



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 105794830 A

(43)申请公布日 2016.07.27

(21)申请号 201610326955.5

(22)申请日 2016.05.13

(71)申请人 创新美兰(合肥)股份有限公司

地址 230088 安徽省合肥市高新区创新大道2800号创新产业园二期G4楼D区6层

(72)发明人 徐长才 毛堂富

(51)Int.Cl.

A01N 51/00(2006.01)

A01N 47/24(2006.01)

A01N 47/38(2006.01)

A01N 25/04(2006.01)

A01P 3/00(2006.01)

A01P 7/04(2006.01)

A01P 1/00(2006.01)

权利要求书1页 说明书9页

(54)发明名称

一种吡唑醚菌酯、噻虫嗪和咪鲜胺复配悬浮种衣剂及其制备方法

(57)摘要

一种吡唑醚菌酯、噻虫嗪和咪鲜胺复配悬浮种衣剂及其制备方法,涉及水稻作物杀虫杀菌组合物技术领域。至少由4份吡唑醚菌酯、25份噻虫嗪、6份咪鲜胺、3份脂肪醇聚氧乙烯醚、5份苯乙炔基苯酚聚氧乙烯醚、0.5份黄原胶、0.5份苯甲酸钠、0.5份消泡剂以及补足至100份的去离子水制成。将原料抽入配制釜混合搅拌后经胶体磨初研磨,再经砂磨机细磨,取样分析,合格后过滤、计量、包装、入库。本发明以4:25:6配比混用所复配的35%时的吡唑醚菌酯、噻虫嗪和咪鲜胺复配悬浮种衣剂,可起到明显增效作用范围,而其它配比混用的制剂,均无法达到明显增效作用范围。

1. 一种吡唑醚菌酯、噻虫嗪和咪鲜胺复配悬浮种衣剂,其特征在于:至少由以下重量份的组分制成:

吡唑醚菌酯	4份;
噻虫嗪	25份;
咪鲜胺	6份;
脂肪醇聚氧乙烯醚	3份;
苯乙烯基苯酚聚氧乙烯醚	5份;
黄原胶	0.5份;
苯甲酸钠	0.5份;
消泡剂	0.5份;
去离子水	补足至100份。

2. 一种制备如权利要求1所述吡唑醚菌酯、噻虫嗪和咪鲜胺复配悬浮种衣剂的方法,其特征在于:将原料抽入配制釜混合搅拌后经胶体磨初研磨,再经砂磨机细磨,取样分析,合格后过滤、计量、包装、入库。

## 一种吡唑醚菌酯、噻虫嗪和咪鲜胺复配悬浮种衣剂及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及水稻作物杀虫杀菌组合物技术领域,具体是涉及一种吡唑醚菌酯、噻虫嗪和咪鲜胺复配悬浮种衣剂及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 目前,现有的用于水稻恶苗病及蓟马防治的杀虫杀菌组合物,例如中国专利“CN 105052983 A”公开了一种“农药组合物”,其中有效成分由噻虫嗪和吡唑醚菌酯组成,所述噻虫嗪与所述吡唑醚菌酯的质量比为(1~10):1。另有中国专利“CN 104488950 A”公开了一种“含有吡唑醚菌酯、申嗪霉素与噻虫嗪的悬浮种衣剂”,其中有效成分吡唑醚菌酯、申嗪霉素与噻虫嗪的质量比为1~80:80~1:1~80。

[0003] 发明人经过长期试验验证,该上述几种杀虫杀菌组合物主要存在如下缺陷:

[0004] 1)、通过对上述几种杀虫杀菌组合物公开的几种具体配比进行试验,发现对水稻恶苗病及蓟马无法起到良好的防治效果。

[0005] 2)、针对上述几种杀虫杀菌组合物所公开的几种剂型,经过试验验证发现均存在不同问题的缺陷。例如,制成的悬浮剂容易引起产品粘结,不易在水中分散悬浮,或堵塞喷头,在喷雾器中道理沉淀等现象,造成喷洒不匀,易使作物局部产生药害,其主要原因在于助剂和填料的选择均存在不同的缺陷。

