



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103734180 B

(45) 授权公告日 2015. 12. 30

(21) 申请号 201310746426. 7

(22) 申请日 2013. 12. 30

(73) 专利权人 刘一平

地址 200237 上海市闵行区虹梅南路 5800 号
华师大研究生公寓 4 幢 616

(72) 发明人 刘一平 庄楠 崔谢亮 任倩琳
乌日妮

(74) 专利代理机构 济南舜源专利事务所有限公
司 37205

代理人 徐槐

(51) Int. Cl.

A01N 57/32(2006. 01)

A01P 3/00(2006. 01)

A01P 5/00(2006. 01)

A01P 7/02(2006. 01)

A01P 7/04(2006. 01)

A01N 35/10(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101209052 A, 2008. 07. 02, 权利要求 1.

CN 102228056 A, 2011. 11. 02, 说明书第 7 页

表 1、说明书第 5 页第 37-47 段、说明书第 2 页第
9-11 段.

CN 102326538 A, 2012. 01. 25, 说明书第 1-2
页.

CN 1288002 A, 2001. 03. 21, 说明书第 1-50
页.

CN 1546462 A, 2004. 11. 17, 说明书第 1-20
页.

CN 1909781 A, 2007. 02. 07, 说明书第 1-15
页.

EP 0464830 A1, 1992. 01. 08, 第 1-20 页.

审查员 董玉轩

权利要求书1页 说明书7页

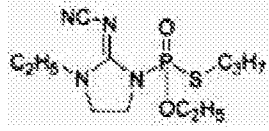
(54) 发明名称

一种含有硫氟脞醚的杀菌杀虫组合物

(57) 摘要

本发明涉及一种含有硫氟脞醚的杀菌杀虫组合物, 其有效成分为 Imicyafos 与硫氟脞醚两元混配, 两种有效成分的重量份数比为 1~50: 1~50, 优选重量份数比为 3~25: 5~25; 杀虫杀菌组合物中有效成分总的重量份数含量为 1%~80%, 优选重量份数含量为 5%~35%, 其余为农药中允许使用和可以接受的辅助成分, 用已知的方法可制备成可湿性粉剂、悬浮剂、微乳剂、水乳剂和水分散粒剂, 本发明杀菌杀虫组合物主要用于防治粮、棉、油、果、蔬、花卉的作物的病虫害。

1. 一种含有硫氟胍醚的杀虫组合物,其特征在于:该杀虫组合物是以A Imicyafos与B 硫氟胍醚为有效成分两元复配的组合物制剂,其余组分为农药中常用助剂,



A Imicyafos,

该杀虫组合物可以配制成的制剂剂型是可湿性粉剂、悬浮剂、微乳剂、水乳剂和水分散粒剂,A与B总重量占制剂总重量的份数比为22%,A与B的重量份数比为12:10。

一种含有硫氟肟醚的杀菌杀虫组合物

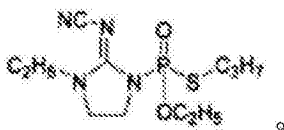
技术领域

[0001] 本发明涉及农药复配技术领域,具体涉及一种含有农药 Imicyafos 和硫氟肟醚为有效成分两元复配的杀虫杀菌组合物。

背景技术

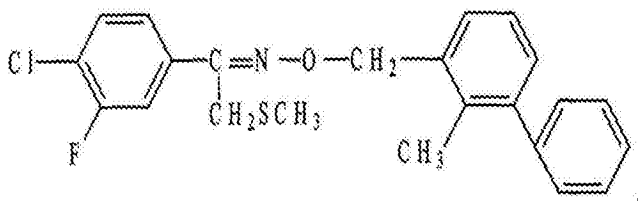
[0002] Imicyafos (AKD-3088) 是一种氰胺杂环类有机物,它由不对称有机磷与烟碱类杀虫剂的氰基亚咪唑烷组合而成,可用于萝卜、胡萝卜、草莓、茄子、番茄、黄瓜、甜瓜、西瓜、番薯以及土豆等作物,其化学结构式为:

[0003]



