



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102511477 B

(45) 授权公告日 2013. 11. 13

(21) 申请号 201110386383. 7

CN 101816303 A, 2010. 09. 01,

(22) 申请日 2011. 11. 28

CN 101322490 A, 2008. 12. 17,

JP 特开 2006-282643 A, 2006. 10. 19,

(73) 专利权人 华南农业大学

地址 510642 广东省广州市天河区五山路
483 号

审查员 曹猛猛

(72) 发明人 曾鑫年 田梦 陈凯哥 赵金鹏

(74) 专利代理机构 广州市华学知识产权代理有
限公司 44245

代理人 杨晓松 裘晖

(51) Int. Cl.

A01N 25/18 (2006. 01)

A01N 65/12 (2009. 01)

A01P 7/04 (2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101911904 A, 2010. 12. 15,

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

除虫菊素热雾剂及其制备方法与应用

(57) 摘要

本发明公开了一种除虫菊素热雾剂及其制备方法与应用,该除虫菊素热雾剂是由以下质量百分比的组分组成:0.5-5.0%的除虫菊素原药、5.0-10.0%的表面活性剂、0.2-1.0%的增效剂、0.5-1.0%的稳定剂、1.0-5.0%的防冻剂、3.0%的防漂移剂,余量为溶剂。本发明的热雾剂能挥发形成直径为数微米的微滴,微滴能长期弥漫悬浮在大气中,能提高与生物的有效接触,并能自行向果树树冠扩散、渗透,均匀的沉降在寄主各个部位,沉积效果好,防治效率高;对植物表面的附着力和耐雨水冲刷能力强,有较长的持效期;使用起来比地面常规喷雾工效高,比飞机超低容量喷雾防治成本低;喷雾不需兑水,尤其适合交通不便、水源困难、山坡地上的果树实蝇类害虫防治。

1. 一种除虫菊素热雾剂,其特征在于:是由以下质量百分比的组分组成:
除虫菊素原药:0.5-5.0%;
表面活性剂:5.0-10.0%;
增效剂:0.2-1.0%;
稳定剂:0.5-1.0%;
防冻剂:1.0-5.0%;
防漂移剂:3.0%;
溶剂:余量;
所述的稳定剂为双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶)癸二酸酯;
所述的表面活性剂为烷基醇聚氧乙烯醚、山梨酸脂、蓖麻油聚氧乙烯醚或烷基酚聚氧乙烯醚中的一种以上;
所述的增效剂为增效醚、阿维菌素或啉虫咪中的一种以上;
所述的防冻剂为乙二醇;
所述的防漂移剂为对二氯苯;
所述的溶剂为重芳烃溶剂、一线油或二线油中的一种;
所述的重芳烃溶剂为溶剂油 S200 或溶剂油 S150。
2. 根据权利要求 1 所述的除虫菊素热雾剂,其特征在于:所述的除虫菊素原药中除虫菊素 I 和除虫菊素 II 的总质量含量为 25-70%。
3. 权利要求 1 或 2 所述的除虫菊素热雾剂的制备方法,其特征在于包括以下步骤:将除虫菊素原药、表面活性剂、增效剂、稳定剂、防冻剂、防漂移剂和溶剂混合,搅拌均匀,过滤除杂,即得到除虫菊素热雾剂。
4. 权利要求 1 或 2 所述的除虫菊素热雾剂在防治实蝇类害虫中的应用。
5. 根据权利要求 4 所述的除虫菊素热雾剂在防治实蝇类害虫中的应用,其特征在于:所述的除虫菊素热雾剂用于防治桔小实蝇。

除虫菊素热雾剂及其制备方法与应用

技术领域

[0001] 本发明属于农药制剂领域,具体涉及一种用于实蝇类害虫防治的天然除虫菊素生物农药的热雾剂及其制备方法与应用。

背景技术

[0002] 桔小实蝇 (*Bactrocera dorsalis* Hendel) 属双翅目 (Diptera) 实蝇科 (Tephritidae) 果蝇属昆虫,是危害多种果树果实的重要害虫。该虫目前主要分布在我国南方广大地区,是我国植物的检疫对象。桔小实蝇为杂食性害虫,寄主范围广,可危害柑橘、番石榴、杨桃、芒果、香蕉、茄子、辣椒、瓜类等 40 多种 250 多种水果和蔬菜,对番石榴、芒果、杨桃、蒲桃、沙田柚等水果为害最为严重。据调查发现在广州市区附近的果园,其对番石榴的为害率在 40% 以上。桔小实蝇主要为害寄主果实,成虫将卵产于寄主果实内,孵化出幼虫后在果内取食果肉,常常引起果实早落。除此之外,成虫产卵所形成的伤口容易导致病原微生物的侵入,使果实腐烂。