[0006] 3)、复配问题,通过对上述几种杀虫杀菌组合物公开的几种具体配比进行毒力试验、热贮稳定性试验以及共毒系数测定发现,均无法达到明显的增效作用。

### 发明内容

[0007] 本发明的目的之一在于提供一种吡唑醚菌酯、噻虫嗪和咪鲜胺复配悬浮种衣剂,该悬浮种衣剂设计合理,对如水稻恶苗病及蓟马的防治效果佳,且可实现吡唑醚菌酯、噻虫嗪和咪鲜胺的明显增效作用。

[0008] 为实现上述目的,本发明采用了以下技术方案:

[0009] 一种吡唑醚菌酯、噻虫嗪和咪鲜胺复配悬浮种衣剂,至少由以下重量份的组分制成:

吡唑醚菌酯	4份;
噻虫嗪	25份;
[0010] 咪鲜胺	6份;
脂肪醇聚氧乙烯醚	3份;
苯乙烯基苯酚聚氧乙烯醚	5份;

	黄原胶	0.5 份;
[0011]	苯甲酸钠	0.5 份;
	消泡剂	0.5 份;
	去离子水	补足至 100 份。

[0012] 吡唑醚菌酯为新型广谱杀菌剂。作用机理：为线粒体呼吸抑制剂，即通过在细胞色素合成中阻止电子转移。具有保护、治疗、叶片渗透传导作用。咪鲜胺乳油经田间药效试验结果表明对黄瓜白粉病、霜霉病和香蕉黑星病、叶斑病、菌核病等有较好的防治效果。

[0013] 噻虫嗪是一种全新结构的第二代烟碱类高效低毒杀虫剂，对害虫具有胃毒、触杀及内吸活性，用于叶面喷雾及土壤灌根处理。其施药后迅速被内吸，并传导到植株各部位，对刺吸式害虫如蚜虫、飞虱、叶蝉、粉虱等有良好的防效。

[0014] 咪鲜胺是一种广谱杀菌剂，对多种作物由子囊菌和半知菌引起的病害具有明显的防效，也可以与大多数杀菌剂、杀虫剂、除草剂混用，均有较好的防治效果。对大田作物、水果蔬菜、草皮及观赏植物上的多种病害具有治疗和铲除作用。

[0015] 本发明的吡唑醚菌酯、噻虫嗪和咪鲜胺复配悬浮种衣剂，其有益效果表现在：

[0016] 1)、本发明制备的悬浮种衣剂在悬浮率、湿筛试验等以及热贮稳定性等方面均明显优于其他配比所制备的产品。

[0017] 2)、通过实验验证，吡唑醚菌酯、噻虫嗪和咪鲜胺以4:25:6配比混用所复配的35%时的吡唑醚菌酯、噻虫嗪和咪鲜胺复配悬浮种衣剂，可起到明显增效作用范围，而其它配比混用的制剂，均无法达到明显增效作用范围。同时，不同配比的实际毒性并未随着理论毒性的增强而提升，实际毒性和理论毒性之间并无有规律性的变化。

[0018] 本发明的另一目的在于提供一种吡唑醚菌酯、噻虫嗪和咪鲜胺复配悬浮种衣剂的制备方法，将原料抽入配制釜混合搅拌后经胶体磨初研磨，再经砂磨机细磨，取样分析，合格后过滤、计量、包装、入库。

[0019] 本发明的吡唑醚菌酯、噻虫嗪和咪鲜胺复配悬浮种衣剂的制备方法，制备工艺较为简便，易于工业化生产。

## 具体实施方式

[0020] 以下将结合实施例，对本发明进行较为详细的说明。但是，实施例内容仅是对本发明所作的举例和说明，所属本技术领域的技术人员对所描述的具体实施例做各种各样的修改或补充或采用类似的方式替代，只要不偏离发明的构思或者超越本权利要求书所定义的范围，均应属于本发明的保护范围。