[0004] 硫氟肟醚是国家南方农药创制中心湖南基地湖南化工研究院 2002 年自主设计、合成创制出的具有自主知识产权的非酯类拟除虫菊酯类新型杀虫剂,研发代号为 HNPC-A2005,化学名称:1-(3-氟-4-氯苯基)-2-甲硫基乙酮肟-O-(2-甲基联苯基-3-甲基)醚,其结构式为:

[0005]



[0006] 硫氟肟醚能有效防治茶树害虫、茶毛虫、茶小绿叶蝉、茶尺蠖、柑橘害虫潜叶蛾和蔬菜害虫、菜青虫等,杀虫谱广,作用迅速。毒性及残留试验结果表明,硫氟肟醚属低毒、低残留、对非靶标生物安全的环境友好型化合物。

[0007] 长期使用单一的杀虫剂或杀菌剂,害虫或病菌很容易产生抗药性,使农药用量增加,导致高毒、用量大、残留多、药效差等不良后果,且作用领域比较单一。不同作用机理的且无交互抗性的杀虫剂与杀菌剂按一定比例合理混配,可提高作物防病效果,减少用药量,残留少,减少环境污染,有效降低作物的抗药性。

发明内容

[0008] 根据现有技术的不足,本发明提出了一种含有硫氟肟醚的杀菌杀虫组合物,该组合物含有 A、B 两种有效活性组分,组分 A 选新型杀虫剂 Imicyafos, B 选自硫氟肟醚,本发明组合物具有作用领域广,即能杀虫又能杀菌,且用量少,防效高,残留少,持效期长,有利于环境保护。

[0009] 本发明为一种以新型杀虫剂 Imicyafos 与硫氟肟醚为有效成分进行两元混配的杀虫杀菌组合物制剂,其中本发明的杀虫杀菌组合物中有效成分新型杀虫剂 Imicyafos 与

硫氟肟醚的重量份数比为 1 ~ 50 : 50 ~ 1, 在针对性的试验配方筛选的基础上, 可将有效成分新型杀虫剂 Imicyafos 与硫氟肟醚的重量份数比优选为 3 ~ 25 : 25 ~ 5。

[0010] 本发明的农药杀虫杀菌组合物用农药制剂领域的制备方法可制备成的农药剂型为可湿性粉剂、悬浮剂、微乳剂、水乳剂和水分散粒剂, 制剂中有效成分总重量占制剂中总重量的份数比为 1% ~ 80%, 在针对性的试验配方筛选的基础上, 制剂中有效成分总重量占制剂中总重量的份数比为 3% ~ 35%, 其余为农药中常用助剂。

[0011] 以上所述的杀虫组合物为微乳剂时, 制剂中各组分的重量份数比为:

[0012]

imicyafos	1~50份
硫氟肟醚	1~50份
乳化剂	5~20份
防冻剂	1~8份
稳定剂	1~15份
常规溶剂助溶剂	15~50份。

[0013] 该微乳剂的具体生产步骤为: 将原药 imicyafos、硫氟肟醚用助溶剂完全溶解, 再加入乳化剂、防冻剂稳定剂等其他成分, 均匀混合, 最后加入水, 充分搅拌后即可配成微乳剂。

[0014] 以上所述的杀虫组合物为可湿性粉剂时, 制剂中各组分的重量份数比为:

[0015]

有效组分 A	1~50 份
--------	--------

[0016]

有效组分 B	1~50 份
分散剂	3~15 份
润湿剂	3~15 份
填料	30~70 份。

[0017] 该杀虫组合物可湿性粉剂具体加工步骤为: 按上述配方将有效组分 A 和有效组分 B 以及分散剂、润湿剂和填料混合, 在搅拌釜中均匀搅拌, 经气流粉碎机后在混合均匀, 即可制成本发明组合物的可湿性粉剂。

[0018] 以上所述的杀虫组合物为悬浮剂时, 制剂中各组分的重量份数比为:

[0019]

有效组分 A	1~50 份
有效组分 B	1~50 份
分散剂	1~20 份
防冻剂	1~5 份
增稠剂	0.1~10 份
消泡剂	0.1~5 份
水	补足 100 份。

