

# 初次油水比对高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂理化特性的影响

安长成<sup>1</sup>, 何凤梅<sup>1</sup>, 卢 瑞<sup>2</sup>, 韦志坤<sup>2</sup>, 谭辉华<sup>\*1</sup>

(1. 广西大学 农学院, 南宁 530005; 2. 广西田园生化股份有限公司, 南宁 530003)

**摘要:** 采用界面聚合法制备了以聚脲树脂为囊材的 15% 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂。在制备过程中, 以油相质量与初次用水质量相比得到初次油水比, 探究了不同初次油水比对高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂理化性质的影响。设定 4 个不同初次油水比 ( $R_i$ ) 处理, 分别为  $R_i = 1 : 0.55$ 、 $1 : 0.69$ 、 $1 : 0.83$  和  $1 : 0.97$ , 通过光学显微镜、扫描电镜、激光粒度分布仪对所制备微囊的形貌进行表征, 并测定包覆率与贮藏稳定性。结果显示: 当  $R_i$  分别为  $1 : 0.83$  和  $1 : 0.97$  时, 所制备的 15% 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂成囊质量高, 微囊形貌好, 微囊包覆率 90% 以上, 粒径  $3\sim 4 \mu\text{m}$  ( $D_{95}$ ), 贮存稳定性合格。本研究可为制备高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂提供参考。

**关键词:** 初次油水比; 高效氯氟氰菊酯; 微囊悬浮剂; 理化特性; 包覆率; 贮存稳定性

中图分类号: TQ 450.6 文献标志码: A 文章编号: 1008-7303(2019)04-0545-06

## Effect of initial oil-water ratio on physico-chemical properties of *lambda*-cyhalothrin microcapsule suspension

AN Changcheng<sup>1</sup>, HE Fengmei<sup>1</sup>, LU Rui<sup>2</sup>, WEI Zhikun<sup>2</sup>, TAN Huihua<sup>\*1</sup>

(1. College of Agriculture, Guangxi University, Nanning 530005, China;

2. Guangxi Tianyuan Biochemical Co., Ltd, Nanning 530003, China)

**Abstract:** A 15% *lambda*-cyhalothrin microcapsule suspension of polyurea resin was prepared as a capsule material by interfacial polymerization. In the preparation of *lambda*-cyhalothrin microcapsule suspension, the initial oil-water ratio ( $R_i$ ) was obtained by the quotient of the weight of the oil phase and the weight of the initial water. The effect of the  $R_i$  value on the physico-chemical properties of the *lambda*-cyhalothrin microcapsule suspension was also investigated. Four 15% *lambda*-cyhalothrin microcapsule suspensions treated with different initial oil-water ratios were prepared. Their  $R_i$  values were  $1 : 0.55$ ,  $1 : 0.69$ ,  $1 : 0.83$  and  $1 : 0.97$ , respectively. The morphology of the microcapsules was characterized by optical microscope (OM), scanning electron microscope (SEM) and laser particle size analyzer. The encapsulation efficiency and storage stability of each treatment were determined. The experimental results showed that, when the  $R_i$  values were  $1 : 0.83$  and  $1 : 0.97$ , the 15% *lambda*-cyhalothrin microcapsule suspension had high capsule quality, good microcapsule morphology, and the

收稿日期: 2019-04-13; 录用日期: 2019-06-21.

基金项目: 广西科技重大专项 (桂科 AA17202017).

作者简介: 安长成, 男, 硕士研究生, E-mail: anchangchengcc@163.com; \*谭辉华, 通信作者 (Author for correspondence), 男, 教授, 主要从事农药残留与生态毒理研究, E-mail: jeffthh@163.com

microcapsule encapsulation efficiency was 90% or higher. The particle sizes were in the range of 3-4  $\mu\text{m}$  ( $D_{95}$ ), and the storage stability has also be qualified. This study has provided a reference for the preparation of  $\lambda$ -cyhalothrin microcapsule suspensions.

