



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102388890 B

(45) 授权公告日 2013. 08. 28

(21) 申请号 201110302666. 9

A01P 3/00 (2006. 01)

(22) 申请日 2011. 10. 09

审查员 张静静

(73) 专利权人 陕西上格之路生物科学有限公司

地址 710404 陕西省西安市周至县集贤产业园创业大道 9 号

(72) 发明人 何爱华 冯建雄 李明甫 张崇斌  
时晓磊 张杰 黄发伟 韦挺  
侯江利 孙瑞 赵海军 梅红玉  
寇鹏斌 乌小瑜 陆海瑞 刘卫博  
达普妮 梁百亮 郑敬敏

(74) 专利代理机构 西安西达专利代理有限责任公司 61202

代理人 谢钢

(51) Int. Cl.

A01N 43/54 (2006. 01)

A01N 43/16 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书12页

(54) 发明名称

一种含丁香菌酯和噬菌环胺的杀菌组合物

(57) 摘要

本发明公开了一种含丁香菌酯和噬菌环胺的农用杀菌组合物,包括有效活性成分丁香菌酯与噬菌环胺,其重量比是 1 :30 ~ 10 :1。本组合物可配制成农业上允许的水分散粒剂、可湿性粉剂、悬浮剂剂型。本发明组分合理,杀菌效果好,用药成本低,且其活性和杀菌效果不是各组分活性的简单叠加,与现有的单一制剂相比,除具有显著的杀菌效果外,而且有显著的增效作用,减缓抗性的产生,制剂残留量少,对作物无污染,安全性好,符合农药制剂的安全性要求,对葡萄、草莓、蔬菜灰霉病、苹果斑点落叶病、水稻纹枯病、稻瘟病有显著的防治效果。

1. 一种含丁香菌酯和嘧菌环胺的杀菌组合物,其特征在于组合物活性成分为丁香菌酯和嘧菌环胺,丁香菌酯和嘧菌环胺的重量比是 1 :30 ~ 10 :1。
2. 根据权利要求 1 所述含丁香菌酯和嘧菌环胺的杀菌组合物,其特征在于:丁香菌酯和嘧菌环胺的重量比是 1 :10 ~ 4 :1。
3. 根据权利要求 2 所述含丁香菌酯和嘧菌环胺的杀菌组合物,其特征在于:丁香菌酯和嘧菌环胺的重量比是 1 :5 ~ 2 :1。
4. 根据权利要求 1 至 3 任意之一所述含丁香菌酯和嘧菌环胺的杀菌组合物,其特征在于:丁香菌酯和嘧菌环胺的累积量为所述组合物总重量的 1% ~ 90%。
5. 根据权利要求 4 所述含丁香菌酯和嘧菌环胺的杀菌组合物,其特征在于:丁香菌酯和嘧菌环胺的累积量为所述组合物总重量的 5% ~ 50%。
6. 根据权利要求 1 所述含丁香菌酯和嘧菌环胺的杀菌组合物,其特征在于:所述组合物为水分散粒剂、可湿性粉剂、悬浮剂。
7. 根据权利要求 1 所述含丁香菌酯和嘧菌环胺的杀菌组合物在防治葡萄灰霉病、草莓灰霉病、蔬菜灰霉病、苹果斑点落叶病、水稻纹枯病、稻瘟病上的用途。

## 一种含丁香菌酯和嘧菌环胺的杀菌组合物

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种含丁香菌酯和嘧菌环胺的杀菌组合物，属于复配农药技术领域。

### 背景技术

[0002] 甲氧基丙烯酸类杀菌剂是近年来新开发的杀菌剂品种，是杀菌剂领域中一大里程碑。甲氧基丙烯酸酯类杀菌剂具有独特的作用机制，它通过锁住细胞色素 b 和 c<sub>1</sub>之间的电子传递而阻止细胞的 ATP 合成，从而抑制其线粒体呼吸而发挥抑菌作用。对 14- 脱甲基化酶抑制剂、苯甲酰胺类、二羧酰胺类和苯并咪唑类产生抗性的菌株有效。具有保护、治疗、铲除、渗透、内吸活性，而且能在植物体内、土壤和水中很快降解。尽管该类杀菌剂作用机理独特，但病原菌对其产生抗性的速度也很快，使用成本高，所以限制了甲氧基丙烯酸类杀菌剂大面积推广使用，因此将甲氧基丙烯酸类杀菌剂与另一种作用机理的杀菌剂组合复配，提高药效，减缓抗性的产生，减少使用量，扩大该药剂的施用是目前急需解决的问题。