[0021] 一、吡唑醚菌酯、噻虫嗪和咪鲜胺复配悬浮种衣剂的制备，以及各实施例所制备的悬浮种衣剂的各项技术指标的检测结果、热贮稳定性试验结果。

[0022] 实施例1

[0023] 35%吡唑醚菌酯、噻虫嗪和咪鲜胺复配悬浮种衣剂，各组分及其重量份如下：

[0024]

成分	重量份
吡唑醚菌酯	4

噻虫嗪	25
咪鲜胺	6
脂肪醇聚氧乙烯醚	3
苯乙烯基苯酚聚氧乙烯醚	5
黄原胶	0.5
苯甲酸钠	0.5
消泡剂	0.5
去离子水	55.5

[0025] 制备方法:将原料抽入配制釜混合搅拌后经胶体磨初研磨,再经砂磨机细磨,取样分析,合格后过滤、计量、包装、入库。

[0026] 实施例2

[0027] 34.5%吡唑醚菌酯、噻虫嗪和咪鲜胺复配悬浮种衣剂,各组分及其重量份如下:

[0028]

成分	重量份
吡唑醚菌酯	3.5
噻虫嗪	25
咪鲜胺	6
脂肪醇聚氧乙烯醚	3
苯乙烯基苯酚聚氧乙烯醚	5
黄原胶	0.5
苯甲酸钠	0.5
消泡剂	0.5
去离子水	56

[0029] 制备方法同实施例1。

[0030] 实施例3

[0031] 34%吡唑醚菌酯、噻虫嗪和咪鲜胺复配悬浮种衣剂,各组分及其重量份如下:

[0032]

成分	重量份
吡唑醚菌酯	4
噻虫嗪	24.5
咪鲜胺	5.5
脂肪醇聚氧乙烯醚	3
苯乙烯基苯酚聚氧乙烯醚	5
黄原胶	0.5
苯甲酸钠	0.5
消泡剂	0.5
去离子水	56.5

[0033] 制备方法同实施例1。

[0034] 实施例4

[0035] 35.5%吡唑醚菌酯、噻虫嗪和咪鲜胺复配悬浮种衣剂,各组分及其重量份如下:

[0036]

成分	重量份
吡唑醚菌酯	4
噻虫嗪	25.5
咪鲜胺	6
脂肪醇聚氧乙烯醚	3
苯乙烯基苯酚聚氧乙烯醚	5
黄原胶	0.5
苯甲酸钠	0.5
消泡剂	0.5
去离子水	55

[0037] 制备方法同实施例1。

[0038] 实施例5

[0039] 36%吡唑醚菌酯、噻虫嗪和咪鲜胺复配悬浮种衣剂,各组分及其重量份如下:

[0040]

成分	重量份
吡唑醚菌酯	4.5

[0041]

噻虫嗪	25
咪鲜胺	6.5
脂肪醇聚氧乙烯醚	3
苯乙烯基苯酚聚氧乙烯醚	5
黄原胶	0.5
苯甲酸钠	0.5
消泡剂	0.5
去离子水	54.5

[0042] 制备方法同实施例1。

[0043] 实施例6

[0044] 30%吡唑醚菌酯、噻虫嗪和咪鲜胺复配悬浮种衣剂,各组分及其重量份如下:

[0045]