**Keywords:** initial oil-water ratio;  $\lambda$ -cyhalothrin; microcapsule suspension; physico-chemical properties; encapsulation efficiency; stability

农药微胶囊是将农药作为芯材包覆于囊材形成的微米级胶囊粒子, 将其分散于介质水中稀释后使用, 因能降低农药使用量, 提高农药利用率而被广泛研究<sup>[1-4]</sup>。微胶囊农药的制备方法可分为物理法、化学法和物理化学法, 其中物理法包括锅式涂层法和空气悬浮涂层法等, 化学法包括界面聚合法和原位聚合法等<sup>[5]</sup>。工业生产中最常用的方法有界面聚合法和原位聚合法, 使用最多的囊材为聚脲树脂、聚氨酯和脲醛树脂<sup>[6]</sup>。在用界面聚合法制备农药微囊悬浮剂的研究报道中, 大多是关于乳化剂种类及其使用量以及分散剂种类及其使用量、体系 pH 值、搅拌速率、固化温度和固化时间等对微囊悬浮剂理化性质的影响<sup>[7-10]</sup>。

在实验室调试或实际生产微囊悬浮剂时发现, 采用同样的制备方法, 所得制剂结果会出现合格、不合格情况。笔者初步研究发现, 配方研制者或生产者由于种种原因存在将制剂中的水分多次投入的情况, 而微囊悬浮剂的理化性质却与制备加工中的初次油水比有关, 目前有关初次油水比对微囊悬浮剂理化性质的影响则鲜有报道。鉴于此, 本文以初次油水比为切入点, 以高效氯氟氰菊酯为供试药剂, 探究了在制剂加工过程中初次油水比对高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂理化性质的影响。

## 1 材料与方法

### 1.1 主要仪器

精度为 0.01 g 的 JY2002 电子秤 (上海衡平仪器仪表厂); CP-225D 电子分析天平 (塞多利斯科学仪器有限公司); U400/80-220 数显搅拌机 (上海微特电机有限公司); FA25-25F 高速剪切乳化机 (上海弗鲁克液体机械制造有限公司); Bettersize2600L 激光粒度分布仪 (丹东百特仪器有限公司); DZKW-S-6 恒温水浴锅 (北京市永明医疗仪器有限公司); GC 2014-气相色谱仪 (岛津公司); U-series 光学显微镜 (深圳爱科学数码科技有限公司); S-3400N 扫描电子显微镜 (日本日立公司)。

### 1.2 药剂和试剂

高效氯氟氰菊酯 ( $\lambda$ -cyhalothrin) 原药, 纯度  $\geq 96\%$ , 购自广东立威化工有限公司; 高效氯氟氰菊酯标准品, 纯度  $\geq 99.1\%$ , 购自上海安谱实验科技股份有限公司; PM-200 (工业级) 购自山东烟台万华化学品公司; 蓖麻油聚氧乙烯醚 (工业级) 购自南京太化化工有限公司; 木质素磺酸钠 (工业级), 由福建衡泰达化工科技有限公司提供;  $N,N$ -二甲基甲酰胺 (DMF, 工业级) 购自广州泰翔石化科技有限公司; 三乙醇胺 (化学纯) 购自天津市富宇精细化工有限公司; 黄原胶 (工业级) 购自淄博中轩生化有限公司; 乙二醇 (工业级) 购自郑州源泽化工有限公司; 乙酸仲丁酯 (纯度 99%) 购自国药集团化学试剂有限公司; 葵二酸二正辛酯 (纯度  $> 95\%$ , GC) 购自上海阿拉丁生化科技股份有限公司。

### 1.3 15% 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂的制备

油相的制备: 分别称取 3.5 g PM-200、15.6 g 96% 高效氯氟氰菊酯原药和 17.0 g 乙酸仲丁酯于 100 mL 烧杯中, 搅拌至完全溶解, 制得油相。

水相的制备: 分别称取 3.5 g 蓖麻油聚氧乙烯醚和 5.0 g 木质素磺酸钠于 100 mL 烧杯中, 分别加入 20.0、25.0、30.0 和 35.0 g 去离子水, 搅拌至完全溶解, 制得水相。

