅拌5分钟。然后向其中加入87.1克N-膦甲基甘氨酸异丙基铵的水溶液(含量:62%)和去离子水使总体积为200毫升,以3000rpm

在室温下搅拌10分钟,得到杀虫剂组合物8。

[0087] 制备例9

[0088] 根据制备例8相同的步骤,除了使用35克在步骤(2)中得到的水性增稠剂溶液代替30克在步骤(2)中得到的水性增稠剂溶液之外,得到杀虫剂组合物9。

[0089] 制备例10

[0090] (1) 向500毫升的不锈钢烧杯中加入68.0克去离子水和45.2克Soprophor FLK (聚氧乙烯三苯乙基苯基醚磷酸酯钾,由Rhodia生产) 和36.2克Geronol CF/AR (聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵,由Rhodia生产) 并搅拌以溶解。然后,向其中加入0.9克Antifoam C (消泡剂,有机硅乳剂,由Dow Corning生产)、4.5克Aerosil COK-84 (增稠剂,二氧化硅/氧化铝的混合物,由Degussa生产) 和45.2克丙炔氟草胺(含量:99.2%),并进一步加入300克直径1.0毫米的玻璃珠,用Three OneMotor (由Shinto Kagaku生产的搅拌器) 搅拌2小时,滤出玻璃珠得到丙炔氟草胺悬浮液。悬浮液中丙炔氟草胺的体积中值直径用Mastersizer 2000 (由Malvern生产) 测量为2.0 μ m。

[0091] (2) 向500毫升不锈钢烧杯中加入297.6克去离子水和2.4克KelzanASX (酸来源黄原胶,由CP Kelco生产) 并用Lab-搅拌器 (由YamatoScientific生产) 搅拌,得到水性增稠剂溶液。

[0092] (3) 向300毫升不锈钢烧杯中加入88.4克在步骤(1)中得到的丙炔氟草胺悬浮液和30克在步骤(2)中得到的水性增稠剂溶液并用Polytoron (匀浆器,由Kinematica生产) 以3000rpm在室温下搅拌5分钟。另外,向其中加入87.1克N-膦甲基甘氨酸异丙基铵的水溶液(含量:62%) 和去离子水使总体积为200毫升,以3000rpm在室温下搅拌10分钟,得到杀虫剂组合物10。

[0093] 制备例11

[0094] 根据制备例10相同的步骤,除了使用40克在步骤(2)中得到的水性增稠剂溶液代替30克在步骤(2)中得到的水性增稠剂溶液之外,得到杀虫剂组合物11。

[0095] 制备例12

[0096] (1) 向35.2份的去离子水、25.4份的Soprophor FLK (聚氧乙烯三苯乙基苯基醚磷酸酯钾,由Rhodia生产)、0.3份Antifoam C乳剂(消泡剂,有机硅乳剂,由Dow Corning生产)、和25.4份丙炔氟草胺(含量:99.2%)的混合物中加入130份的直径1.0毫米的玻璃珠,并用ThreeOne Motor (由Shinto Kagaku生产的搅拌器) 搅拌2小时,滤出玻璃珠得到丙炔氟草胺悬浮液。悬浮液中丙炔氟草胺的体积中值直径用Mastersizer 2000 (由Malvern生产) 测量为2.0 μ m。

[0097] (2) 向步骤(1)中得到的丙炔氟草胺悬浮液中加入0.2份Antifoam C乳剂(消泡剂,有机硅乳剂,由Dow Corning生产)、87.5份GeronolCF/AR (聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵,由Rhodia生产)、25.4份AerosilCOK-84 (增稠剂,二氧化硅/氧化铝的混合物,由Degussa生产)、655.9份N-膦甲基甘氨酸异丙基铵的水溶液(含量62%) 和95.4份去离子水,并用Polytoron (匀浆器,由Kinematica生产) 以5000rpm在室温下搅拌10分钟,得到杀虫剂组合物12。