[0003] 丁香菌酯是一种甲氧基丙烯酸甲酯类化合物，英文通用名 :coumoxyxstrobin，化学名称 :(E)-2-((2-((3-丁基-4-甲基-香豆素-7-基-氧基)甲基)苯基)-3-甲氧基丙烯酸甲酯。具有保护和治疗作用，是一种高效广谱的农用杀菌剂，对由鞭毛菌、结合菌、子囊菌、担子菌及半知菌引起的植物病害如油菜菌核病、苹果树腐烂病、黄瓜霜霉病、水稻稻瘟病、香蕉叶斑病、苹果斑点落叶病等有很好的防效。

[0004] 嘧菌环胺，英文通用名 :Cyprodinil，化学名称 :4- 环丙基 -6- 甲基 -N- 苯基嘧啶 -2- 胺。为蛋氨酸生物合成抑制剂。同三唑类、甲氧基丙烯酸类等杀菌剂无交互抗性。嘧菌环胺具有保护、治疗、叶片穿透及根部内吸活性。主要用于叶面喷雾或种子处理，防治灰霉病、白粉病、稻瘟病、黑星病等。

[0005] 尽管丁香菌酯是一种高效广谱的农用杀菌剂，但它作为甲氧基丙烯酸酯类化合物，作用机理单一，田间应用上长期重复使用病菌会产生抗性，导致防效降低，且使用成本高。嘧菌环胺已使用多年，病原菌对其产生了很大的抗性，单独施用用药量越来越大。目前还没有丁香菌酯和嘧菌环胺混配的技术报道。发明人通过试验发现，将作用机理不同的丁香菌酯和嘧菌环胺复配，具有明显的增效作用，能显著提高治疗、保护的防治效果、减少施药次数和用药量，减缓病菌抗性的产生，降低防治成本，对作物安全性高。

### 发明内容

[0006] 本发明的目的在于提供一种组分合理，增效作用显著，杀菌效果好，用药成本低，不易产生抗药性、对作物安全的杀菌组合物。

[0007] 本发明的另一目的在于提供上述组合物在防治(葡萄、草莓、蔬菜)灰霉病、苹果斑点落叶病、水稻纹枯病、稻瘟病上的应用。

[0008] 为了克服现有单一制剂的缺陷，本发明的技术方案是这样解决的：

[0009] A) 第一活性成分丁香菌酯；

[0010] B) 第二活性成分嘧菌环胺；

[0011] 第一活性成分与第二活性成分的重量比为 1 :30 ~ 10 :1, 优选的重量比为 1 :10 ~ 4 :1, 更优选的重量比为 1 :5 ~ 2 :1。

[0012] 第一活性成分与第二活性成分的累积量为所述组合物总重量的 1% ~ 90%, 优选为 5% ~ 50%, 活性成分累积量的大小也与剂型密切相关, 如悬浮剂的活性成分累积量一般不超过 50%。

[0013] 本发明含有丁香菌酯和嘧菌环胺的杀菌组合物按照本技术领域技术人员所公知的方法可以配制的制剂剂型是水分散粒剂、可湿性粉剂、悬浮剂。

[0014] 对于水分散粒剂来说, 本领域技术人员很熟悉使用相应的助剂完成本发明。分散剂如聚羧酸盐、木质素磺酸盐、烷基萘磺酸盐中一种或多种; 润湿剂如烷基硫酸盐、烷基磺酸盐、萘磺酸盐中一种或多种; 崩解剂如硫酸铵、尿素、蔗糖、葡萄糖中一种或多种; 粘结剂如硅藻土、玉米淀粉、PVA、羧甲基(乙基)纤维素类中的一种或多种; 填料如硅藻土、高岭土、白炭黑、轻钙、滑石粉、凹凸棒土、陶土一种或多种。