将水相倒入油相烧杯中, 以油相质量与初次用水质量相比得到初次油水比, 记为  $R_1$ , 分别得到处理 1 ( $R_1 = 1 : 0.55$ )、处理 2 ( $R_1 = 1 : 0.69$ )、处理 3 ( $R_1 = 1 : 0.83$ ) 和处理 4 ( $R_1 = 1 : 0.97$ ) 的样品, 用高速剪切乳化机在 8 000~10 000 r/min 下剪切 5 min, 得到水乳液。参照文献 [11] 方法, 将水乳液迅速转移至 250 mL 三口烧瓶中, 在 500 r/min 下搅拌 10 min。室内常温环境保持转速在 500 r/min 下缓慢滴加 2.0 g 10% 的三乙醇胺水溶液, 滴加完成后搅拌 10 min, 转移至 60  $^{\circ}\text{C}$  恒温水浴锅, 固化 2 h。为防止水乳液因受热不均造成局部爆聚, 在固化时开启低速搅拌, 转速 50 r/min。为了得到更加稳定的微囊悬浮剂制剂, 在微囊悬浮剂固化

成囊后加入增稠剂等助剂<sup>[12]</sup>。处理 1~4 在微囊固化后均加入 2.0 g 乙二醇和 5.0 g 黄原胶熟化液 (1.5%), 于 300 r/min 下搅拌 20 min。加入以上所有物料后, 最后用去离子水将 4 个处理补足至各 100 g。

#### 1.4 15% 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂的质量表征

1.4.1 形貌表征 取 10.0 g 制备的 15% 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂, 加入 240.0 g 去离子水稀释, 用光学显微镜进行观察记录。取上述样品稀释液于锡箔纸, 在无尘环境中自然风干, 剪取适当大小附载了样品的锡箔纸, 喷金处理后用扫描电镜进行观察记录。

1.4.2 粒径大小与分布 用激光粒径分布仪测定 15% 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮样品中不同粒径颗粒占颗粒体积 (或个数等) 总量的百分数以及粒径分散系数<sup>[13]</sup>。样品用纯水稀释 10 倍后滴加到仪器所示最佳浓度范围, 经过多次测量取平均值。

1.4.3 包覆率的测定 采用气相色谱仪检测未被包覆、游离态的高效氯氟氰菊酯, 以丙酮为溶剂采用超声破囊方法检测微囊悬浮剂体系中高效氯氟氰菊酯的总含量。

1.4.3.1 气相色谱检测条件 FID 检测器; 色谱柱为 10%OV-101 2 m×3 mm 填充柱; 柱室温度 260 °C, 汽化室温度 290 °C, 检测室温度 290 °C; 流速 2.5 mL/min; 送样体积 1 μL。

1.4.3.2 以葵二酸二正辛酯为内标 称取葵二酸二正辛酯 2.0 g (精确至 0.000 2 g) 于 50 mL 容量瓶中, 用丙酮溶解并定容, 摇匀后备用。

1.4.3.3 标准溶液配制 称取高效氯氟氰菊酯标准品 0.05 g (精确至 0.000 2 g) 于 10 mL 容量瓶中, 准确加入内标溶液 2.0 mL, 用丙酮溶解并定容, 摇匀后备用。

1.4.3.4 被测样品处理 称取样品 0.5 g (精确至 0.000 2 g) 于 10 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 丙酮, 超声振荡 10 min, 取出, 待温度恢复至室温后, 准确加入内标溶液 2 mL, 用丙酮定容, 摇匀, 过滤。

1.4.3.5 游离态高效氯氟氰菊酯含量检测 参照文献<sup>[14]</sup>方法。称取各处理样品 2.0 g (精确至 0.000 2 g) 于 20 mL 烧杯中, 加入 6.0 g (精确至 0.000 2 g) 溶剂油, 磁力搅拌 15 min 后静置 3 h。将上层清液离心, 取上层清液 1.0 g 于 10 mL 容量瓶中, 加入内标溶液和 6 mL 丙酮, 超声振荡 10 min。取出静置, 待温度降至室温后, 用丙酮定容, 摇匀后

检测。

高效氯氟氰菊酯总含量检测: 样品用丙酮溶解, 超声 20 min 后检测。按公式 (1) 计算包覆率 ( $R$ )。

$$R/\% = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \quad (1)$$

式中:  $m_1$ —高效氯氟氰菊酯总质量, g;  $m_2$ —游离态高效氯氟氰菊酯质量, g。

1.4.4 贮存稳定性测定 按照文献<sup>[14]</sup>要求测定 15% 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂的热贮稳定性和冻融稳定性。