[0098] 制备例13

[0099] (1) 向35.2份的去离子水、25.4份的Soprophor FLK (聚氧乙烯三苯乙基苯基醚

磷酸酯钾,由Rhodia生产)、0.3份Antifoam C(消泡剂,有机硅乳剂,由Dow Corning生产)、和25.4份丙炔氟草胺(含量:99.2%)的混合物中加入130份的直径1.0毫米的玻璃珠,并用ThreeOne Motor(由Shinto Kagaku生产的搅拌器)搅拌2小时,滤出玻璃珠得到丙炔氟草胺悬浮液。悬浮液中丙炔氟草胺的体积中值直径用Mastersizer 2000(由Malvern生产)测量为2.0 μ m。

[0100] (2) 向步骤(1)中得到的丙炔氟草胺悬浮液中加入0.2份Antifoam C乳剂(消泡剂,有机硅乳剂,由Dow Corning生产)、52.5份Geronol CF/AR(聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵,由Rhodia生产)、25.4份Aerosil COK-84(增稠剂,二氧化硅/氧化铝的混合物,由Degussa生产)、655.9份N-膦甲基甘氨酸异丙基铵的水溶液(含量62%)、27.1份聚丙二醇,并加入152.7份去离子水,并用Polytoron(匀浆器,由Kinematica生产)以5000rpm在室温下搅拌10分钟,得到杀虫剂组合物13。

[0101] 制备例14

[0102] 根据制备例1的相同步骤,除了使用2.4克Kelzan S(黄原胶,由CP Kelco生产)代替2.4克Kelzan ASX(酸来源黄原胶,由CP Kelco生产),以及用40克在步骤(2)中得到的水性增稠剂溶液代替30克在步骤(2)中得到的水性增稠剂溶液,得到杀虫剂组合物14。

[0103] 制备例15

[0104] (1) 向500毫升的不锈钢烧杯中加入83.0克去离子水和55.2克Soprophor FLK(聚氧乙烯三苯乙基苯基醚磷酸酯钾(40%) 和丙二醇(60%),由Rhodia Nikka生产)并搅拌直到溶解。然后,向其中加入1.1克Antifoam C(消泡剂,有机硅乳剂,由Dow Corning生产)、5.5克Aerosil COK-84(增稠剂,二氧化硅/氧化铝的混合物,由Degussa生产)和55.2克flumiclorac-pentyl(含量:97.7%),并进一步加入300克直径1.0毫米的玻璃珠,用Lab-搅拌器(由Yamato Scientific生产)以2000rpm在室温下搅拌2小时,用尼龙网滤出玻璃珠得到flumiclorac-pentyl悬浮液。悬浮液中flumiclorac-pentyl的体积中值直径用Mastersizer 2000(由Malvern生产)测量为1.8 μ m。

[0105] (2) 向500毫升不锈钢烧杯中加入297.6克去离子水和2.4克Kelzan ASX(酸来源黄原胶,由CP Kelco生产)并用Lab-搅拌器(由Yamato Scientific生产)搅拌,得到水性增稠剂溶液。

[0106] (3) 向300毫升不锈钢烧杯中加入72.4克在步骤(1)中得到的flumiclorac-pentyl悬浮液和16.0克Geronol CF/AR(聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵(70%),由Rhodia Nikka生产)并用Polytoron(匀浆器,由Kinematica生产)以3000rpm在室温下搅拌5分钟。另外,向其中加入30克在步骤(2)中得到的水性增稠剂溶液,并以3000rpm在室温下搅拌5分钟,然后加入87.1克N-膦甲基甘氨酸异丙基铵的水溶液(含量62%)和去离子水使总体积为200毫升,并以3000rpm在室温下搅拌10分钟,得到杀虫剂组合物15。

