



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 117281114 A

(43) 申请公布日 2023. 12. 26

(21) 申请号 202311130030.X

A01N 25/04 (2006.01)

(22) 申请日 2023.09.04

A01N 43/713 (2006.01)

(71) 申请人 河北中天邦正生物科技股份有限公司
地址 062650 河北省沧州市青县经济开发区北区长兴路6号

A01N 43/36 (2006.01)

A01P 7/00 (2006.01)

(72) 发明人 张伟 王立鹏 张权 王洪伟

(74) 专利代理机构 上海新泊利知识产权代理事务所(普通合伙) 31435

专利代理师 韩涛

(51) Int. Cl.

A01N 25/30 (2006.01)

C08F 220/06 (2006.01)

C08F 220/56 (2006.01)

C08F 216/20 (2006.01)

C08F 230/08 (2006.01)

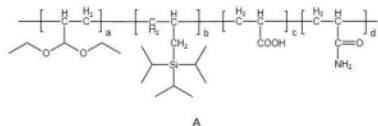
权利要求书2页 说明书6页

(54) 发明名称

一种含有复合分散剂的农药悬浮剂及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种含有复合分散剂的农药悬浮剂及其制备方法,包含活性组分、复合分散剂、增稠剂、防腐剂、消泡剂和水;所述复合分散剂通过改性丙烯酸聚合物和改性木质素混合均匀制得;所述改性丙烯酸聚合物与改性木质素的质量比为3-4:1;所述改性丙烯酸聚合物具有如下式A所示结构,其中,a:b:c:d=(3-5):(1-2):(10-15):(10-15)。本发明提供的含有复合分散剂的农药悬浮剂具有优异的分散性、悬浮率高并且农药附着率高。



1. 一种含有复合分散剂的农药悬浮剂,其特征在于,包含活性组分、复合分散剂、增稠剂、防腐剂、消泡剂和水;

所述复合分散剂通过改性丙烯酸聚合物和改性木质素混合均匀制得;

所述复合分散剂中改性丙烯酸聚合物与改性木质素的质量比为3-4:1;

按总质量分数为100%计,所述各组分的质量百分含量为:

活性组分 40-50%

复合分散剂 3-5%

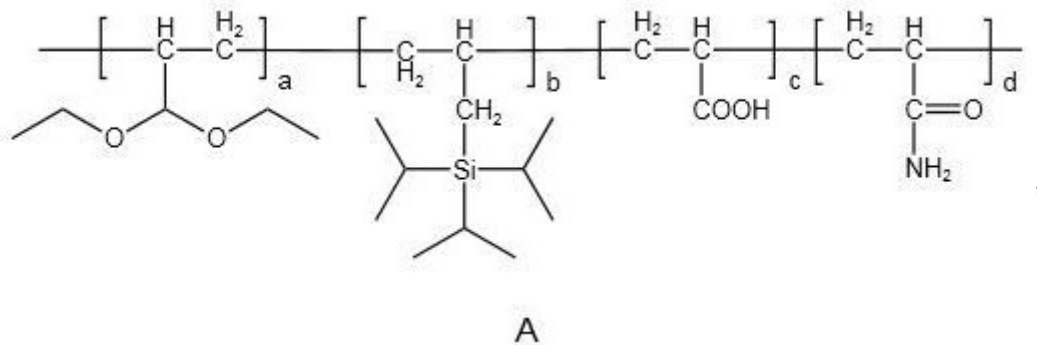
增稠剂 1-3%

防腐剂 0.5-1%

消泡剂 0.5-1%

余量为水。

2. 根据权利要求1所述的含有复合分散剂的农药悬浮剂,其特征在于,所述改性丙烯酸聚合物具有如下式A所示结构:



其中,a:b:c:d=(3-5):(1-2):(10-15):(10-15)。

3. 根据权利要求1所述的含有复合分散剂的农药悬浮剂,其特征在于,所述活性组分包含四唑虫酰胺和虫螨腈;所述四唑虫酰胺与虫螨腈的质量比为1:2-3。

4. 根据权利要求1所述的含有复合分散剂的农药悬浮剂,其特征在于,所述增稠剂选自海藻酸钠、聚丙烯酸酯或硅酸镁铝中的至少一种;

所述防腐剂选自苯甲酸钠或卡松中的至少一种;

所述消泡剂选自聚二甲基硅氧烷或正辛醇中的至少一种。

5. 根据权利要求1所述的含有复合分散剂的农药悬浮剂,其特征在于,所述改性丙烯酸聚合物通过以下步骤制备:

(1) 在反应器中,将丙烯酸、丙烯酰胺、丙烯醛缩二乙醇、乳化剂和去离子水匀速搅拌制成预乳液;

(2) 在反应器中通入保护气,加入预乳液和引发剂,加热至75-80℃,在转速为300-400r/min条件下,搅拌反应2-3小时;

(3) 向步骤(2)的反应器中加入烯丙基三异丙基硅烷,升温至85-90℃,保温反应40-60分钟后冷却至室温,过滤制得所述改性丙烯酸聚合物。

6. 根据权利要求5所述的含有复合分散剂的农药悬浮剂,其特征在于,所述丙烯醛缩二乙醇、烯丙基三异丙基硅烷、丙烯酸和丙烯酰胺的摩尔比为(3-5):(1-2):(10-15):(10-15)。

7. 根据权利要求5所述的含有复合分散剂的农药悬浮剂,其特征在于,所述步骤(1)中乳化剂选自十二烷基硫酸钠或十二烷基酚聚氧乙烯醚中的一种;所述步骤(2)中引发剂选自过硫酸铵、过硫酸钠或过硫酸钾中的一种。

8. 根据权利要求1所述的含有复合分散剂的农药悬浮剂,其特征在于,所述改性木质素通过以下步骤制备:在反应器中加入酒石酸、催化剂和去离子水,搅拌均匀后加入碱性木质素,升温至80-95℃,反应3-6小时后过滤、洗涤、干燥制得所述改性木质素。

9. 根据权利要求8所述的含有复合分散剂的农药悬浮剂,其特征在于,所述碱性木质素与酒石酸的质量比为8-10:1;所述催化剂选自次磷酸钠或次磷酸钾中的一种。

10. 权利要求1-9任意一项所述含有复合分散剂的农药悬浮剂的制备方法,其特征在于,包含以下步骤:按比例称取各组分,将活性组分加入到水中,充分搅拌后加入复合分散剂、增稠剂、防腐剂和消泡剂,充分搅拌均匀制得所述含有复合分散剂的农药悬浮剂。

一种含有复合分散剂的农药悬浮剂及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及农药悬浮剂技术领域,具体涉及一种含有复合分散剂的农药悬浮剂及其制备方法。

背景技术

[0002] 在农田害虫治理方面,农药的复配是延缓和解决害虫抗药性的重要手段。具有增效作用的农药复配组合物可以扩大防治谱、降低剂量、改善生物学特性、减少环境污染、环境相容性好且害虫更不易产生抗性。

[0003] 农药复配能够扩大杀虫谱、延缓害虫抗药性,通过多种农药之间进行合理复配,可达到对农作物害虫进行有效防治的目的。但复配的农药较高的浓度对环境有着一定的危害,并且农药有效成分只有与有害生物或被保护对象接触、摄取或吸收后才可以发挥作用。因此,必须将其加工成各种特定物理化学性能的农药剂型。

[0004] 随着人们环保意识的日益增强,以有机溶剂为主要载体的乳油等传统农药剂型已不能满足人们的需要。在农药的各种剂型中,安全、环保的悬浮剂成为21世纪农药加工领域的主导剂型之一。悬浮剂是以水为介质,借助某些助剂,通过砂磨粉碎,将不溶或微溶于水的固体原药均匀地分散于水中,形成一种颗粒细小的高悬浮、能流动的稳定的液固体系。具有粒径小,分散性好、流动性好、悬浮率高、生物活性高,使用剂量小、耐雨水冲刷、残留低、对人畜低毒等特点。悬浮剂中分散剂是最重要的助剂,在农药剂型的配制和赋予有效成分最佳效力等方面起了重要作用。

[0005] 但现有技术中的悬浮剂悬浮率较低,分散性较差并且农药附着率较低,不适用于复配农药悬浮剂的制备。

[0006] 因此,目前亟需一种悬浮率高、分散性强并且农药附着率高的农药悬浮剂。

发明内容

[0007] 发明目的:针对现有技术的缺陷,本发明的目的在于提供一种悬浮率高、分散性强并且农药附着率高的含有复合分散剂的农药悬浮剂及其制备方法。

[0008] 技术方案:

[0009] 一种含有复合分散剂的农药悬浮剂,包含活性组分、复合分散剂、增稠剂、防腐剂、消泡剂和水;