[0020] 该悬浮剂的具体生产步骤为先将其他助剂混合,经高速剪切混合均匀,加入有效组分 A 和有效组分 B,在磨球机中磨球 2~3 小时,使粒直径均在 5mm 以下,制得本发明所述的杀虫组合物的悬浮剂制剂。

[0021] 以上所述的杀虫组合物为水乳剂时,制剂中各组分的重量份数比为:

[0022]

有效组分 A	1~50 份
有效组分 B	1~50 份
乳化剂	3~15 份
溶剂	1~20 份
稳定剂	2~6 份
防冻剂	1~4 份
消泡剂	0.1~4 份
增稠剂	1~5 份

[0023]

水 补足 100 份。

[0024] 该水乳剂的具体生产步骤为:首先将原药有效组分 A 和有效组分 B、溶剂和乳化剂、助溶剂加在一起,使溶解成均匀的油相;将部分水,抗冻剂,抗微生物剂等其他的农药助剂混合在一起成均匀的水相;在反应釜中高速搅拌的同时将油相加入水相,缓缓加水直至达到转相点,开启剪切机进行高速剪切,并加入剩余的水,剪切约半小时,形成水包油型的水乳剂。即制得本发明杀虫组合物的水乳剂。

[0025] 以上所述的杀虫组合物为水分散粒剂时,制剂中各组分的重量份数比为:

[0026]

有效组分 A	1~50 份
有效组分 B	1~50 份
分散剂	3~15 份
润湿剂	3~15 份
崩解剂	1~5 份
填料	30~70 份。

[0027] 该杀虫组合物水分散粒剂具体加工步骤为：按上述配方将有效组分 A、有效组分 B 和分散剂、润湿剂、崩解剂以及填料混合均匀，用超微气流粉碎机粉碎，经捏合，然后加入流化床造粒干燥机中进行造粒、干燥、筛分后经取样分析，即制得本发明所述的杀虫组合物的水分散粒剂。

[0028] 所述的乳化剂选自十二烷基苯磺酸钙与脂肪酸聚氧乙烯醚、烷基酚聚氧乙烯醚磺基琥珀酸酯、苯乙烯基苯酚聚氧乙烯醚、壬基酚聚氧乙烯醚、蓖麻油聚氧乙烯醚、脂肪酸聚氧乙烯基酯、聚氧乙烯脂肪醇醚中的至少一种。

[0029] 所述溶剂为二甲苯或生物柴油、甲苯、柴油、甲醇、乙醇、正丁醇、异丙醇、松节油、溶剂油、二甲基甲酰胺、二甲基亚砷、水等溶剂中的至少一种。

[0030] 所述的分散剂选自聚羧酸盐、木质素磺酸盐、烷基酚聚氧乙烯醚甲醛缩合物硫酸盐、烷基苯磺酸钙盐、萘磺酸甲醛缩合物钠盐、烷基酚聚氧乙烯醚、脂肪胺聚氧乙烯醚、脂肪酸聚氧乙烯酯、甘油脂肪酸酯聚氧乙烯醚中的至少一种。

[0031] 所述的湿润剂选自十二烷基硫酸钠、十二烷基苯磺酸钙、拉开粉松脂酸铜 X、润湿渗透剂 F、烷基萘磺酸盐、聚氧乙烯三苯乙炔苯基磷酸盐、皂角粉、蚕沙、无患子粉中的至少一种。