[0107] 制备例16

[0108] 根据制备例15(1)的相同步骤,除了使用55.2克双氯氰菌胺(含量98.7%)代替55.2克flumiclorac-pentyl(含量97.7%),得到双氯氰菌胺悬浮液(体积中值直径为1.9 μ m)。

[0109] 另外,在制备例15(2)的步骤后,根据制备例15(3)的相同步骤,除了使用72.4克上述的双氯氰菌胺悬浮液代替72.4克flumiclorac-pentyl悬浮液,得到杀虫剂组合物16。

[0110] 制备例17

[0111] 根据制备例15(1)的相同步骤,除了使用55.2克杀虫磺(含量96.0%)代替55.2克 flumiclorac-pentyl(含量97.7%),得到杀虫磺悬浮液(体积中值直径为2.9 μ m)。

[0112] 另外,在制备例15(2)的步骤后,根据制备例15(3)的相同步骤,除了使用72.4克上述的杀虫磺悬浮液代替72.4克 flumiclorac-pentyl 悬浮液,得到杀虫剂组合物17。

[0113] 制备例18

[0114] 根据制备例15(1)的相同步骤,除了使用55.2克吡氟酰草胺(含量98.5%)代替55.2克 flumiclorac-pentyl(含量97.7%),得到吡氟酰草胺悬浮液(体积中值直径为2.6 μ m)。

[0115] 另外,在制备例15(2)的步骤后,根据制备例15(3)的相同步骤,除了使用72.4克上述的吡氟酰草胺代替72.4克 flumiclorac-pentyl 悬浮液,得到杀虫剂组合物18。

[0116] 制备例19

[0117] 使用风力磨对丙炔氟草胺进行干法干燥60分钟,得到体积中值直径为2.8 μ m的丙炔氟草胺粉末。

[0118] 向15克去离子水和10克 Soprophor FLK(聚氧乙烯三苯乙烯基苯基醚磷酸酯钾(40%)和丙二醇(60%),由 Rhodia Nikka 生产)的混合物中加入0.2克 Antifoam C(消泡剂,有机硅乳剂,由 Dow Corning 生产)、1.0克 Aerosil COK-84(增稠剂,二氧化硅/氧化铝的混合物,由 Degussa 生产)、1.0克如上得到的丙炔氟草胺粉末和8.0克 Geronol CF/AR(聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵(70%),由 Rhodia Nikka 生产),并用 Polytoron(匀浆器,由 Kinematica 生产)以5000rpm在室温下搅拌5分钟,得到丙炔氟草胺悬浮液。

[0119] 向19.84克去离子水中加入0.16克 Kelzan ASX(酸来源黄原胶,由 CP Kelco 生产),并用 Three One Motor(由 Shinto Kagaku 生产的搅拌器)在60℃搅拌2小时,得到水性增稠剂溶液。在将水性增稠剂溶液冷却到25℃后,加入上述的丙炔氟草胺悬浮液、43.55克 N-膦甲基甘氨酸异丙基铵的水溶液(含量62%)和1.25克去离子水,并用 Polytoron(匀浆器,由 Kinematica 生产)以5000rpm在室温下搅拌5分钟,得到杀虫剂组合物19。

[0120] 制备例20

[0121] 向15克去离子水和10克 Soprophor FLK(聚氧乙烯三苯乙烯基苯基醚磷酸酯钾(40%)和丙二醇(60%),由 Rhodia Nikka 生产)的混合物中加入0.2克 Antifoam C(消泡剂,有机硅乳剂,由 Dow Corning 生产)、1.0克 Aerosil COK-84(增稠剂,二氧化硅/氧化铝的混合物,由 Degussa 生产)、1.0克在制备例19中得到的丙炔氟草胺粉末和8.0克 Geronol CF/AR(聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵(70%),由 Rhodia Nikka 生产),并用 Polytoron(匀浆器,由 Kinematica 生产)以5000rpm在室温下搅拌5分钟,得到丙炔氟草胺悬浮液。