[0010] 所述复合分散剂通过改性丙烯酸聚合物和改性木质素混合均匀制得;

[0011] 所述复合分散剂中改性丙烯酸聚合物与改性木质素的质量比为3-4:1;

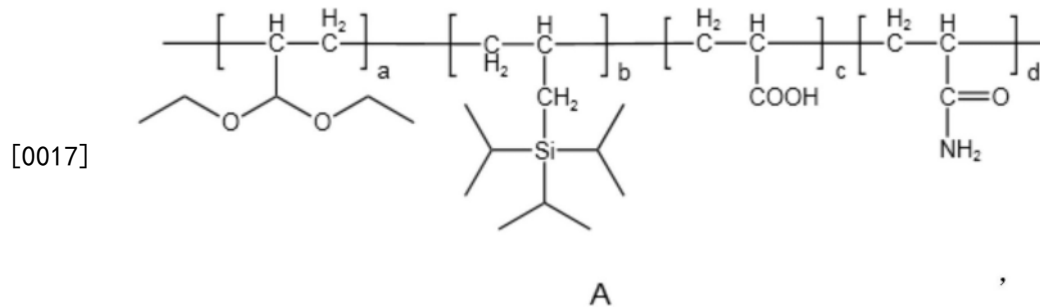
[0012] 按总质量分数为100%计,所述各组分的质量百分含量为:

	活性组分	40-50%
	复合分散剂	3-5%
[0013]	增稠剂	1-3%
	防腐剂	0.5-1%
	消泡剂	0.5-1%

[0014] 余量为水。

[0015] 本发明使用复合分散剂,可以显著提高农药悬浮剂的悬浮率、分散性和农药附着率。

[0016] 进一步地,所述改性丙烯酸聚合物具有如下式A所示结构:



[0018] 其中,a:b:c:d=(3-5):(1-2):(10-15):(10-15)。

[0019] 本发明的改性丙烯酸聚合物通过丙烯酸、丙烯酰胺和丙烯醛缩二乙二醇和烯丙基三异丙基硅烷进行共聚制得,具有优异的分散能力,可以作为超分散剂使用。

[0020] 本发明的改性丙烯酸聚合物,其结构中一部分包含具有强极性的聚醚链段作为锚固基团,可以通过离子键、共价键等相互作用吸附在农药颗粒表面,防止分散剂脱落,进而可以显著提高农药附着率;另一部分包含羧基、酰胺基作为溶剂化键,可以与水具有良好的相容性;并且还包含三异丙基硅烷的结构,可以使分子具有比较伸展的结构,因此具有优异的分散性,可以显著提高悬浮剂的悬浮率和分散性。

[0021] 进一步地,所述活性组分包含四唑虫酰胺和虫螨腈;所述四唑虫酰胺与虫螨腈的质量比为1:2-3。

[0022] 本发明优选四唑虫酰胺和虫螨腈复配农药作为活性组分,具有优异的广谱杀虫能力,可以有效治理病虫害,并且可以延缓害虫的抗药性。

[0023] 进一步地,所述增稠剂选自海藻酸钠、聚丙烯酸酯或硅酸镁铝中的至少一种;

[0024] 所述防腐剂选自苯甲酸钠或卡松中的至少一种;

[0025] 所述消泡剂选自聚二甲基硅氧烷或正辛醇中的至少一种。

[0026] 进一步地,所述改性丙烯酸聚合物通过以下步骤制备:

[0027] (1) 在反应器中,将丙烯酸、丙烯酰胺、丙烯醛缩二乙二醇、乳化剂和去离子水匀速搅拌制成预乳液;

[0028] (2) 在反应器中通入保护气,加入预乳液和引发剂,加热至75-80℃,在转速为300-400r/min条件下,搅拌反应2-3小时;

[0029] (3) 向步骤(2)的反应器中加入烯丙基三异丙基硅烷,升温至85-90℃,保温反应40-60分钟后冷却至室温,过滤制得所述改性丙烯酸聚合物。

[0030] 进一步地,所述丙烯醛缩二乙醇、烯丙基三异丙基硅烷、丙烯酸和丙烯酰胺的摩尔比为(3-5):(1-2):(10-15):(10-15)。

[0031] 进一步地,所述步骤(1)中乳化剂选自十二烷基硫酸钠或十二烷基酚聚氧乙烯醚中的一种;所述步骤(2)中引发剂选自过硫酸铵、过硫酸钠或过硫酸钾中的一种。

[0032] 进一步地,所述改性木质素通过以下步骤制备:在反应器中加入酒石酸、催化剂和去离子水,搅拌均匀后加入碱性木质素,升温至80-95℃,反应3-6小时后过滤、洗涤、干燥制得所述改性木质素。