[0015] 对可湿性粉剂, 可使用的助剂有: 分散剂如聚羧酸盐、木质素磺酸盐、烷基萘磺酸盐中一种或多种; 润湿剂如烷基硫酸盐、烷基磺酸盐、萘磺酸盐中一种或多种; 填料如硫酸铵、尿素、蔗糖、葡萄糖、硅藻土、高岭土、白炭黑、轻钙、滑石粉、凹凸棒土、陶土一种或多种。

[0016] 对悬浮剂, 可使用的助剂有: 分散剂如聚羧酸盐、木质素磺酸盐、烷基萘磺酸盐(扩散剂 NNO)、TERSPERSE 2020 (美国亨斯迈公司出品, 烷基萘磺酸盐类) 中一种或多种; 乳化剂如农乳 700# (通用名: 烷基酚甲醛树脂聚氧乙烯醚)、农乳 2201、斯盘-60# (通用名: 失水山梨醇硬脂酸酯)、吐温-60# (通用名: 聚氧乙烯失水山梨醇硬脂酸酯)、农乳 1601# (通用名: 三苯乙基苯酚聚氧丙烯聚氧乙烯嵌段聚合物)、TERSPERSE 4894 中的一种或多种; 润湿剂如烷基酚聚氧乙烯基醚甲醛缩合物硫酸盐、烷基酚聚氧乙烯基醚磷酸酯、苯乙基酚聚氧乙烯基醚磷酸酯、烷基硫酸盐、烷基磺酸盐、萘磺酸盐、TERSPERSE 2500 中一种或多种; 增稠剂如黄原胶、聚乙烯醇、膨润土、硅酸镁铝中一种或多种; 防腐剂如甲醛、苯甲酸、苯甲酸钠中一种或多种; 消泡剂如有机硅类消泡剂; 防冻剂如乙二醇、丙二醇、甘油、尿素、无机盐类如氯化钠中一种或多种; 水为去离子水。

[0017] 本发明组分合理, 治疗加保护作用, 杀菌效果好, 减少用药次数, 用药成本低, 且其活性和杀菌效果不是各组分活性的简单叠加, 而是有显著的增效作用, 减缓抗性的产生, 对作物安全性好, 符合农药制剂的安全性要求。本发明对葡萄、草莓、蔬菜灰霉病、苹果斑点落叶病、水稻纹枯病、稻瘟病具有较好的防治效果。

## 具体实施方式

[0018] 为了防治农业生产的葡萄、草莓、蔬菜灰霉病, 苹果斑点落叶病、水稻纹枯病、稻瘟病。发明人以丁香菌酯与嘧菌环胺进行了相互复配的增效研究, 具体方法为:

[0019] 试验对象分别为引起番茄灰霉病病原的灰葡萄孢菌 *Botrytis cinerea* Pers.、苹果斑点落叶病菌 *Alternaria alternata* f. sp. *mali*、水稻纹枯病菌 (*Rhizoctonia solani*)、稻瘟病菌 (*Pyricularia grisea*)。试验药剂丁香菌酯原药采用吉林八达农药有限公司生产的原药, 嘧菌环胺原药采用江苏中旗化工有限公司生产的原药。由陕西上格之路生物科学有限公司技术部将原药配制成需要的试验药剂, 试验方法参考《中华人民共和国农业行业标准 NY/T1156.2—2006》。首先将单剂及各混配药剂设置 5 个不同浓度梯度(在预备试验