[0032] 所述的崩解剂选自膨润土、尿素、硫酸铵、氯化铝、柠檬酸、丁二酸、碳酸氢钠中的至少一种。

[0033] 所述的增稠剂选自黄原胶、羟甲基纤维素、羟乙基纤维素、甲基纤维素、硅酸铝镁、聚乙烯醇中的至少一种。

[0034] 所述的稳定剂选自柠檬酸钠、间苯二酚中的至少一种。

[0035] 所述的防冻剂选自乙二醇、丙二醇、丙三醇中的至少一种。

[0036] 所述的消泡剂选自硅油、硅酮类化合物、C₁₀₋₂₀饱和脂肪酸类化合物、C₈₋₁₀脂肪醇类化合物中的至少一种。

[0037] 所述的填料选自高岭土、硅藻土、膨润土、凹凸棒土、白炭黑、淀粉、轻质碳酸钙中的至少一种。

[0038] 本发明的农药杀虫杀菌组合物对粮、棉、油、果、蔬、花卉的多种真菌性病害均具有较好防效，尤其对多种作物的叶斑病、白粉病、锈病、霜霉病、疫病、炭疽病和稻瘟病等病害均有较好的防治效果，例如防治葡萄霜霉病、番茄的早疫病和晚疫病、马铃薯的早疫病和晚疫病、麦类锈病、瓜类炭疽病和霜霉病、水稻纹枯病和稻瘟病等有优异防效。本发明的杀虫杀菌组合物可以防治线虫类、等足类、鞘翅目类害虫、鳞翅目类害虫、腹足类、直翅目害虫、

植物寄生性螨虫类、缨翅目害虫、双翅目害虫、膜翅目害虫、隐翅目害虫、虱目害虫、等翅目害虫、半翅目害虫、潮虫类、百足虫类、千足虫类等各种害虫。尤其对在土壤中破坏农园艺作物以及树木等的害虫、破坏农园艺作物以及树木的种子的害虫,例如线虫类、等足类、鞘翅目类害虫、鳞翅目类害虫、腹足类、直翅目害虫、植物寄生性螨虫类、半翅目害虫防效显著。

[0039] 以上所述线虫类害虫包括根腐线虫、伪短体线虫、卢斯短体线虫、伤残短体线虫等根腐线虫类,大豆胞囊线虫、马铃薯金线虫等胞囊线虫类,花生根结线虫、南方根结线虫等根结线虫类,水稻干尖线虫、叶芽线虫等滑刃总科类,矮化线虫类,环线虫类,针线虫类,长囊线虫类,毛刺线虫类,草莓上线虫,松材线虫。另外对蚜虫、叶蝉、飞虱、叶甲、金针虫、地老虎、小菜蛾、菜粉蝶、稻蓟马等害虫均有较好防效。

[0040] 除此之外,本发明的杀虫杀菌组合物相比同类药剂也有很多其他明显优点,第一,相比单剂作用范围更广,既能杀虫又能防病;第二,大大延缓了作物抗药性的产生,减少了农药反复使用次数,降低了农药使用量,降低农用成本;第三,该杀虫杀菌组合物的残留量更低,对环境更加友好;最后该杀虫杀菌组合物的应用中对农作物有普遍的保鲜增产作用,对农业区的增产增收具有重大意义。

具体实施方式:

[0041] 为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白,本发明用以下具体实施例进行说明,但本发明绝非仅限于这些例子。本发明采用室内生物测定和田间试验相结合的方法,如无特别说明,以下提及的比例(包括百分比)都是重量份数比。

[0042] 实施例1:将 imicyafos 11份、硫氟脲醚 19份、木质素磺酸盐 12份、十二烷基硫酸钠 10份和硅藻土 48份混合,在搅拌釜中均匀搅拌,经气流粉碎机后在混合均匀,即制得本发明杀虫组合物的可湿性粉剂。

[0043] 实施例2:将 imicyafos 5份、硫氟脲醚 25份、烷基酚聚氧乙烯醚 10份、氧乙烯三苯乙炔苯基磷酸盐 10份和膨润土 50份混合,在搅拌釜中均匀搅拌,经气流粉碎机后在混合均匀,即制得本发明杀虫组合物的可湿性粉剂。

[0044] 实施例3:将 imicyafos 25份、硫氟脲醚 8份、分散剂 12份、润湿剂 10份和填料 45份混合,在搅拌釜中均匀搅拌,经气流粉碎机后在混合均匀,即制得本发明杀虫组合物的可湿性粉剂。

[0045] 实施例4:将烷基酚聚氧乙烯醚 12份、丙三醇 3份、羟甲基纤维素 4份、硅油 1份、水 50份混合,经高速剪切混合均匀,依次加入 imicyafos 18份、硫氟脲醚 12份,在磨球机中磨球 2~3小时,使粒直径均在 5mm 以下,制得本发明所述的杀虫组合物的悬浮剂制剂。