1.4.4.1 冻融稳定性 取 15% 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂样品适量至安瓿瓶中密封保存, 在室温、(20 ± 2) °C 和 (-10 ± 2) °C 之间做 4 个循环, 每个循环为结冻 18 h, 融化 6 h, 检测 pH 值、倾倒性、自发分散性、悬浮率及粒径, 观察制剂稳定性。

1.4.4.2 热贮稳定性 取 15% 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂样品适量至安瓿瓶中密封保存, 在 (54 ± 2) °C 下贮存 14 d 后计算热贮分解率, 并记录制剂分层情况, 测定制剂 pH 值、倾倒性、自发分散性、悬浮率及粒径, 观察制剂稳定性。

## 2 结果与分析

### 2.1 不同初次油水比对高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂形貌的影响

2.1.1 光学显微镜观察结果 图 1 为 4 个处理在 800 倍下的光学显微镜图片。当初次油水比 ( $R_i$ ) 为 1:0.55 时 (处理 1), 微囊呈现片状聚集, 分散性差, 见图 1(a); 当  $R_i = 1:0.69$  时 (处理 2), 微囊小部分聚集, 分散性较处理 1 有所改善, 见图 1(b); 当  $R_i = 1:0.83$  (处理 3) 和 1:0.97 (处理 4) 时, 微囊分散性良好, 分别见图 1(c) 和图 1(d)。

结果表明, 初次油水比对微囊形貌影响较大。当  $R_i = 1:0.69$  时, 所形成微囊整体分散性较好, 但少部分微囊存在粘结现象; 当  $R_i = 1:0.83$  时, 微囊形貌良好。由此, 可将  $R_i = 1:0.69$  作为参考临界值, 若小于该值, 可能会导致微囊形貌质量问题。

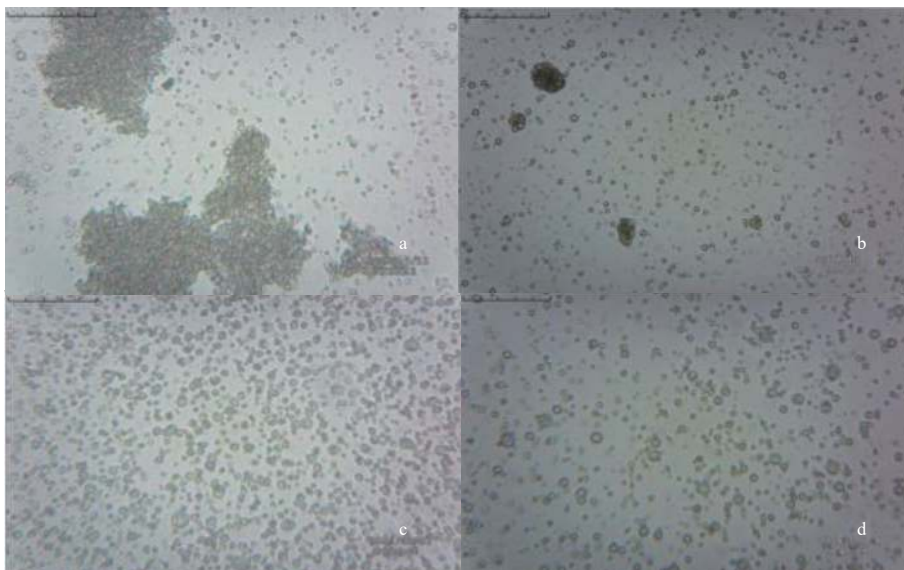
2.1.2 扫描电镜观察结果 图 2 为 4 个处理的扫描电镜图。当  $R_i = 1:0.55$  (处理 1) 时, 在扫描电镜下观察可见囊材粘结严重, 大部分囊材未形成微囊, 见图 2(a); 当  $R_i = 1:0.69$  (处理 2) 时, 可见大部分微囊成型, 小部分囊材粘结, 见图 2(b);



当  $R_1 = 1 : 0.83$  (处理 3) 和  $1 : 0.97$  (处理 4) 时, 可见微囊成型且均匀分布, 分别见图 2(c) 和图 2(d)。