[0122] 然后,向19.84克去离子水中加入0.16克 Kelzan ASX(酸来源黄原胶,由 CP Kelco 生产),并用 Three One Motor(由 Shinto Kagaku 生产的搅拌器)在60℃搅拌2小时,得到水性增稠剂溶液。在将水性增稠剂溶液冷却到25℃后,加入上述的丙炔氟草胺悬浮液、16.12克 N-膦甲基甘氨酸异丙基铵的水溶液(含量62%)和28.68克去离子水,并用 Polytoron(匀浆器,由 Kinematica 生产)以5000rpm在室温下搅拌5分钟,得到杀虫剂组合物20。

[0123] 制备例21

[0124] 向15克去离子水和10克 Soprophor FLK(聚氧乙烯三苯乙烯基苯基醚磷酸酯钾

(40%)和丙二醇(60%),由Rhodia Nikka生产)的混合物中加入0.2克Antifoam C(消泡剂,有机硅乳剂,由Dow Corning生产)、1.0克Aerosil COK-84(增稠剂,二氧化硅/氧化铝的混合物,由Degussa生产)、10克在制备例19中得到的丙炔氟草胺粉末和8.0克Geronol CF/AR(聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵(70%),由Rhodia Nikka生产),并用Polytoron(匀浆器,由Kinematica生产)以5000rpm在室温下搅拌5分钟,得到丙炔氟草胺悬浮液。

[0125] 向19.84克去离子水中加入0.16克Kelzan ASX(酸来源黄原胶,由CP Kelco生产),并用Three One Motor(由Shinto Kagaku生产的搅拌器)在60℃搅拌2小时,得到水性增稠剂溶液。在将水性增稠剂溶液冷却到25℃后,加入上述的丙炔氟草胺悬浮液、16.12克N-膦甲基甘氨酸异丙基铵的水溶液(含量62%)和19.68克去离子水,并用Polytoron(匀浆器,由Kinematica生产)以5000rpm在室温下搅拌5分钟,得到杀虫剂组合物21。

[0126] 制备例22

[0127] 向10克Soprophor FLK(聚氧乙烯三苯乙烯基苯基醚磷酸酯钾(40%)和丙二醇(60%),由Rhodia Nikka生产)中加入0.2克Antifoam C(消泡剂,有机硅乳剂,由Dow Corning生产)、1.0克Aerosil COK-84(增稠剂,二氧化硅/氧化铝的混合物,由Degussa生产)、30.0克在制备例19中得到的丙炔氟草胺粉末和8.0克Geronol CF/AR(聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵(70%),由Rhodia Nikka生产),并用Polytoron(匀浆器,由Kinematica生产)以5000rpm在室温下搅拌5分钟,得到丙炔氟草胺悬浮液。

[0128] 然后,向18.39克去离子水中加入0.16克Kelzan ASX(酸来源黄原胶,由CP Kelco生产),并用Three One Motor(由Shinto Kagaku生产的搅拌器)在60℃搅拌2小时,得到水性增稠剂溶液。在将水性增稠剂溶液冷却到25℃后,加入上述的丙炔氟草胺悬浮液和32.25克N-膦甲基甘氨酸异丙基铵的水溶液(含量62%),并用Polytoron(匀浆器,由Kinematica生产)以5000rpm在室温下搅拌5分钟,得到杀虫剂组合物22。

[0129] 制备例23

[0130] 向14.68克去离子水和10克Soprophor FLK(聚氧乙烯三苯乙烯基苯基醚磷酸酯钾(40%)和丙二醇(60%),由Rhodia Nikka生产)的混合物中加入0.2克Antifoam C(消泡剂,有机硅乳剂,由Dow Corning生产)、1.0克Aerosil COK-84(增稠剂,二氧化硅/氧化铝的混合物,由Degussa生产)、30.0克在制备例19中得到的丙炔氟草胺粉末和8.0克Geronol CF/AR(聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵(70%),由Rhodia Nikka生产),并用Polytoron(匀浆器,由Kinematica生产)以5000rpm在室温下搅拌5分钟,得到丙炔氟草胺悬浮液。