结果的基础上,根据不同药剂组合和配比不同,浓度梯度设置亦有所不同,抑菌率在5%~90%的范围内按等差级数设定)。设清水对照,重复3次。采用菌丝生长速率法,将培养好的病原菌,在无菌条件下用直径为5 mm打孔器,自菌落边缘切取菌饼,用接种针将菌饼接于不同药剂浓度的培养基平板上,置25℃温箱中培养72h;检查菌落直径,计算各药剂处理抑制菌丝生长的百分率,通过抑制率的机率值和系列浓度的对数值之间的线性回归分析,求出各药剂的EC<sub>50</sub>值,用孙云沛法计算混剂的共毒系数(CTC),以此来评价供试药剂对病菌的活性。

[0020] 复配制剂的共毒系数(CTC)≥120表现为增效作用;CTC≤80表现为拮抗作用;80<CTC<120表现为相加作用。

[0021]

表1 丁香菌酯与嘧菌环胺组合对番茄灰霉病的室内毒力测定

药剂处理	毒力回归方程	相关系数(r)	EC <sub>50</sub> (mg/L)	共毒系数 (CTC)
丁香菌酯(A)	Y=6.1010+5.7080X	0.9901	0.64	∞
嘧菌环胺(B)	Y=4.8321+4.3242X	0.9939	1.09	∞
A:B=1:30	Y=5.7778+4.5471X	0.9980	0.67	158.5
A:B=1:20	Y=5.7389+3.6782X	0.9965	0.63	168.0
A:B=1:10	Y=5.9981+3.8504X	0.9969	0.55	186.7
A:B=1:5	Y=6.5797+5.2365X	0.9993	0.50	196.0
A:B=1:2	Y=7.6831+6.4448X	0.9931	0.38	210.9
A:B=1:1	Y=6.7006+4.5062X	0.9961	0.42	211.1
A:B=2:1	Y=6.3284+3.4755X	0.9995	0.41	195.0
A:B=4:1	Y=6.2907+3.3421X	0.9944	0.41	170.8
A:B=10:1	Y=6.3458+3.9761X	0.9935	0.46	145.3

[0022]

表 2 丁香菌酯与嘧菌环胺组合对苹果树斑点落叶病的室内毒力测定

药剂处理	毒力回归方程	相关系数 (r)	EC <sub>50</sub> (mg/L)	共毒系数 (CTC)
丁香菌酯 (A)	Y=3.5997+5.3457X	0.9957	1.83	~
嘧菌环胺 (B)	Y=2.8651+3.8403X	0.9923	3.60	~
A:B=1:30	Y=3.7256+4.6677X	0.9954	1.88	154.5
A:B=1:20	Y=4.0957+3.2055X	0.9987	1.91	165.0
A:B=1:10	Y=3.5420+5.2471X	0.9958	1.90	174.4
A:B=1:5	Y=3.5152+6.7414X	0.9984	1.66	204.3
A:B=1:2	Y=3.2503+6.7940X	0.9965	1.81	190.0
A:B=1:1	Y=3.3821+5.9499X	0.9972	1.87	185.4
A:B=2:1	Y=3.6735+4.5432X	0.9967	1.96	178.1
A:B=4:1	Y=3.9355+3.2384X	0.9979	2.13	164.8
A:B=10:1	Y=2.8986+5.9545X	0.9964	2.25	156.6

[0023]

表 3 丁香菌酯与嘧菌环胺组合对水稻纹枯病菌的室内毒力测定

药剂处理	毒力回归方程	相关系数 (r)	EC <sub>50</sub> (mg/L)	共毒系数 (CTC)
丁香菌酯 (A)	Y=3.2783+6.2107X	0.9945	1.89	~
嘧菌环胺 (B)	Y=3.1879+3.1046X	0.9915	3.83	~
A:B=1:30	Y=1.9403+9.1369X	0.9970	2.16	171.5
A:B=1:20	Y=3.2519+5.5939X	0.9982	2.05	177.9
A:B=1:10	Y=3.4042+7.7146X	0.9980	1.61	217.7
A:B=1:5	Y=3.5767+10.5170X	0.9968	1.31	249.3
A:B=1:2	Y=4.3248+10.9605X	0.9971	1.15	247.9
A:B=1:1	Y=4.5992+8.8696X	0.9950	1.11	228.4
A:B=2:1	Y=4.4041+10.4457X	0.9950	1.14	202.4
A:B=4:1	Y=4.9428+6.1305X	0.9960	1.02	199.7
A:B=10:1	Y=4.7879+5.6527X	0.9989	1.09	182.0