结果表明, 尽管处理 1 ( $R_1 = 1 : 0.55$ ) 和处理 2 ( $R_1 = 1 : 0.69$ ) 所得微囊的形貌均表现出不同程

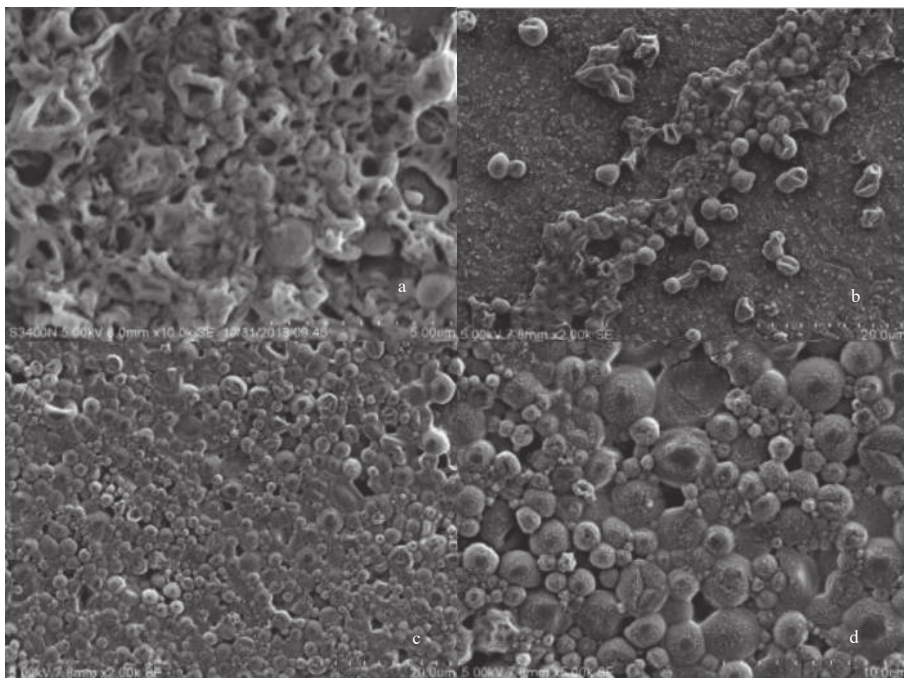
度的粘结, 但两者存在一定差别: 处理 1 囊材未形成完整微囊, 而处理 2 大部分囊材形成完整微囊, 表现出的粘结更多的是完整微囊之间的聚集。



a.  $R_1 = 1 : 0.55$ ; b.  $R_1 = 1 : 0.69$ ; c.  $R_1 = 1 : 0.83$ ; d.  $R_1 = 1 : 0.97$

图 1 不同初次油水比条件下制备的 15% 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂的光学显微镜照片 ( $\times 800$  倍)

Fig. 1 OM pictures of 15% *lambda*-cyhalothrin microcapsule suspension prepared under different conditions ( $\times 800$  times)



a.  $R_1 = 1 : 0.55$  ( $\times 10.0$  K); b.  $R_1 = 1 : 0.69$  ( $\times 2.0$  K); c.  $R_1 = 1 : 0.83$  ( $\times 2.0$  K); d.  $R_1 = 1 : 0.97$  ( $\times 5.0$  K)

图 2 不同初次油水比条件下制备的 15% 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂的扫描电镜照片

Fig. 2 SEM pictures of 15% *lambda*-cyhalothrin microcapsule suspension prepared under different conditions

## 2.2 不同初次油水比对高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂粒径大小的影响

测定结果 (表 1) 显示: 处理 1 ( $R_1 = 1 : 0.55$ ),

因成囊效果差以及囊材之间的粘结, 平均粒径偏大; 处理 2 ( $R_1 = 1 : 0.69$ ), 平均粒径较处理 1 大幅度减小, 微囊间的少量粘结对粒径影响微弱, 粒

径数据未表现出异常; 处理 3 ( $R_i = 1 : 0.83$ ) 以及处理 4 ( $R_i = 1 : 0.97$ ) 成囊情况均较好, 分散均匀, 平均粒径大小较小并无显著差异。