[0033] 本发明的复合分散剂中的改性木质素,其天然网状大分子结构提供了空间位阻作用,从而可以维持悬浮剂的稳定性,并且通过酒石酸对木质素进行改性,可以提高木质素与聚合物的相容性,进而提高农药悬浮剂的分散性和稳定性。

[0034] 进一步地,所述碱性木质素与酒石酸的质量比为8-10:1;所述催化剂选自次磷酸钠或次磷酸钾中的一种。

[0035] 上述任意一项含有复合分散剂的农药悬浮剂的制备方法,包含以下步骤:按比例称取各组分,将活性组分加入到水中,充分搅拌后加入复合分散剂、增稠剂、防腐剂和消泡剂,充分搅拌均匀制得所述含有复合分散剂的农药悬浮剂。

[0036] 有益效果:

[0037] (1)本发明提供的含有复合分散剂的农药悬浮剂中使用复合分散剂制备农药悬浮剂,复合分散剂中的改性丙烯酸聚合物通过丙烯酸、丙烯酰胺和丙烯醛缩二乙醇和烯丙基三异丙基硅烷进行共聚制得,具有优异的分散能力,可以作为超分散剂使用。

[0038] (2)本发明提供的含有复合分散剂的农药悬浮剂中的改性丙烯酸聚合物,其结构中一部分包含具有强极性的聚醚链段作为锚固基团,可以通过离子键、共价键等相互作用吸附在农药颗粒表面,防止分散剂脱落,进而可以显著提高农药附着率;另一部分包含羧基、酰胺基作为溶剂化键,可以与水具有良好的相容性;并且还包含三异丙基硅烷的结构,可以使分子具有比较伸展的结构,因此具有优异的分散性,可以显著提高悬浮剂的悬浮率和分散性。

[0039] (3)本发明提供的含有复合分散剂的农药悬浮剂中使用复合分散剂制备农药悬浮剂,复合分散剂中的改性木质素,其天然网状大分子结构提供了空间位阻作用,从而可以维持悬浮剂的稳定性,并且通过酒石酸对木质素进行改性,可以提高木质素与聚合物的相容性,进而提高农药悬浮剂的分散性和稳定性。

[0040] (4)本发明提供的含有复合分散剂的农药悬浮剂中使用复合分散剂,可以显著提高农药悬浮剂的悬浮率、分散性和农药附着率。

具体实施方式

[0041] 以下将结合具体实施方案来说明本发明。需要说明的是,下面的实施例为本发明的示例,仅用来说明本发明,而不用来限制本发明。在不偏离本发明主旨或范围的情况下,可进行本发明构思内的其他组合和各种改良。

[0042] 市售分散剂是从济南宝达染料化工有限公司购买的亚甲基双萘磺酸钠;高分子分散剂是从广州市缘昌贸易有限公司购买的40%聚丙烯酸钠;碱性木质素是从上海吉至生化科技有限公司购买的L27580;其余试剂、设备为本技术领域常规试剂和设备。

[0043] 改性丙烯酸聚合物制备

[0044] 通过以下步骤制备改性丙烯酸聚合物：

[0045] (1) 在装有冷凝管、机械搅拌器和滴液漏斗的500mL四口烧瓶中加入中，加入0.15mol丙烯酸、0.15mol丙烯酰胺、0.05mol丙烯醛缩乙二醇、0.3g十二烷基硫酸钠和100mL去离子水，在磁力搅拌器上预乳化半小时制成预乳液；

[0046] (2) 在装有冷凝管、机械搅拌器和滴液漏斗的500mL四口烧瓶中通入氮气，加入步骤(1)制得的预乳液和0.3g过硫酸铵，加热至80℃，开动搅拌器，控制转速为350r/min，反应3小时；

[0047] (3) 向步骤(2)的反应器中加入0.02mol烯丙基三异丙基硅烷，升温至90℃，保温反应50分钟后冷却至室温，过滤制得所述改性丙烯酸聚合物。

[0048] 改性木质素制备

[0049] 通过以下步骤制备改性木质素：

[0050] 在反应器中加入1g酒石酸、0.3g次磷酸钠和50mL去离子水，搅拌均匀后加入10g碱性木质素，升温至90℃，反应4小时后过滤、洗涤、干燥制得所述改性木质素。