[0131] 然后,向19.84克去离子水中加入0.16克Kelzan ASX(酸来源黄原胶,由CP Kelco生产),并用Three One Motor(由Shinto Kagaku生产的搅拌器)在60℃搅拌2小时,得到水性增稠剂溶液。在将水性增稠剂溶液冷却到25℃后,加入上述的丙炔氟草胺悬浮液和16.12克N-膦甲基甘氨酸异丙基铵的水溶液(含量62%),并用Polytoron(匀浆器,由Kinematica生产)以5000rpm在室温下搅拌5分钟,得到杀虫剂组合物23。

[0132] 制备例24

[0133] 向7.26克去离子水和10克Soprophor FLK(聚氧乙烯三苯乙烯基苯基醚磷酸酯钾(40%)和丙二醇(60%),由Rhodia Nikka生产)的混合物中加入0.2克Antifoam C(消泡剂,有机硅乳剂,由Dow Corning生产)、1.0克Aerosil COK-84(增稠剂,二氧化硅/氧化铝的混合物,由Degussa生产)、10.0克在制备例19中得到的丙炔氟草胺粉末和17.0克Geronol CF/

AR(聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵(70%)),由Rhodia Nikka生产),并用Polytoron(匀浆器,由Kinematica生产)以5000rpm在室温下搅拌5分钟,得到丙炔氟草胺悬浮液。

[0134] 向19.84克去离子水中加入0.16克Kelzan ASX(酸来源黄原胶,由CP Kelco生产),并用Three One Motor(由Shinto Kagaku生产的搅拌器)在60℃搅拌2小时,得到水性增稠剂溶液。在将水性增稠剂溶液冷却到25℃后,加入上述的丙炔氟草胺悬浮液和43.54克N-膦甲基甘氨酸异丙基铵的水溶液(含量62%),并用Polytoron(匀浆器,由Kinematica生产)以5000rpm在室温下搅拌5分钟,得到杀虫剂组合物24。

[0135] 制备例25

[0136] 向7.26克去离子水和9.0克Soprophor FLK(聚氧乙烯三苯乙基苯基醚磷酸酯钾(40%) 和丙二醇(60%)),由Rhodia Nikka生产)的混合物中加入0.2克Antifoam C(消泡剂,有机硅乳剂,由Dow Corning生产)、1.0克Aerosil COK-84(增稠剂,二氧化硅/氧化铝的混合物,由Degussa生产)、10.0克在制备例19中得到的丙炔氟草胺粉末和9.0克Geronol CF/AR(聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵(70%)),由Rhodia Nikka生产),并用Polytoron(匀浆器,由Kinematica生产)以5000rpm在室温下搅拌5分钟,得到丙炔氟草胺悬浮液。

[0137] 然后,向19.84克去离子水中加入0.16克Kelzan ASX(酸来源黄原胶,由CP Kelco生产),并用Three One Motor(由Shinto Kagaku生产的搅拌器)在60℃搅拌2小时,得到水性增稠剂溶液。在将水性增稠剂溶液冷却到25℃后,加入上述的丙炔氟草胺悬浮液和43.54克N-膦甲基甘氨酸异丙基铵的水溶液(含量62%),并用Polytoron(匀浆器,由Kinematica生产)以5000rpm在室温下搅拌5分钟,得到杀虫剂组合物25。

[0138] 制备例26

[0139] 向7.26克去离子水和17.0克Soprophor FLK(聚氧乙烯三苯乙基苯基醚磷酸酯钾(40%) 和丙二醇(60%)),由Rhodia Nikka生产)的混合物中加入0.2克Antifoam C(消泡剂,有机硅乳剂,由Dow Corning 生产)、1.0克Aerosil COK-84(增稠剂,二氧化硅/氧化铝的混合物,由Degussa生产)、10.0克在制备例19中得到的丙炔氟草胺粉末和1.0克Geronol CF/AR(聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵(70%)),由Rhodia Nikka生产),并用Polytoron(匀浆器,由Kinematica生产)以5000rpm在室温下搅拌5分钟,得到丙炔氟草胺悬浮液。