成分	重量份
吡唑醚菌酯	4
噻虫嗪	25
咪鲜胺	6
左旋丁香树脂酚	0.5

脂肪醇聚氧乙烯醚	3
苯乙烯基苯酚聚氧乙烯醚	5
黄原胶	0.5
苯甲酸钠	0.5
消泡剂	0.5
去离子水	55

[0046] 制备方法同实施例1。

[0047] 实施例1~6所制备的吡唑醚菌酯、噻虫嗪和咪鲜胺复配悬浮种衣剂,产品各项技术指标的检测结果显示如表1所示,产品热贮稳定性试验结果如表2所示。

[0048] 表1 6个实施例制备产品各项技术指标的检测结果显示

[0049]

实施例编号 指 标	实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4	实施例 5	实施例 6
吡唑醚菌酯质量分数, %	4	3.5	4	4	4.5	4

[0050]

噻虫嗪质量分数, %	25	25	24.5	25.5	25	25
咪鲜胺质量分数, %	6	6	5.5	6	6.5	6
pH 值范围	6.5	6.2	6.2	6.1	6.1	6.5
悬浮率/%	99	91	90	91	91	99
细度 (通过 45 $\mu$ m 试验筛), %	100	91	91	92	92	100
润湿时间, s	80	135	140	140	150	80
低温稳定性	合格	不合格	不合格	不合格	不合格	合格

[0051] 表2 6个实施例制备产品热贮稳定性试验结果

[0052]

实 施 例	原料	热贮前		热贮后		分解率 (%)
		质量分数 (%)	悬浮率 (%)	质量分数 (%)	悬浮率 (%)	
1	吡唑醚菌酯	4	99	3.93	96	1.75
	噻虫嗪	25		24.76		0.95
	咪鲜胺	6		5.95		0.80
2	吡唑醚菌酯	3.5	90	3.35	81.5	4.35
	噻虫嗪	25		24.13		3.60
	咪鲜胺	6		5.85		2.55
3	吡唑醚菌酯	4	91	3.83	81	4.35
	噻虫嗪	24.5		23.65		3.60
	咪鲜胺	5.5		5.37		2.50
4	吡唑醚菌酯	4	92	3.85	81	3.90
	噻虫嗪	25.5		24.53		3.95
	咪鲜胺	6		5.83		2.85
5	吡唑醚菌酯	4.5	92	4.34	82	3.75
	噻虫嗪	25		24.05		3.95
	咪鲜胺	6.5		6.33		2.75

[0053]

6	吡唑醚菌酯	4	99	3.92	96	1.80
	噻虫嗪	25		24.78		0.90
	咪鲜胺	6		5.94		0.85

[0054] 通过表1和2可以看出,实施例1和6制备的产品在悬浮率、湿筛试验等以及热贮稳定性等方面均明显优于其他实施例所制备的产品。

[0055] 二、毒理学资料

[0056] 吡唑醚菌酯:大鼠急性经口LD<sub>50</sub>>5000mg/kg,大鼠急性经皮LD<sub>50</sub>>5000mg/kg,急性毒性为低毒。

[0057] 噻虫嗪:大鼠急性经口:雌雄LD<sub>50</sub>均大于5000mg/kg;大鼠急性经皮:雌雄LD<sub>50</sub>均大于5000mg/kg。

[0058] 咪鲜胺:急性经口LD<sub>50</sub>为>5000mg/kg,急性经皮LD<sub>50</sub>>5000mg/kg,每日允许摄入量:0.04mg/kg.b.w/d。