[0046] 实施例5:将分散剂 12份、防冻剂 2份、增稠剂 5份、消泡剂 1份、水 45份混合,经高速剪切混合均匀,依次加入 imicyafos 20份、硫氟脲醚 15份,在磨球机中磨球 2~3小时,使粒直径均在 5mm 以下,制得本发明所述的杀虫组合物的悬浮剂制剂。

[0047] 实施例6:将分散剂 8份、防冻剂 2份、增稠剂 4份、消泡剂 1份、水 57份混合,经高速剪切混合均匀,依次加入 imicyafos 10份、硫氟脲醚 18份,在磨球机中磨球 2~3小时,使粒直径均在 5mm 以下,制得本发明所述的杀虫组合物的悬浮剂制剂。

[0048] 实施例7:将 imicyafos 12份、硫氟脲醚 20份、松节油 14份、蓖麻油聚氧乙烯醚 5份、间苯二酚 6份混合在一起,溶解成均匀的油相;将部分水、丙二醇 2份、硅酮类化合物 1

份混合在一起成均匀的水相；在反应釜中高速搅拌的同时将油相加入水相，加入聚乙烯醇 4 份，缓缓加水直至达到转相点，开启剪切机进行高速剪切，并加入剩余的水补足 100 份，剪切约半小时，形成水包油型的水乳剂。即制得本发明杀虫组合物的水乳剂。

[0049] 实施例 8：将 imicyafos 26 份、硫氟肟醚 5 份、溶剂 18 份、乳化剂 10 份、稳定剂 8 份混合在一起，溶解成均匀的油相；将部分水、防冻剂 1 份、消泡剂 2 份混合在一起成均匀的水相；在反应釜中高速搅拌的同时将油相加入水相，加入增稠剂 3 份，缓缓加水直至达到转相点，开启剪切机进行高速剪切，并加入剩余的水补足 100 份，剪切约半小时，形成水包油型的水乳剂。即制得本发明杀虫组合物的水乳剂。

[0050] 实施例 9：将 imicyafos 18 份、硫氟肟醚 12 份、溶剂 20 份、乳化剂 10 份、稳定剂 8 份混合在一起，溶解成均匀的油相；将部分水、防冻剂 1 份、消泡剂 2 份混合在一起成均匀的水相；在反应釜中高速搅拌的同时将油相加入水相，加入增稠剂 3 份，缓缓加水直至达到转相点，开启剪切机进行高速剪切，并加入剩余的水补足 100 份，剪切约半小时，形成水包油型的水乳剂。即制得本发明杀虫组合物的水乳剂。

[0051] 实施例 10：将 imicyafos 14 份、硫氟肟醚 15 份、脂肪胺聚氧乙烯醚 10 份、烷基萘磺酸盐 8 份、氯化铝 5 份以及膨润土 48 份混合均匀，用超微气流粉碎机粉碎，经捏合，然后加入流化床造粒干燥机中进行造粒、干燥、筛分后经取样分析，即制得本发明所述的杀虫组合物的水分散粒剂。

[0052] 实施例 11：将 imicyafos 15 份、硫氟肟醚 12 份、分散剂 8 份、润湿剂 10 份、崩解剂 5 份以及填料 52 份混合均匀，用超微气流粉碎机粉碎，经捏合，然后加入流化床造粒干燥机中进行造粒、干燥、筛分后经取样分析，即制得本发明所述的杀虫组合物的水分散粒剂。

[0053] 实施例 12：将 imicyafos 23 份、硫氟肟醚 12 份、分散剂 8 份、润湿剂 11 份、崩解剂 3 份以及填料 43 份混合均匀，用超微气流粉碎机粉碎，经捏合，然后加入流化床造粒干燥机中进行造粒、干燥、筛分后经取样分析，即制得本发明所述的杀虫组合物的水分散粒剂。

[0054] 实施例 13：将原药 imicyafos 5 份、硫氟肟醚 25 份用助溶剂完全溶解，再加入脂肪酸聚氧乙烯基酯 8 份、乙二醇 2 份、柠檬酸钠 4 份、间苯二酚 4 份等其他成分，均匀混合，最后加入水，充分搅拌后即可配成微乳剂。