[0140] 然后,向19.84克去离子水中加入0.16克Kelzan ASX(酸来源黄原胶,由CP Kelco生产),并用Three One Motor(由Shinto Kagaku生产的搅拌器)在60℃搅拌2小时,得到水性增稠剂溶液。在将水性增稠剂溶液冷却到25℃后,加入上述的丙炔氟草胺悬浮液和43.54克N-膦甲基甘氨酸异丙基铵的水溶液(含量62%),并用Polytoron(匀浆器,由Kinematica生产)以5000rpm在室温下搅拌5分钟,得到杀虫剂组合物26。

[0141] 制备例27

[0142] 向25.0克Soprophor FLK(聚氧乙烯三苯乙基苯基醚磷酸酯钾(40%) 和丙二醇(60%)),由Rhodia Nikka生产)中加入0.2克Antifoam C(消泡剂,有机硅乳剂,由Dow Corning生产)、1.0克Aerosil COK-84(增稠剂,二氧化硅/氧化铝的混合物,由Degussa生产)、10.0克在制备例19中得到的丙炔氟草胺粉末和16.0克Geronol CF/AR(聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵(70%)),由Rhodia Nikka生产),并用Polytoron(匀浆器,由Kinematica生产)以5000rpm在室温下搅拌5分钟,得到丙炔氟草胺悬浮液。

[0143] 然后,向43.54克N-膦甲基甘氨酸异丙基铵的水溶液(含量62%)中加入0.16克

Kelzan ASX (酸来源黄原胶,由CP Kelco生产)和4.1克去离子水,并用Three One Motor (由Shinto Kagaku生产的搅拌器)在60℃搅拌2小时并冷却到25℃,向其中加入上述的丙炔氟草胺悬浮液并用Polytoron (匀浆器,由Kinematica生产)以5000rpm在室温下搅拌5分钟,得到杀虫剂组合物27。

[0144] 制备例28

[0145] 向1克Soprophor FLK (聚氧乙烯三苯乙炔基苯基醚磷酸酯钾(40%) 和丙二醇(60%),由Rhodia Nikka生产) 中加入0.2克Antifoam C (消泡剂,有机硅乳剂,由Dow Corning生产)、1.0克Aerosil COK-84 (增稠剂,二氧化硅/氧化铝的混合物,由Degussa生产)、1.0克在制备例 19中得到的丙炔氟草胺粉末和17.0克Geronol CF/AR (聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵(70%),由Rhodia Nikka生产),并用Polytoron (匀浆器,由Kinematica生产)以5000rpm在室温下搅拌5分钟,得到丙炔氟草胺悬浮液。

[0146] 然后,向79.64克N-膦甲基甘氨酸异丙基铵的水溶液(含量62%) 中加入0.16克Kelzan ASX (酸来源黄原胶,由CP Kelco生产)和4.1克去离子水,并用Three One Motor (由Shinto Kagaku生产的搅拌器)在60℃搅拌2小时并冷却到25℃,向其中加入上述的丙炔氟草胺悬浮液并用Polytoron (匀浆器,由Kinematica生产)以5000rpm在室温下搅拌5分钟,得到杀虫剂组合物28。

