



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110432265 B

(45) 授权公告日 2021.07.13

(21) 申请号 201910654215.8

A01N 47/18 (2006.01)

(22) 申请日 2019.07.19

A01N 37/34 (2006.01)

A01P 3/00 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 110432265 A

(56) 对比文件

(43) 申请公布日 2019.11.12

US 20110275710 A1, 2011.11.10

CN 1957704 A, 2007.05.09

(73) 专利权人 河北双吉化工有限公司

CN 103704222 A, 2014.04.09

地址 052300 河北省石家庄市辛集市东郊

CN 102057902 A, 2011.05.18

(72) 发明人 郑晓成 徐菊

CN 102228022 A, 2011.11.02

CN 103583535 A, 2014.02.19

(74) 专利代理机构 石家庄领皓专利代理有限公司

CN 106962365 A, 2017.07.21

13130

CN 105685026 A, 2016.06.22

代理人 王春丽

CN 101554161 A, 2009.10.14

(51) Int. Cl.

张大侠等. 70%代森锰锌水分散粒剂的配方研究.《农药研究与应用》.2010,第14卷(第1期),第18-20页,第30页.

A01N 25/14 (2006.01)

A01N 43/50 (2006.01)

A01N 47/14 (2006.01)

A01N 37/46 (2006.01)

A01N 47/34 (2006.01)

审查员 万华林

权利要求书1页 说明书6页

(54) 发明名称

一种农药水分散粒剂及其制备方法

(57) 摘要

本发明属于农药制剂技术领域,提出了一种农药水分散粒剂及其制备方法。一种农药水分散粒剂,由以下重量份的组分组成:农药活性成分15~70份,分散剂5~10份,润湿剂2~5份,崩解剂5.5~9份,粘结剂1~4份,填料2~10份,分散剂为泊洛沙姆、壳聚糖与柠檬酸质量比为4:1:1.5的混合物。制备方法中先将农药有效成分、分散剂、崩解剂混合均匀后粉碎,在与加水溶解后的润湿剂、粘结剂混合得到悬浮液,将悬浮液喷雾干燥后与填料混合、挤压造粒、烘干等步骤。通过上述技术方案,解决了现有技术水分散粒剂的配方单一、适用范围小的问题。

1. 一种农药水分散粒剂,其特征在于,由以下重量份的组分组成:

农药活性成分15~70份,分散剂5~10份,润湿剂2~5份,崩解剂5.5~9份,粘结剂1~4份,填料2~10份,

所述分散剂为泊洛沙姆、壳聚糖与柠檬酸质量比为4:1:1.5的混合物,将泊洛沙姆溶解于一定量的水中制得浓度为20%的泊洛沙姆水溶液,向泊洛沙姆水溶液中加入柠檬酸,溶解后加入壳聚糖,混合均匀后冷冻干燥,得到所述分散剂,

所述润湿剂为聚乙二醇、聚乙烯亚胺、聚丙烯酸钠质量比为2:1:1的混合物。

2. 根据权利要求1所述的一种农药水分散粒剂,其特征在于,由以下重量份的组分组成:

农药活性成分45份,分散剂8份,润湿剂4份,崩解剂7份,粘结剂2.5份,填料6份。

3. 根据权利要求1所述的一种农药水分散粒剂,其特征在于,所述农药活性成分为氰霜唑、代森锰锌、甲霜灵、霜脲氰、多菌灵、百菌清中的一种或两种。

4. 根据权利要求1所述的一种农药水分散粒剂,其特征在于,所述崩解剂为三聚磷酸钠、羧甲基淀粉钠、微晶纤维素中的一种或多种。

5. 根据权利要求1所述的一种农药水分散粒剂,其特征在于,所述粘结剂为羧甲基纤维素、聚乙烯醇、聚乙烯吡咯烷酮、蔗糖中的一种或多种。

6. 根据权利要求1所述的一种农药水分散粒剂,其特征在于,所述填料为膨润土、高岭土、硅藻土、白炭黑中的一种或多种。

## 一种农药水分散粒剂及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于农药制剂技术领域,涉及一种农药水分散粒剂及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 水分散粒剂是20世纪80年代研究开发的一种农药环保新剂型,是在可湿性粉剂和悬浮剂的基础上发展起来的。该剂型在加工及使用过程中,降低了对环境的污染,而且方便计量、包装及运输,降低了农民使用成本,是目前农药发展的一大趋势。