表 1 不同初次油水比处理的微囊粒径大小

Table 1 Size of microcapsules treated with different initial oil-water ratios

处理 Treatment	初次油水比 Initial oil-water ratio, $R_i$	粒径 Particle size/ $\mu\text{m}$		
		$D_{10}$	$D_{50}$	$D_{95}$
1	1 : 0.55	0.736	2.231	18.33
2	1 : 0.69	1.016	1.887	4.701
3	1 : 0.83	0.825	1.676	3.515
4	1 : 0.97	1.375	2.380	3.826

### 2.3 不同初次油水比对高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂包覆率的影响

测定结果 (表 2) 表明: 处理 1 的包覆率最差, 仅有 3.46%, 其余处理的包覆率均能达到 90% 以上。但从形貌分析结果看, 处理 1 和处理 2 的形貌质量较处理 3 和处理 4 差。在制备水乳液阶段, 高速剪切乳化下的瞬时微小粒子是大油滴经剪切破裂和聚结机制下形成的<sup>[15]</sup>, 初次油水比不当, 形成的微小粒子没有足够的分散空间, 最先

表 2 不同初次油水比处理的微囊包覆率

Table 2 Encapsulation efficiency of different initial oil-water ratio treatment

处理 Treatment	初次油水比 Initial oil-water ratio, $R_i$	包覆率 Encapsulation efficiency, $R/\%$
1	1:0.55	3.46
2	1:0.69	98.51
3	1:0.83	97.85
4	1:0.97	93.38

形成的微囊间容易粘结并占用分散空间导致剩余囊材无法正常成囊。处理 2 的形貌结果显示的少量微囊间粘结对其包覆率影响不大。

### 2.4 不同初次油水比对高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂贮存稳定性的影响

贮存稳定性测定结果 (表 3) 显示: 处理 1, 因囊材之间粘结导致外观呈现膏状, 流动性差, 贮存稳定性各检测项目均不合格; 处理 2, 常温和冷贮条件下各检测项目合格, 热贮条件下出现膏化, 流动性变差; 处理 3 和 4, 贮存稳定性均合格。因此, 用  $R_i = 1 : 0.83$  和  $1 : 0.97$  来制备高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂, 可得到合格、稳定的配方体系。

表 3 不同条件下制备的 15% 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂贮存稳定性

Table 3 Storage stability tests of 15%  $\lambda$ -cyhalothrin microcapsule suspension prepared under different conditions

处理 Treatment	初次油水比 Initial oil-water ratio, $R_i$	pH	倾倒性 (最大残留量) Pourability maximum residue limit/ $\%$	自发分散性/ $\%$ Dispersibility/ $\%$	悬浮率/ $\%$ Suspensibility/ $\%$	冻融稳定性 Freeze-thaw stability	热贮稳定性 Storage stability at elevated temperature
1	1 : 0.55	6.18	84.14	不合格 Unqualified	57	不合格 Unqualified	不合格 Unqualified
2	1 : 0.69	6.34	4.12	合格 Qualified	87	合格 Qualified	不合格 Unqualified
3	1 : 0.83	6.46	3.48	合格 Qualified	93	合格 Qualified	合格 Qualified
4	1 : 0.97	6.68	3.53	合格 Qualified	92	合格 Qualified	合格 Qualified

## 3 结论

本研究以聚脲树脂为囊材, 采用不同初次油水比制备了 15% 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂, 探究了初次油水比对微囊悬浮剂理化性质的影响, 对各处理的形貌、粒径大小、包覆率进行了表征。当初次油水比 ( $R_i$ ) 为  $1 : 0.83$  和  $1 : 0.97$  时, 15% 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂理化性质表现良好。本研究结论可为制备或生产高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂提供借鉴和参考。

## 参考文献 (References):

[1] 王东辉, 赵裕蓉. 微胶囊的应用及研究进展[J]. 化工新型材料, 1999, 27(7): 11-14.

WANG D H, ZHAO Y R. Application and recent progress of microencapsulation[J]. New Chem Mater, 1999, 27(7): 11-14.

[2] BROWN E N, KESSLER M R, SOTTOS N R, et al. *In situ* poly (urea-formaldehyde) microencapsulation of dicyclopentadiene[J]. J Microencapsul, 2003, 20(6): 719-730.

[3] 李北兴, 张大侠, 张灿光, 等. 微囊化技术研究进展及其在农药领域的应用[J]. 农药学报, 2014, 16(5): 483-496.