[0147] 制备例29

[0148] 向15.0克Soprophor FLK (聚氧乙烯三苯乙炔基苯基醚磷酸酯钾(40%) 和丙二醇(60%),由Rhodia Nikka生产) 中加入0.2克Antifoam C (消泡剂,有机硅乳剂,由Dow Corning生产)、1.0克Aerosil COK-84 (增稠剂,二氧化硅/氧化铝的混合物,由Degussa生产)、1.0克在制备例19中得到的丙炔氟草胺粉末和3.0克Geronol CF/AR (聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵(70%),由Rhodia Nikka生产),并用Polytoron (匀浆器,由Kinematica生产)以5000rpm在室温下搅拌5分钟,得到丙炔氟草胺悬浮液。向79.64克N-膦甲基甘氨酸异丙基铵的水溶液(含量62%) 中加入0.16克Kelzan ASX (酸来源黄原胶,由CPKelco生产),并用Three One Motor (由Shinto Kagaku生产的搅拌器)在60℃搅拌2小时并冷却到25℃,向其中加入上述的丙炔氟草胺悬浮液并用Polytoron (匀浆器,由Kinematica生产)以5000rpm在室温下搅拌5分钟,得到杀虫剂组合物29。

[0149] 制备例30

[0150] 使用风力磨对丙炔氟草胺(含量99.8%) 进行干法干燥60分钟,得到体积中值直径为2.8μm的丙炔氟草胺粉末。

[0151] 向10.26克去离子水和10克Soprophor FLK (聚氧乙烯三苯乙炔基苯基醚磷酸酯钾(40%) 和丙二醇(60%),由Rhodia Nikka生产) 混合物中加入0.2克Antifoam C (消泡剂,有机硅乳剂,由Dow Corning生产)、1.0克Aerosil COK-84 (增稠剂,二氧化硅/氧化铝的混合物,由Degussa生产)、10.0克如上得到的丙炔氟草胺粉末和10.0克Geronol CF/AR (聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵(70%),由Rhodia Nikka生产),并用Polytoron (匀浆器,由Kinematica生产)以5000rpm在室温下搅拌5分钟,得到丙炔氟草胺悬浮液。

[0152] 向19.34克去离子水中加入0.16克Kelzan ASX (酸来源黄原胶,由CP Kelco生产),并用Three One Motor (由Shinto Kagaku生产的搅拌器)在60℃搅拌2小时,得到水性增稠剂溶液。在将水性增稠剂溶液冷却到25℃后,加入上述的丙炔氟草胺悬浮液、43.54克N-膦

甲基甘氨酸异丙基铵的水溶液(含量62%)和4.5克丙二醇,并用Polytoron(匀浆器,由Kinematica生产)以5000rpm在室温下搅拌5分钟,得到杀虫剂组合物30。

[0153] 制备例31

[0154] 向10.26克去离子水和5.0克Soprophor FLK(聚氧乙烯三苯乙基苯基醚磷酸酯钾(40%)和丙二醇(60%),由Rhodia Nikka生产)的混合物中加入0.2克Antifoam C(消泡剂,有机硅乳剂,由Dow Corning生产)、1.0克Aerosil COK-84(增稠剂,二氧化硅/氧化铝的混合物,由Degussa生产)、10.0克在制备例30中得到的丙炔氟草胺粉末和10.0克Geronol CF/AR(聚氧乙烯烷基醚磷酸酯铵(70%),由Rhodia Nikka生产),并用Polytoron(匀浆器,由Kinematica生产)以5000rpm在室温下搅拌5分钟,得到丙炔氟草胺悬浮液。

[0155] 然后,向17.34克去离子水中加入0.16克Kelzan ASX(酸来源黄原胶,由CP Kelco生产),并用Three One Motor(由Shinto Kagaku生产的搅拌器)在60℃搅拌2小时,得到水性增稠剂溶液。在将水性增稠剂溶液冷却到25℃后,加入上述的丙炔氟草胺悬浮液、43.54克N-膦甲基甘氨酸异丙基铵的水溶液(含量62%)和2.5克丙二醇,并用Polytoron(匀浆器,由Kinematica生产)以5000rpm在室温下搅拌5分钟,得到杀虫剂组合物31。