[0055] 实施例 14：将原药 imicyafos 8 份、硫氟肟醚 20 份用助溶剂完全溶解，再加入乳化剂 9 份、防冻剂 2 份、稳定剂 7 份等其他成分，均匀混合，最后加入水，充分搅拌后即可配成微乳剂。

[0056] 实施例 15：将原药 imicyafos 25 份、硫氟肟醚 8 份用助溶剂完全溶解，再加入乳化剂 9 份、防冻剂 2 份、稳定剂 11 份等其他成分，均匀混合，最后加入水，充分搅拌后即可配成微乳剂。

[0057] 大田实验：对棉花病虫害的防治

[0058] (1) 试验方法

[0059] 试验在河北省沧州市河间县东九吉村的棉田进行，试验地土壤肥力中等，前茬作物为小麦。供试棉花用药前长势良好。试验在小绿叶蝉低龄若虫发生高峰期（6 月 25 日）进行，下午用药 1 次，对水 50kg/hm²，用工农 16 型背负式手动喷雾器均匀粗喷雾，此时棉花处于现蕾期，1～3 龄若虫占 90%。施药当天为晴天，平均气温 28.7℃；药后 7d 均无雨，天气对本试验基本无影响。

[0060] (2) 调查方法

[0061] 共调查 4 次,药前(6 月 25 日)调查虫口基数,药后 1d(6 月 26 日),药后 3d(6 月 28 日),药后 7d(7 月 2 日)和药后 10d(7 月 5 日)分别调查 1 次。采取每小区随机取样 10 株,每株分上中下共取 6 叶,共 60 片叶,用手轻轻地翻看叶片正反面,记录活虫数,然后计算其校正防效(以下简称防效)。

[0062] (3) 药效计算方法

[0063]

$$\text{校正防效(\%)} = \frac{\text{处理区虫口减退率} - \text{空白对照区虫口减退率}}{100 - \text{空白对照区虫口减退率}} \times 100;$$

[0064] (4) 药害调查方法

[0065] 在药后 1, 3, 7, 10d 观察棉花生长情况,目测药剂对棉花均无药害。

[0066] (5) 田间药效试验试验结果

[0067] 表 1 处理药剂防治棉花小绿叶蝉田间药效试验结果

[0068]

处理药剂	制剂用药量 g(ml)/ 亩	虫口 基数	药后1天		药后3天		药后7天		药后10天	
			残存 活虫 数	防效	残存 活虫 数	防效	残存 活虫 数	防效	残存 活虫 数	防效
12%imicyafos s+10%硫氟 脞醚	6	432	53	88.18	50	89.56	48	91.17	46	92.77
	8	427	50	88.74	46	90.36	43	92.21	41	93.82
	10	438	49	89.26	44	91.09	38	93.60	37	94.97
20%硫氟脞醚 SC	8	446	69	84.98	65	86.56	64	87.93	79	85.71
	10	437	64	85.81	61	87.18	60	88.55	74	86.49
	12	433	62	86.13	58	87.74	57	89.11	69	87.49
清水对照	—	434	436		439		444		449	

[0069] 从表 1 可以看出,22%imicyafos·硫氟脞醚的重量份数比为 12 : 10 的混配组合防治棉花小绿叶蝉的效果十分显著,效果显著优于单剂,其速效性和持效性都比较好,尤以持效性最为突出。复配制剂在高浓度的用量下防治效果显著优于低浓度用量下的效果。在第 1、2 次药后 10 天的最佳防治效果分别达到 89.26% 和 91.09%,第 2 次药后 20 天最佳防效达到 94.97%。而单剂 20% 硫氟脞醚 SC 第 2 次药后 20 天最佳防效为 87.49%,复配制剂的效果显著优于单剂。根据田间目测,用 22%imicyafos·硫氟脞醚的棉花基本没有虫害,且生长比较旺盛,而 20% 硫氟脞醚单剂的棉花出现虫害较多,比用复配制剂的虫害植株多大约 15% 左右。

[0070] 另外在试验剂量范围内,作物生长正常,各处理药剂均未出现对棉花的药害现象,说明其对棉花是安全的。