[0051] 实施例1

[0052] 通过以下步骤制备农药悬浮剂：

[0053] 按比例称取各组分，将活性组分加入到水中，充分搅拌后加入复合分散剂、海藻酸钠、苯甲酸钠和聚二甲基硅氧烷，充分搅拌均匀制得所述含有复合分散剂的农药悬浮剂；

[0054] 其中，活性组分为质量比1:3的四唑虫酰胺与虫螨腈；

[0055] 复合分散剂为质量比4:1的改性丙烯酸聚合物与改性木质素混合均匀后制得；

[0056] 按总质量分数为100%计，所述各组分的质量百分含量为：

活性组分 50%

复合分散剂 5%

[0057] 海藻酸钠 3%

苯甲酸钠 1%

聚二甲基硅氧烷 1%

[0058] 余量为水。

[0059] 实施例2

[0060] 基本同实施例1，所不同的是按总质量分数为100%计，所述各组分及其质量百分含量为：

活性组分 45%

复合分散剂 4%

[0061] 硅酸镁铝 2%

卡松 1%

聚二甲基硅氧烷 1%

[0062] 余量为水。

[0063] 实施例3

[0064] 基本同实施例1,所不同的是按总质量分数为100%计,所述各组分及其质量百分含量为:

活性组分	40%
复合分散剂	3%

[0065] 硅酸镁铝	1%
卡松	1%
聚二甲基硅氧烷	1%

[0066] 余量为水。

[0067] 对比例1

[0068] 基本同实施例1,所不同的是复合分散剂改为等量市售分散剂。

[0069] 对比例2

[0070] 基本同实施例1,所不同的是改性聚丙烯聚合物改为等量高分子分散剂。

[0071] 对比例3

[0072] 基本同实施例1,所不同的是改性聚丙烯聚合物改为等量改性木质素。

[0073] 对比例4

[0074] 基本同实施例1,所不同的是改性木质素改为等量碱性木质素。

[0075] 对比例5

[0076] 基本同实施例1,所不同的是改性木质素改为等量改性聚丙烯聚合物。

[0077] 性能测试

[0078] 悬浮率检测:通过GB/T14825-2006农药悬浮率测定方法检测实施例1-3与对比例1-5产品的悬浮率。

[0079] 农药附着率检测:将盖玻片(2cm×2cm)在实施例1-3与对比例1-5的产品溶液中竖直浸泡1分钟,竖直取出并倾斜50°静置2分钟后测定盖玻片上的农药量,计算农药附着率。

[0080] 分散性检测:分别在250mL量筒中,加入249mL水及用注射器量取的1mL实施例1-3与对比例1-5产品,从距量筒水面5cm处滴入水中,观察其分散情况。按其分散的好坏分为优、良、劣三级。

[0081] 优级:在水中呈雾状自动分散,无可见颗粒下沉。

[0082] 良级:在水中能自动分散,有颗粒下沉,下沉颗粒可慢慢分散或轻微摇动后分散。

[0083] 劣级:在水中不能自动分散,呈颗粒状下沉,经强烈摇动后才能分散。

[0084] 检测结果如下表:

[0085]	悬浮率(%)	农药附着率(%)	分散性
实施例1	96	86	优
实施例2	95	86	优
实施例3	95	87	优
对比例1	57	48	劣
对比例2	78	66	良
对比例3	67	64	劣

对比例4	85	73	劣
对比例5	81	69	良

[0086] 根据实施例1-3与对比例1的检测结果对比可知,本发明提供的含有复合分散剂的农药悬浮剂中使用复合分散剂,农药悬浮剂的悬浮率高、分散性强并且农药附着率高。

[0087] 根据实施例1-3与对比例2、3的检测结果对比可知,本发明提供的含有复合分散剂的农药悬浮剂使用复合分散剂,其中的改性聚丙烯聚合物可以显著提高农药悬浮剂的农药附着率、悬浮率和分散性。

[0088] 根据实施例1-3与对比例4、5的检测结果对比可知,本发明提供的含有复合分散剂的农药悬浮剂使用复合分散剂,其中的改性木质素可以显著提高农药悬浮剂的分散性。

[0089] 以上实施方式只为说明本发明的技术构思及特点,其目的在于让熟悉此项技术的人了解本发明内容并加以实施,并不能以此限制本发明的保护范围,凡根据本发明精神实质所做的等效变化或修饰,都应涵盖在本发明的保护范围内。