[0156] 参考制备例1

[0157] (1) 向35.2份去离子水和2.5份的Reax 910(木素磺酸钠,由Westvaco生产)的混合物中加入0.3份Antifoam C乳剂(消泡剂,有机硅乳剂,由Dow Corning生产)和25.4份的丙炔氟草胺(含量99.2%)、130份的直径1.0毫米的玻璃珠,并用Three One Motor(由ShintoKagaku生产的搅拌器)搅拌2小时,在滤出玻璃珠后,得到丙炔氟草胺悬浮液。悬浮液中丙炔氟草胺的体积中值直径用Mastersizer 2000(由Malvern生产)测量为1.8 μ m。

[0158] (2) 向步骤(1)中得到的丙炔氟草胺悬浮液中加入0.2份Antifoam C(消泡剂,有机硅乳剂,由Dow Corning生产)、50.8份的Arcard 16-50(十六烷基三甲基氯化铵,由Lion Akzo生产)、33.9份的EmalsogenM(脂肪醇聚乙二醇醚,由Clariant生产)、25.4份Aerosil COK-84(增稠剂,二氧化硅/氧化铝的混合物,由Degussa生产)、655.9份N-膦甲基甘氨酸异丙基铵的水溶液(含量62%)、42.4份聚丙二醇和128.0份去离子水,并用Polytoron(匀浆器,由Kinematica生产)以5000rpm在室温下搅拌10分钟,得到参考杀虫剂组合物。

[0159] 试验例1

[0160] 将杀虫剂组合物1、3、4、5、6、7、8、9、15、16、17和18的每一个装入到100毫升玻璃管(直径35毫米,深110毫米)中并充满玻璃管的约80%,使其在室温下放置2个月,之后,观察到全部杀虫剂组合物保持稳定的悬浮状态,未分离。

[0161] 试验例2

[0162] 将杀虫剂组合物2装入到100毫升玻璃管(直径35毫米,深110毫米)中并充满玻璃管的约80%,使其在54℃放置1个月,然后,观察到在顶部略微分离,但是分离出的透明层的高度为整个组合物的4%。

[0163] 试验例3

[0164] 将杀虫剂组合物12、13和参考杀虫剂组合物的每一个装入到100毫升玻璃管(直径35毫米,深110毫米)中并充满玻璃管的约80%,使其放置3天并进行观察,结果如表1所示。

[0165] 表1

组合物	3天后的状态	分离速率*1
-----	--------	--------

杀虫剂组合物12	均一(未分离)	0%
杀虫剂组合物13	均一(未分离)	0%
参考杀虫剂组合物	在底部分离出透明层	8%

[0166] *1:分离速率(%)=[透明部分(层)的高度(毫米)/总高度(毫米)]×100

[0167] 试验例4

[0168] 用水稀释定量的杀虫剂组合物2制备水性稀释物。将水性稀释物以236L/ha速率(可流动的水性杀虫剂组合物2的量的2L/ha)通过叶处理施用到在农作物地中生长的common cocklebur (*Xanthium pensylvanicum*), velvetleaf (*Abutilon theophrasti*), 谷莠子 (*Setaria faberi*) 和稗草 (*Echinochloa crus-galli*) 上。在处理后的18天, 结果如表2所示。以11个级别评价除草活性, 分别是“0”、“1”、“2”、“3”、“4”、“5”、“6”、“7”、“8”、“9”和“10”, 其中0表示在处理过的杂草和未处理杂草之间的生长程度没有区别或区别很小, 10表示杂草完全死亡或者它们的生长被完全抑制。

[0169] 表2

组合物	除草效果			
	common cocklebur	velvetleaf	谷莠子	稗草
杀虫剂组合物 2	10	10	10	9

[0170] 本发明的杀虫剂组合物具有优异的悬浮稳定性, 因此, 其可用于包括水不溶性杀虫剂组分和作为自由溶于水的杀虫剂组分的N-膦甲基甘氨酸盐的杀虫剂制剂。