[0003] 目前,生产上对桔小实蝇的防治主要采用针对成虫的毒饵诱杀(性诱剂、食物诱剂、水解蛋白诱剂、糖醋诱剂)和化学药剂喷雾防治,以及针对蛹期的地面撒药防治。但是,这些防治方法存在应用效率低和造成环境污染等问题,有必要研究开发出更加高效、低毒、低残留的农药产品供生产上使用。

[0004] 除虫菊素是从菊科小黄菊属多年生宿根草本植物除虫菊 [*Pyrethrum cinerariifolium*(Trev.)Vis] 发现的天然杀虫成分,主要分布在花中,提取的总除虫菊酯 (Pyrethrins) 含有 6 种有效杀虫成分。总除虫菊酯是迄今发现的对环境无污染、对哺乳动物及植物无毒害作用、能迅速击倒昆虫和蚊蝇、并且不易产生抗药性的高效天然杀虫剂。

[0005] 除虫菊素对桔小实蝇成虫具有极高的触杀毒性和击倒活性,其 24 小时的 LC_{50} 值为 $33.90 \mu\text{g/ml}$, KT_{50} 值为 24.53min (见表 1)。

[0006] 表 1 除虫菊素对桔小实蝇成虫的触杀毒力和击倒毒力

[0007]

| 作用类型 | 毒力曲线方程 ($Y=A+BX$) | 中量值 (95%置信限) ($\mu\text{g/ml}$) | 相关系数 (r) |
|------|------------------------|--------------------------------------|-----------------|
| 触杀 | $Y=0.3354+3.0483x$ | 33.90(26.98~42.60) | 0.9952 |
| 击倒 | $Y=-0.6027+4.0318x$ | 24.53(20.81~28.90) | 0.9910 |

[0008] 由于除虫菊素突出的特性,国际上公认其为最优秀的杀虫植物之一,在国内外得到了较广泛的应用。目前我国应用于农业上的天然除虫菊素类杀虫剂已有 10 多种,其剂型主要有乳油、微乳剂、微囊剂、水乳剂和烟雾剂等。但这些剂型中乳油存在易燃、易爆和中毒的危险,易产生药害、污染环境和贮运不安全等问题。微乳剂因使用的表面活性剂和助表面活性剂剂量很大,导致成本较高。微胶囊剂的研发周期较长,而且生产成本较高。而水乳剂是一种热力学不稳定的体系,在常贮过程中易出现分层,影响使用。

[0009] 在山区果园中防治实蝇类害虫,因树势高大、果园密闭、水源限制等因素常规的农药剂型较难达到理想的防治效果,或存在使用不便、工率低的问题。

发明内容

[0010] 为了解决目前生产实践上针对实蝇类害虫(尤其是桔小实蝇)的防治制剂种类少、现有农药对环境产生污染及使用效率低等问题,本发明的首要目的在于根据实蝇类害虫(尤其是桔小实蝇)的生物学特性,以成虫为控制对象,提供一种高效低毒的、方便环保的除虫菊素热雾剂。

[0011] 本发明的另一目的在于提供上述除虫菊素热雾剂的制备方法。

[0012] 本发明的再一目的在于提供上述除虫菊素热雾剂的用途。

[0013] 本发明的目的通过下述技术方案实现:

[0014] 一种除虫菊素热雾剂,是由以下质量百分比的组分组成:

[0015] 除虫菊素原药:0.5-5.0%;

[0016] 表面活性剂:5.0-10.0%;

[0017] 增效剂:0.2-1.0%

[0018] 稳定剂:0.5-1.0%

[0019] 防冻剂:1.0-5.0%

[0020] 防漂移剂:3.0%

[0021] 溶剂:余量;

[0022] 所述的除虫菊素原药为从菊科小黄菊属植物除虫菊 [*Pyrethrum cinerariifolium*(Trev.)Vis] 中提取获得的混合物,提取方法参照中国专利 CN1185204C,即为以下步骤:

[0023] (1) 在除虫菊提取物中加入溶剂石油醚,石油醚的用量为除虫菊提取物重量的6-12倍,然后加入除虫菊提取物重量的3-6%的稳定剂(为丁基羟基茴香醚、2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚或鞣酸或没食子酸丙酯、特丁基对苯二酚或单宁酸),并在温度为40-60℃下溶解0.5-1.5小时;

[0024] (2) 在30-40℃温度下过滤,得滤液;

[0025] (3) 浓缩滤液,温度为70-80℃,真空度0.2-0.7,得浓缩液,并回收溶剂;

[0026] (4) 浓缩液加入除虫菊提取物重量的4-10%的无水硫酸钠或硫酸镁;

[0027] (5) 过滤,回收硫酸钠或硫酸镁,得滤液;

[0028] (6) 按需加入石油醚得不同除虫菊素含量的除虫菊素原药;

[0029] 所述的除虫菊素原药中除虫菊素 I 和除虫菊素 II 的总质量含量为25-70%。

[0030] 所述的表面活性剂为烷基醇聚氧乙烯醚、山梨酸脂、蓖麻油聚氧乙烯醚或烷基酚聚氧乙烯醚中的一种以上;

[0031] 所述的增效剂为增效醚、阿维菌素或啉虫咪中的一种以上;

[0032] 所述的稳定剂为双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶)癸二酸酯;

[0033] 所述的防冻剂为乙二醇;

[0034] 所述的防漂移剂为对二氯苯;

[0035] 所述的溶剂为高沸点溶剂,优选重芳烃溶剂、一线油或二线油中的一种;

[0036] 所述的重芳烃溶剂为溶剂油 S200、S150。

[0037] 上述除虫菊素热雾剂的制备方法,包括以下步骤:

[0038] 将除虫菊素原药、表面活性剂、增效剂、稳定剂、防冻剂、防漂移剂和溶剂混合,搅拌均匀,过滤除杂,即得到呈均一油相的除虫菊素热雾剂。

[0039] 上述的除虫菊素热雾剂可以用于实蝇类害虫的防治;其中,用于防治桔小实蝇的效果尤其好。

[0040] 本发明的除虫菊素热雾剂在使用时,借助烟雾机将热雾剂定量地送至烟化管内,在热雾剂与高温高速气流混合的瞬间,立即喷射,热雾剂迅速挥发并形成直径为数微米的微滴,微滴能长期弥漫悬浮在大气中,能提高与生物的有效接触,并能自行向果树树冠扩散、渗透,均匀的沉降在寄主各个部位,起到杀灭害虫的作用。

[0041] 本发明相对于现有技术具有如下的优点及效果:

[0042] 1、本发明的热雾剂迅速挥发并形成直径为数微米的微滴,微滴能长期弥漫悬浮在大气中,能提高与生物的有效接触,并能自行向果树树冠扩散、渗透,均匀的沉降在寄主各个部位,沉积效果好,防治效率高。

[0043] 2、本发明的热雾剂对植物表面的附着力和耐雨水冲刷能力强,有较长的持效期。

[0044] 3、本发明的热雾剂使用起来比地面常规喷雾工效高,比飞机超低容量喷雾防治成本低,用药经济,使用方便,收效快。

[0045] 4、本发明的热雾剂喷雾不需兑水,尤其适合交通不便、水源困难、山坡地上的果树实蝇类害虫防治。

具体实施方式

[0046] 下面结合实施例对本发明作进一步详细的描述,但本发明的实施方式不限于此。

[0047] 实施例 1

[0048] 除虫菊素热雾剂的制备方法,包括以下步骤:

[0049] 取活性成分(为除虫菊素 I 和除虫菊素 II;下同)质量含量为 25%的除虫菊素原药(按中国专利 CN 1185204C 公开的方法制备;下同)5kg、蓖麻油聚氧乙烯醚 10kg、增效醚 1kg、双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶)癸二酸酯 1kg、乙二醇 5kg、对二氯苯 3kg 和溶剂油 150#(S150)75kg 混合加入调制釜中,搅拌调制 1 小时,至均匀,经碳钢制管道式压滤器或陶瓷压滤器过滤,送入贮槽进行成品包装,得到除虫菊素热雾剂。