LI B X, ZHANG D X, ZHANG C G, et al. Research advances and application prospects of microencapsulation techniques in pesticide[J]. Chin J Pestic Sci, 2014, 16(5): 483-496.

[4] 朱峰, 许春丽, 曹立冬, 等. 农药微囊剂及其制备技术研究进展[J]. 现代农药, 2018, 17(2): 12-16.

ZHU F, XU C L, CAO L D, et al. Research advances of pesticide microcapsule and its preparative technique[J]. Mod Agrochem, 2018, 17(2): 12-16.

[5] 袁昂, 黄次沛. 微胶囊农药概述[J]. 农药, 2000(6): 1-4.

YUAN A, HUANG, C P. Overview of microcapsule pesticide[J]. Agrochemicals, 2000(6): 1-4.

- [6] 王安琪, 王琰, 王春鑫, 等. 农药纳米微囊化剂型研究进展[J]. 中国农业科技导报, 2018, 20(2): 10-18.  
WANG A Q, WANG Y, WANG C X, et al. Research progress on nanocapsules formulations of pesticides[J]. *J Agric Sci Technol*, 2018, 20(2): 10-18.
- [7] 董红强, 徐好学, 胡克德, 等. 分散乳化条件对氟乐灵微囊悬浮剂形成状态的影响[J]. *农药*, 2010, 49(6): 416-418.  
DONG H Q, XU H X, HU K D, et al. Effect of dispersion and emulsifying conditions on the appearance of trifluralin microcapsule[J]. *Agrochemicals*, 2010, 49(6): 416-418.
- [8] 郭雯婷, 路福绥, 庄占兴, 等. 乳化剂对乙草胺微胶囊悬浮剂形成的影响[J]. *农药*, 2010, 49(11): 804-806.  
GUO W T, LU F S, ZHUANG Z X, et al. The effects of emulsifier on microcapsule of acetochlor[J]. *Agrochemicals*, 2010, 49(11): 804-806.
- [9] ANDERSSON TROJER M, WENDEL A, HOLMBERG K, et al. The effect of pH on charge, swelling and desorption of the dispersant poly (methacrylic acid) from poly (methyl methacrylate) microcapsules[J]. *J Colloid Interface Sci*, 2012, 375(1): 213-215.
- [10] 王芳, 孙妍, 何顺, 等. 制备工艺对丁硫克百威微囊理化特性的影响[J]. *农药学学报*, 2011, 13(5): 525-530.  
WANG F, SUN Y, HE S, et al. The effect of preparation procedure on physico-chemical properties of carbosulfan microcapsules[J]. *Chin J Pestic Sci*, 2011, 13(5): 525-530.
- [11] 丁向东. 用界面聚合法制备毒死蜱微胶囊悬浮剂[J]. *农药*, 2007, 46(10): 666-668.  
DING X D. Preparation of chlorpyrifos capsule suspension[J]. *Agrochemicals*, 2007, 46(10): 666-668.
- [12] 赵德, 刘峰, 慕卫, 等. 毒死蜱微胶囊悬浮剂的制备及微囊化条件的优化[J]. *农药学学报*, 2006, 8(1): 77-82.  
ZHAO D, LIU F, MU W, et al. Preparation of chlorpyrifos aqueous capsule suspension and optimization of encapsulation conditions[J]. *Chin J Pestic Sci*, 2006, 8(1): 77-82.
- [13] LI M W, XU W M, HU D Y, et al. Preparation and application of pyraclostrobin microcapsule formulations[J]. *Colloids Surfaces Physicochem Eng Aspects*, 2018, 553: 578-585.
- [14] 丑靖宇, 谭利, 孙俊, 等. 330 g/L 二甲戊灵微胶囊悬浮剂的制备[J]. *农药*, 2015, 54(1): 26-30.  
CHOU J Y, TAN L, SUN J, et al. Preparation of pendimethalin 330 g/L aqueous capsule suspension[J]. *Agrochemicals*, 2015, 54(1): 26-30.
- [15] CHATZI E G, KIPARISSIDES C. Dynamic simulation of bimodal drop size distributions in low-coalescence batch dispersion systems[J]. *Chem Eng Sci*, 1992, 47(2): 445-456.

(责任编辑: 金淑惠)