[0059] 三、吡唑醚菌酯、噁虫嗪和咪鲜胺复配悬浮种衣剂对水稻恶苗病的室内生物活性(毒力)测定。

[0060] 1、实验目的

[0061] 旨在测定吡唑醚菌酯、噁虫嗪和咪鲜胺不同比例配比对水稻恶苗病的毒力,以判断三者不同配比对抑制水稻恶苗病是否有增效作用。

[0062] 2、试验条件

[0063] 2.1供试靶标

[0064] 恶苗病菌试验菌株,由安徽农业大学植病教研室提供。

[0065] 2.2培养条件

[0066] 将室内4℃冰箱保存的恶苗病菌菌种转接于PSA培养基上,于25℃培养箱中培养使其活化,经过两次转接后备用。

[0067] 2.3仪器设备

[0068] 电子天平(感量0.1mg)、试管、培养皿、压力蒸汽灭菌器、超净工作台、生化培养箱、移液器、接种器、打孔器(内径为5mm)等。

[0069] 3、试验设计

[0070] 3.1试材准备

[0071] 将恶苗病菌病原菌放在生化培养箱中培养,备用。

[0072] 3.2药剂

[0073] 95%吡唑醚菌酯(pyraclostrobin)原药,创新美兰(合肥)股份有限公司提供。

[0074] 97%噁虫嗪(Thiamethoxam)原药,创新美兰(合肥)股份有限公司提供。

[0075] 98%咪鲜胺(Prochloraz)原药,创新美兰(合肥)股份有限公司提供。

[0076] 3.3药剂配制

[0077] 用丙酮将实施例1-6制备的药剂稀释成5个系列质量浓度。

[0078] 4、试验方法

[0079] 参照《农药室内生物测定试验准则——杀菌剂》(NY/T1156.6—2006)进行。为了摸索各药剂对供试菌株的作用浓度,先进行预备实验。即将菌丝放置在含有较高和较低浓度药剂的培养基下进行培养,估算出EC<sub>50</sub>,然后再根据估算的EC<sub>50</sub>值,将培养基配成其EC<sub>50</sub>左右的的不同浓度梯度的含药培养基进行培养。

[0080] 本试验采用平皿菌丝生长速率法测定药剂对恶苗病菌的毒力。具体方法如下:经转接活化的恶苗病菌菌株用PSA培养基培养,待菌落长至培养皿四分之三大小,用内径为5mm的打孔器从边缘打孔,打成的菌丝块作为接种体。分别将药剂母液加入灭菌融化的PSA培养基中,充分摇匀,使药剂最终浓度(按有效成分计算)达到不同浓度梯度。每皿倒入15mL左右含药培养基,设不加药为对照,每处理4个重复。移接新生长的菌丝块(直径5mm)于平板中央,后置于25℃温箱内培养2d(恶苗病菌)、7d(恶苗病菌)和15d(恶苗病菌)。用十字交叉法测量菌落直径,计算各处理净生长量、菌丝生长抑制率。

[0081] 
$$\text{菌丝生长抑制率}(\%) = \frac{(\text{对照菌落直径} - \text{菌碟直径}) - (\text{处理菌落直径} - \text{菌碟直径})}{\text{对照菌落直径} - \text{菌碟直径}} \times 100$$

[0082] 式中:菌碟直径为5mm。

[0083] 5、数据统计分析

[0084] 将菌丝生长抑制率换算成机率值( $y$ ), 药剂浓度( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )转换成对数值( $x$ ), 以最小二乘法求得毒力回归方程( $y=a+bx$ )。用DPS统计软件对各单剂及不同混剂的浓度对数值和相应抑制率机率值进行回归分析, 计算 $\text{EC}_{50}$ 值及95%置信限。

[0085] 根据 $\text{EC}_{50}$ 计算复配剂的实测毒力指数(ATI)、理论毒力指数(TTI)和共毒系数(CTC)。

[0086] 复配剂实测毒力指数(ATI) = 单剂 $\text{EC}_{50}$ /复配剂 $\text{EC}_{50} \times 100$

[0087] 复配剂理论毒力指数(TTI) = A毒力指数  $\times$  A在复配剂中含量(%) + B毒力指数  $\times$  B在复配剂中含量(%) + C毒力指数  $\times$  C在复配剂中含量(%)

[0088] 共毒系数(CTC) =  $\text{ATI}/\text{TTI} \times 100$

[0089] 根据孙云沛法计算药剂不同配比联合增效比值(CTC),  $\text{CTC} \leq 80$ 为拮抗作用,  $80 < \text{CTC} < 120$ 为相加作用,  $\text{CTC} \geq 120$ 为增效作用。