[0003] 目前,水分散粒剂主要由原料药、分散剂、润湿剂、崩解剂、粘结剂、填料等组分构成,助剂的选择是影响水分散粒剂的润湿性、崩解性和悬浮性的关键因素,进而影响了药液在植物表面滞留量、滞留时间以及在植物表皮的穿透能力,影响农药生物活性,现有技术中水分散粒剂的配方单一,对原材料变化敏感,特别是不同生产厂家的同一种原药,用相同的配方生产水分散粒剂,其性能也有较大的差异,因此,研究一种适用性好的农药水分散粒剂,对于提高农药有效成分的利用率很有必要。

### 发明内容

[0004] 本发明提出一种农药水分散粒剂及其制备方法,解决了现有技术中水分散粒剂的配方单一、适用范围小的问题。

[0005] 本发明的技术方案是这样实现的:

[0006] 一种农药水分散粒剂,由以下重量份的组分组成:

[0007] 农药活性成分15~70份,分散剂5~10份,润湿剂2~5份,崩解剂5.5~9份,粘结剂1~4份,填料2~10份。

[0008] 作为进一步的技术方案,由以下重量份的组分组成:

[0009] 农药活性成分45份,分散剂8份,润湿剂4份,崩解剂7份,粘结剂2.5份,填料6份。

[0010] 作为进一步的技术方案,所述分散剂为泊洛沙姆、壳聚糖与柠檬酸质量比为4:1:1.5的混合物。

[0011] 作为进一步的技术方案,所述农药活性成分为氰霜唑、代森锰锌、甲霜灵、霜脲氰、多菌灵、百菌清中的一种或两种。

[0012] 作为进一步的技术方案,所述润湿剂为聚乙二醇、聚乙烯亚胺、聚丙烯酸钠质量比为2:1:1的混合物。

[0013] 作为进一步的技术方案,所述崩解剂为三聚磷酸钠、羧甲基淀粉钠、微晶纤维素中的一种或多种。

[0014] 作为进一步的技术方案,所述粘结剂为羧甲基纤维素、聚乙烯醇、聚乙烯吡咯烷酮、蔗糖中的一种或多种。

[0015] 作为进一步的技术方案,所述填料为膨润土、高岭土、硅藻土、白炭黑中的一种或多种。

[0016] 一种农药水分散粒剂的制备方法,包括以下步骤:

- [0017] S1.按照上述的农药水分散粒剂的配方,称取各个组分备用;
- [0018] S2.将农药有效成分、分散剂、崩解剂混合均匀后粉碎,得到混合粉;
- [0019] S3.将润湿剂、粘结剂用水溶解后与混合粉混合得到悬浮液;
- [0020] S4.将步骤S3得到的悬浮液喷雾干燥去掉多余的水分,得到颗粒;
- [0021] S5.将步骤S4得到的颗粒与填料混合均匀、挤压造粒、烘干后,得到一种农药水分散粒剂。
- [0022] 作为进一步的技术方案,步骤S3中水与润湿剂的重量比为45~55:1。
- [0023] 本发明的工作原理及有益效果为:
- [0024] 1、本发明中,以农药活性成分为主料,添加特定组分的分散剂、润湿剂、崩解剂、粘结剂和填料,各种组分相互协同,使得制备的农药水分散粒剂悬浮率高达93.7%,润湿时间低至52s,崩解时间低至42s,且在(54±2)℃恒温烘箱中,贮存14天后的悬浮率、润湿时间、崩解时间变化小,具有良好的悬浮性、崩解性、润湿性和热贮稳定性,因此,提高了农药水分散粒剂在植物表面的滞留量,延长了滞留时间,从而提高了农药活性成分的生物活性,提高农药活性成分的利用率,减少使用剂量,降低成本,适合推广使用。
- [0025] 2、本发明中,制备方法中先将农药有效成分、分散剂、崩解剂混合均匀后粉碎,在与加水溶解后的润湿剂、粘结剂混合得到悬浮液,将悬浮液喷雾干燥后与填料混合、挤压造粒、烘干等步骤,使得农药水分散粒剂中各组分分散的更加均匀,提高了各组分的协同作用,进而提高了农药水分散粒剂的分散稳定性。
- [0026] 3、本发明中,配方中各组分协同配伍,使得制备的水分散粒剂针对不同种类的农药有效成分以及两种农药有效成分的复配均具有很好的悬浮性、崩解性、润湿性和悬浮稳定性,因此,配方合理,适用范围更广,适用性更强,适合推广使用。
- [0027] 4、本发明中,润湿剂为聚乙二醇、聚乙烯亚胺、聚丙烯酸钠质量比为2.5:1:2的混合物,聚乙二醇、聚乙烯亚胺、聚丙烯酸钠三者复配,使得制备的农药水分散粒剂具有很好的润湿性,润湿时间短,聚乙二醇、聚乙烯亚胺、聚丙烯酸钠具有良好的水溶性,三者配合,在提高润湿性的同时与配方中的分散剂协同,提高了农药水分散粒剂的悬浮性、崩解性和热贮稳定性。
- [0028] 5、本发明中,分散剂为泊洛沙姆、壳聚糖与柠檬酸质量比为4:1:1.5的混合物,分散剂中泊洛沙姆、壳聚糖和柠檬酸相互配合,显著提高了农药水分散粒剂的分散性能和热贮稳定性。泊洛沙姆为聚氧乙烯-聚氧丙烯-聚氧乙烯三嵌段共聚物,分子链中聚氧乙烯链具有相对亲水性,可以使农药活性成分在水溶液中很好的分散并稳定悬浮,聚氧丙烯链具有相对亲油性,可以与农药活性成分之间具有很好的相容性,与农药活性成分形成稳定的相互结构,进一步增强农药水分散粒剂的悬浮稳定性,泊洛沙姆与壳聚糖在水中通过氢键组装形成稳定的分子结构,壳聚糖中的长链结构增加了空间位阻,增强了分散剂与农药活性成分之间的作用力,提高了农药水分散粒剂的热贮稳定性,柠檬酸的加入,营造了酸性环境,促进了壳聚糖在水中的溶解,增强了泊洛沙姆与壳聚糖之间的相互作用,此外壳聚糖还具有很好的通透性,可以提高农药水分散粒剂在植物表皮的穿透能力,从而提高农药生物活性,减少使用剂量,降低成本,提高了农药水分散粒剂的性价比,实用性强。
- [0029] 6、本发明中,分散剂的制备方法中先将配制质量分数为20%的泊洛沙姆水溶液,加入柠檬酸溶解后再加入壳聚糖,充分溶解后冷冻干燥得到分散剂,特定的制备方法能够

最大程度的保留分散剂中的有效成分,使得分散剂在农药水分散粒剂中的功效得以充分的发挥。

### 具体实施方式

[0030] 下面将结合本发明实施例,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有作出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

#### [0031] 实施例1

[0032] 一种农药水分散粒剂,由以下重量份的组分组成:

[0033] 农药活性成分15份,分散剂5份,润湿剂2份,崩解剂5.5份,粘结剂1份,填料2份,

[0034] 其中,分散剂为泊洛沙姆、壳聚糖与柠檬酸质量比为4:1:1.5的混合物,农药活性成分为氰霜唑,润湿剂为聚乙二醇、聚乙烯亚胺、聚丙烯酸钠质量比为2:1:1的混合物,崩解剂为三聚磷酸钠,粘结剂为羧甲基纤维素,填料为膨润土,

[0035] 其制备方法包括以下步骤:

[0036] S1.按照上述的配方,称取各个组分备用;

[0037] S2.将农药有效成分、分散剂、崩解剂混合均匀后粉碎,得到混合粉;

[0038] S3.将润湿剂、粘结剂用水溶解后与混合粉混合得到悬浮液,其中水与润湿剂的重量比为50:1;