[0050] 本实施例得到的除虫菊素热雾剂为均相油状液体,无可见沉淀物和悬浮物;水分含量 0.10-0.15%,酸度(以 H_2SO_4 计)0.08-0.10%,粘度 $7.00-7.35 \times 10^{-3} Pa \cdot s$,闪点 $65.0-70.0^\circ C$,热贮($54 \pm 2^\circ C$ 下贮存 14 天)和冷贮($0 \pm 1^\circ C$ 下贮存 7 天)的分解率分别为 4.00-4.30%和 3.05-3.35%。

[0051] 实施例 2

[0052] 除虫菊素热雾剂的制备方法,包括以下步骤:

[0053] 取活性成分质量含量为 70%的天然除虫菊素原药 2kg、烷基醇聚氧乙烯醚 5kg、增效醚 0.5kg、双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶)癸二酸酯 0.5kg、乙二醇 2kg、对二氯苯 3kg 和溶剂油 200#(S200)87kg 混合加入调制釜中,搅拌调制 1 小时,至均匀,经碳钢制管道式压滤器或陶瓷压滤器过滤,送入贮槽进行成品包装,得到除虫菊素热雾剂。

[0054] 本实施例得到的除虫菊素热雾剂为均相油状液体,无可见沉淀物和悬浮物;水分含量 0.15-0.18%,酸度(以 H_2SO_4 计)0.09-0.15%,粘度 $7.50-8.00 \times 10^{-3} Pa \cdot s$,闪点 95.00-100.00 $^{\circ}C$,热贮(54 \pm 2 $^{\circ}C$ 下贮存 14 天)和冷贮(0 \pm 1 $^{\circ}C$ 下贮存 7 天)的分解率分别为 4.15-4.35%和 3.20-3.45%。

[0055] 实施例 3

[0056] 除虫菊素热雾剂的制备方法,包括以下步骤:

[0057] 取活性成分质量含量为 50%的天然除虫菊素原药 0.5kg、烷基醇聚氧乙烯醚 5kg、山梨酸脂 5kg、增效醚 0.1kg、95%阿维菌素 0.1kg、双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶)癸二酸酯 0.5kg、乙二醇 1kg、对二氯苯 3kg 和一线油(茂名市茂龙化工有限公司)84.8kg 混合加入调制釜中,搅拌调制 1 小时,至均匀,经碳钢制管道式压滤器或陶瓷压滤器过滤,送入贮槽进行成品包装,得到除虫菊素热雾剂。

[0058] 本实施例得到的除虫菊素热雾剂为均相油状液体,无可见沉淀物和悬浮物;水分含量 0.09-0.13%,酸度(以 H_2SO_4 计)0.12-0.15%,粘度 $8.15-8.45 \times 10^{-3} Pa \cdot s$,闪点 85.00-90.00 $^{\circ}C$,热贮(54 \pm 2 $^{\circ}C$ 下贮存 14 天)和冷贮(0 \pm 1 $^{\circ}C$ 下贮存 7 天)的分解率分别为 3.90-4.25%和 3.60-3.95%。

[0059] 实施例 4

[0060] 除虫菊素热雾剂的制备方法,包括以下步骤:

[0061] 取活性成分质量含量为 70%的天然除虫菊素原药 0.5kg、烷基醇聚氧乙烯醚 5kg、山梨酸脂 5kg、增效醚 0.1kg、96%啉虫咪 0.2kg、双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶)癸二酸酯 0.5kg、乙二醇 1kg、对二氯苯 3kg 和二线油(茂名市茂龙化工有限公司)84.7kg 混合加入调制釜中,搅拌调制 1 小时,至均匀,经碳钢制管道式压滤器或陶瓷压滤器过滤,送入贮槽进行成品包装,得到除虫菊素热雾剂。

[0062] 本实施例得到的除虫菊素热雾剂为均相油状液体,无可见沉淀物和悬浮物;水分含量 0.08-0.10%,酸度(以 H_2SO_4 计)0.10-0.13%,粘度 $5.05-5.30 \times 10^{-3} Pa \cdot s$,闪点 90.00-95.00 $^{\circ}C$,热贮(54 \pm 2 $^{\circ}C$ 下贮存 14 天)和冷贮(0 \pm 1 $^{\circ}C$ 下贮存 7 天)的分解率分别为 3.75-3.90%和 3.80-3.95%。

[0063] 上述实施例为本发明较佳的实施方式,但本发明的实施方式并不受上述实施例的限制,其他的任何未背离本发明的精神实质与原理下所作的改变、修饰、替代、组合、简化,均应为等效的置换方式,都包含在本发明的保护范围之内。