[0090] 6、结果与分析

[0091] 实施例1和6制备的悬浮种衣剂对恶苗病的联合毒力表现为明显增效作用(共毒系数分别达到265、270), 而实施例2-5制备的悬浮种衣剂对恶苗病的联合毒力仅表现为相加作用(共毒系数依次为80、90、86、90)。同时, 通过实施例6的实验数据可以看出, 在悬浮种衣剂中添加了少量的左旋丁香树脂酚后, 可使吡唑醚菌酯、噻虫嗪和咪鲜胺的复配联合作用进一步提升。

[0092] 四、吡唑醚菌酯、噻虫嗪和咪鲜胺对水稻蓟马的复配联合作用室内测定

[0093] 1、实验目的

[0094] 就吡唑醚菌酯、噻虫嗪和咪鲜胺三种药剂混用后对水稻蓟马的联合作用及最佳配比进行测试。

[0095] 2、实验条件

[0096] 2.1 供试药剂

[0097] 95%吡唑醚菌酯(pyraclostrobin)原药, 创新美兰(合肥)股份有限公司提供。

[0098] 97%噻虫嗪(Thiamethoxam)原药, 创新美兰(合肥)股份有限公司提供。

[0099] 98%咪鲜胺(Prochloraz)原药, 创新美兰(合肥)股份有限公司提供。

[0100] 2.2 供试昆虫

[0101] 水稻蓟马从合肥市肥西县小庙镇拐岗村观赏花卉田中随机采集水稻蓟马若虫, 挑选生长发育正常, 虫体活跃大小相对一致, 生活力强的个体若虫作毒力测定试虫。

[0102] 3、测定方法

[0103] 先将实施例1-6制备的药剂分别以丙酮为溶剂制成母液, 贮藏于冰箱中备用。以母液用丙酮稀释, 将药剂设计成6个系列浓度。将水稻蓟马放入培养皿(1头/培养皿)中, 用微量点滴仪将药液点滴于水稻蓟马胸部背面。在正式测定之前, 先进行计量范围测定的预备试验。测定时, 每个浓度处理20头幼虫, 并用丙酮作空白对照。在 $26^{\circ}\text{C}$ 恒温箱中培养24小时后检查结果。根据总虫数死亡虫数计算死亡率, 用对照死亡率进行校正。以死亡率值和剂量对数进行直线回归, 计算 $\text{LD}_{50}$ 值, 计算共毒系数(C.T.C)

[0104] 4、结果与分析

[0105] 4.1 吡唑醚菌酯、噻虫嗪和咪鲜胺混用对水稻蓟马幼虫的毒力

[0106] 在被测定的各个不同配比中, 实施例1和6制备的悬浮剂的毒力最高( $\text{LD}_{50}$ 为

3.40521/头、3.30015), 实施例2-5制备的悬浮剂的毒力明显偏低(LD<sub>50</sub>依次为5.33300/头、5.19405/头、5.45101/头、5.66120/头)。

[0107] 4.2吡唑醚菌酯、噻虫嗪和咪鲜胺混用的联合作用反应

[0108] 两种或两种以上药剂混用的联合作用反应用共毒系数(C.T.C)表示, 联合作用反应分为三种类型, 即拮抗作用(C.T.C<70), 相加作用(C.T.C70~150)和增效作用(C.T.C>150)。在被测定的6个混用制剂中, 实施例1和6制备的悬浮剂的共毒系数达到202、205, 属于明显增效作用范围, 而实施例2-5制备的悬浮剂的共毒系数最高也只能达到95, 基本属于相加作用。同时, 通过实施例6的实验数据可以看出, 在复配可分散油悬浮剂中添加了少量的左旋丁香树脂酚后, 可使吡唑醚菌酯、噻虫嗪和咪鲜胺的复配联合作用进一步提升。