[0039] S4.将步骤S3得到的悬浮液喷雾干燥去掉多余的水分,得到颗粒;

[0040] S5.将步骤S4得到的颗粒与填料混合均匀、挤压造粒、烘干后,得到一种农药水分散粒剂。

#### [0041] 实施例2

[0042] 一种农药水分散粒剂,由以下重量份的组分组成:

[0043] 农药活性成分70份,分散剂10份,润湿剂5份,崩解剂9份,粘结剂4份,填料10份,

[0044] 其中,分散剂为泊洛沙姆、壳聚糖与柠檬酸质量比为4:1:1.5的混合物,农药活性成分为氰霜唑,润湿剂为聚乙二醇、聚乙烯亚胺、聚丙烯酸钠质量比为2:1:1的混合物,崩解剂为三聚磷酸钠,粘结剂为羧甲基纤维素,填料为膨润土,

[0045] 步骤S3中水与润湿剂的重量比为55:1,其余制备步骤同实施例1。

#### [0046] 实施例3

[0047] 一种农药水分散粒剂,由以下重量份的组分组成:

[0048] 农药活性成分45份,分散剂8份,润湿剂4份,崩解剂7份,粘结剂2.5份,填料6份,

[0049] 其中,分散剂为泊洛沙姆、壳聚糖与柠檬酸质量比为4:1:1.5的混合物,农药活性成分为氰霜唑,润湿剂为聚乙二醇、聚乙烯亚胺、聚丙烯酸钠质量比为2:1:1的混合物,崩解剂为三聚磷酸钠,粘结剂为羧甲基纤维素,填料为膨润土,

[0050] 步骤S3中水与润湿剂的重量比为45:1,其余制备步骤同实施例1。

#### [0051] 实施例4

[0052] 一种农药水分散粒剂,由以下重量份的组分组成:

[0053] 农药活性成分45份,分散剂5份,润湿剂2份,崩解剂6份,粘结剂2.5份,填料2份,其

中,分散剂为泊洛沙姆、壳聚糖与柠檬酸质量比为4:1:1.5的混合物,农药活性成分为霜脲氰和代森锰锌质量比为8:1的混合物,润湿剂为聚乙二醇、聚乙烯亚胺、聚丙烯酸钠质量比为2:1:1的混合物,崩解剂为羧甲基淀粉钠,粘结剂为聚乙烯醇,填料为高岭土,

[0054] 其制备方法同实施例1。

[0055] 实施例5

[0056] 一种农药水分散粒剂,由以下重量份的组分组成:

[0057] 农药活性成分38份,分散剂8份,润湿剂4份,崩解剂7份,粘结剂2.5份,填料6份,其中,分散剂为泊洛沙姆、壳聚糖与柠檬酸质量比为4:1:1.5的混合物,农药活性成分为甲霜灵和代森锰锌质量比为24:5的混合物,润湿剂为聚乙二醇、聚乙烯亚胺、聚丙烯酸钠质量比为2:1:1的混合物,崩解剂为三聚磷酸钠和羧甲基淀粉钠质量比为1:1的混合物,粘结剂为蔗糖,填料为白炭黑,

[0058] 其制备方法同实施例1。

[0059] 实施例6

[0060] 一种农药水分散粒剂,由以下重量份的组分组成:

[0061] 农药活性成分20份,分散剂8份,润湿剂4份,崩解剂7份,粘结剂2.5份,填料8.5份,其中,分散剂为泊洛沙姆、壳聚糖与柠檬酸质量比为4:1:1.5的混合物,农药活性成分为氰霜唑和霜脲氰质量比为1:4的混合物,润湿剂为聚乙二醇、聚乙烯亚胺、聚丙烯酸钠质量比为2:1:1的混合物,崩解剂为三聚磷酸钠和微晶纤维素质量比为1:1的混合物,粘结剂为羧甲基纤维素和聚乙烯醇质量比为1:1的混合物,填料为膨润土,

[0062] 其制备方法同实施例1。

[0063] 实施例7

[0064] 一种农药水分散粒剂,由以下重量份的组分组成:

[0065] 农药活性成分45份,分散剂8份,润湿剂4份,崩解剂7份,粘结剂2.5份,填料6份,其中,分散剂为泊洛沙姆、壳聚糖与柠檬酸质量比为4:1:1.5的混合物,农药活性成分为多菌灵,润湿剂为聚乙二醇、聚乙烯亚胺、聚丙烯酸钠质量比为2:1:1的混合物,崩解剂为羧甲基淀粉钠,粘结剂为聚乙烯醇,填料为高岭土,

[0066] 其制备方法同实施例1。

[0067] 实施例1~7中分散剂的制备方法为:将泊洛沙姆溶解于一定量的水中制得浓度为20%的泊洛沙姆水溶液,向泊洛沙姆水溶液中加入柠檬酸,溶解后加入壳聚糖,混合均匀后冷冻干燥,得到分散剂。

[0068] 对比例1

[0069] 一种农药水分散粒剂,由以下重量份的组分组成:

[0070] 农药活性成分45份,分散剂5份,润湿剂2份,崩解剂6份,粘结剂2.5份,填料2份,其中,分散剂为泊洛沙姆,农药活性成分为霜脲氰和代森锰锌质量比为8:1的混合物,润湿剂为聚乙二醇、聚乙烯亚胺、聚丙烯酸钠质量比为2:1:1的混合物,崩解剂为羧甲基淀粉钠,粘结剂为聚乙烯醇,填料为高岭土,

[0071] 其制备方法同实施例1。

[0072] 对比例2

[0073] 一种农药水分散粒剂,由以下重量份的组分组成:

[0074] 农药活性成分45份,分散剂5份,润湿剂2份,崩解剂6份,粘结剂2.5份,填料2份,其中,分散剂为壳聚糖,农药活性成分为霜脲氰和代森锰锌质量比为8:1的混合物,润湿剂为聚乙二醇、聚乙烯亚胺、聚丙烯酸钠质量比为2:1:1的混合物,崩解剂为羧甲基淀粉钠,粘结剂为聚乙烯醇,填料为高岭土,

[0075] 其制备方法同实施例1。

[0076] 对比例3

[0077] 一种农药水分散粒剂,由以下重量份的组分组成:

[0078] 农药活性成分45份,分散剂5份,润湿剂2份,崩解剂6份,粘结剂2.5份,填料2份,其中,分散剂为泊洛沙姆、壳聚糖质量比为4:1的混合物,农药活性成分为霜脲氰和代森锰锌质量比为8:1的混合物,润湿剂为聚乙二醇、聚乙烯亚胺、聚丙烯酸钠质量比为2:1:1的混合物,崩解剂为羧甲基淀粉钠,粘结剂为聚乙烯醇,填料为高岭土;分散剂的制备方法为:将泊洛沙姆溶解于一定量的水中制得浓度为20%的泊洛沙姆水溶液,向泊洛沙姆水溶液中加入壳聚糖,混合均匀后冷冻干燥,得到分散剂;

[0079] 其制备方法同实施例1。

[0080] 对比例4

[0081] 一种农药水分散粒剂,由以下重量份的组分组成:

[0082] 农药活性成分45份,分散剂8份,润湿剂4份,崩解剂7份,粘结剂2.5份,填料6份,其中,分散剂为泊洛沙姆、壳聚糖与柠檬酸质量比为4:1:1.5的混合物,农药活性成分为霜脲氰和代森锰锌质量比为8:1的混合物,润湿剂为聚乙二醇、聚乙烯亚胺、聚丙烯酸钠质量比为2:1:1的混合物,崩解剂为羧甲基淀粉钠,粘结剂为聚乙烯醇,填料为高岭土,分散剂的制备方法为将泊洛沙姆溶解于一定量的水中制得浓度为20%的泊洛沙姆水溶液,向泊洛沙姆水溶液中加入柠檬酸,溶解后加入壳聚糖,混合均匀后在60℃真空干燥,得到分散剂,

[0083] 其制备方法同实施例1。

[0084] 对实施例1~7及对比例1~3制备的农药水分散粒剂进行如下性能测试:

[0085] 1、悬浮率:按照GB/T14825-2006《农药悬浮率测定方法》中规定的方法测试样品的悬浮率;

[0086] 2、润湿性:采用刻度量筒试验法,向盛有500mL342mg/L硬度水的量筒中快速倒入1.0g样品,不搅动,记录99%样品沉入筒底的时间。

[0087] 3、崩解性:采用刻度量筒试验法,100mL具塞量筒中加入90mL蒸馏水,于25℃下加入0.5g颗粒样品,夹住量筒的中部,塞住筒口,以8r/min的速度绕中心旋转,直到样品在水中完全崩解,记录崩解时间。

[0088] 4、热贮稳定性:按照GB/T19136-2003《农药热贮稳定性》测定方法中的规定,将约5g样品密封于50ml安瓿瓶中,放置在(54±2)℃恒温烘箱中,贮存14天后取出,1、2、3中的方法测定样品的悬浮率、润湿性、崩解性,测试结果见下表:

[0089] 表1实施例1~7级对比例1~3制备的农药水分散粒剂的性能测试结果

测试项目	贮前			贮后		
	悬浮率	润湿时间	崩解时间	悬浮率	润湿时间	崩解时间
[0090]						

[0091]

	(%)	(s)	(s)	(%)	(s)	(s)
实施例 1	91.6	55	46	91.1	52	53
实施例 2	91.3	58	44	90.6	53	50
实施例 3	92.5	52	45	91.8	50	52
实施例 4	92.8	53	43	91.7	51	51
实施例 5	92.6	54	42	91.9	50	48
实施例 6	93.7	55	44	93.2	52	52
实施例 7	93.2	52	42	92.5	49	47
对比例 1	88.3	72	81	81.5	70	91
对比例 2	84.6	79	65	80.2	82	78
对比例 3	86.5	69	74	83.1	75	86
对比例 4	88.7	63	63	81.2	79	88

[0092] 从表1中可以看出,与对比例1~4制备的农药水分散粒剂相比,本发明实施例1~7制备的农药水分散粒剂悬浮率高、润湿时间短、崩解时间短,悬浮率高达93.7%,润湿时间低至52s,崩解时间低至42s,且在(54±2)℃恒温烘箱中,贮存14天后的悬浮率、润湿时间、崩解时间变化小,说明本发明制备的农药水分散粒剂具有良好的悬浮性、崩解性、润湿性和热贮稳定性。对于不同类型的农药活性成分以及两种农药有效成分的混合,制备的农药水分散粒剂均具有良好的悬浮性、崩解性、润湿性和热贮稳定性,说明本发明制备的水分散粒剂对不同类型的农药活性成分的适用性更强,因此,适用范围更广,适合推广使用。

[0093] 与实施例4相比,对比例1的农药水分散粒剂的分散剂中只有泊洛沙姆,对比例2的农药水分散粒剂的分散剂中只有壳聚糖,对比例3农药水分散粒剂的分散剂中只有泊洛沙姆和壳聚糖,对比例4的农药水分散粒剂的分散剂制备方法中混合完全后采用在60℃真空干燥的方式,结果与实施例4相比,对比例1的农药水分散粒剂崩解时间更长,热贮稳定性更差,悬浮率相对降低,润湿时间相对更长;对比例2的农药水分散粒剂中悬浮率更差,润湿时间更长,崩解时间相对更长,热贮稳定性更差;对比例3的农药水分散粒剂中悬浮率相对更差,润湿时间、崩解时间相对更长,热贮稳定性相对更差;对比例4的农药水分散粒剂热贮稳定性更差,悬浮率相对更差,润湿时间、崩解时间相对更长,这是说明分散剂中泊洛沙姆、壳聚糖和柠檬酸相互配合,显著提高了农药水分散粒剂的分散性能和热贮稳定性,分散剂的制备方法中采用冷冻干燥的方式能够最大程度的保留分散剂中的有效成分,使得分散剂在农药水分散粒剂中的功效得以充分的发挥。

[0094] 以上仅为本发明的较佳实施例而已,并不用以限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。