[0024]

表 4 丁香菌酯与嘧菌环胺组合对稻瘟病的室内毒力测定

药剂处理	毒力回归方程	相关系数(r)	EC <sub>50</sub> (mg/L)	共毒系数 (CTC)
丁香菌酯(A)	Y=3.7082+5.6347X	0.9942	1.70	~
嘧菌环胺(B)	Y=3.5618+4.2632X	0.9942	2.17	~
A:B=1:30	Y=4.3703+4.6408X	0.9969	1.37	157.7
A:B=1:20	Y=4.6025+3.7764X	0.9969	1.27	168.4
A:B=1:10	Y=4.8248+3.9229X	0.9955	1.11	191.3
A:B=1:5	Y=4.9829+5.3902X	0.9991	1.01	206.1
A:B=1:2	Y=5.4238+6.2607X	0.9954	0.86	222.7
A:B=1:1	Y=5.0640+4.5062X	0.9961	0.97	205.3
A:B=2:1	Y=5.0314+3.5294X	0.9987	0.98	194.5
A:B=4:1	Y=5.0197+3.3658X	0.9944	0.99	179.8
A:B=10:1	Y=4.8595+3.8616X	0.9942	1.09	159.1

[0025] 室内毒力测定结果表明：丁香菌酯与嘧菌环胺以重量比为 1:30 ~ 10:1 混用对番茄灰霉病病菌、苹果斑点落叶病菌、水稻纹枯病菌、稻瘟病菌有较好的毒力，均有显著的增效作用。

[0026] 下面结合制剂实施例和生物实施例对本发明内容作进一步说明。

#### [0027] 制剂实施例 1

[0028] 称取 10% 丁香菌酯、40% 嘧菌环胺、3% TERSPERSE 2700 (聚羧酸盐, 美国亨斯迈公司出品)、2% 扩散剂 NNO (烷基萘磺酸盐甲醛缩合物)、3% 拉开粉 BX (二丁基萘磺酸钠)、2% K-12 (十二烷基硫酸钠)、3% 硅藻土、5% 葡萄糖、高岭土加至 100% 重量份。上述原料经常规制取水分散粒剂的方法即混合、超微气流粉碎、混合、造粒步骤制取 50% 丁香菌酯·嘧菌环胺水分散粒剂。

[0029] 本实施例中丁香菌酯与嘧菌环胺的重量比例可以在 1:30 ~ 10:1 之间变化，两者总的重量成分仍为 50%，形成新的实施例。

#### [0030] 制剂实施例 2

[0031] 称取 2% 丁香菌酯、60% 嘧菌环胺、3% TERSPERSE 2700、3% 扩散剂 NNO、2% 拉开粉 BX、1%K-12、1% 羟甲基纤维素、3% 尿素、硅藻土加至 100% 重量份。上述原料经常规制取水分散粒剂的方法即混合、超微气流粉碎、混合、造粒步骤制取 62% 丁香菌酯·嘧菌环胺水分散粒剂。

[0032] 本实施例中丁香菌酯与嘧菌环胺的重量比例可以在 1:30 ~ 10:1 之间变化，两者总的重量成分仍为 62%，形成新的实施例。

#### [0033] 制剂实施例 3

[0034] 称取 45% 丁香菌酯、45% 嘧菌环胺、3% TERSPERSE 2700、1%K-12、2% 硫铵、硅藻土加

至 100% 重量份。上述原料经常规制取水分散粒剂的方法即混合、超微气流粉碎、混合、造粒步骤制取 90% 丁香菌酯·嘧菌环胺水分散粒剂。

[0035] 本实施例中丁香菌酯与嘧菌环胺的重量比例可以在 1:30 ~ 10:1 之间变化，两者总的重量成分仍为 90%，形成新的实施例。

#### [0036] 制剂实施例 4

[0037] 称取 40% 丁香菌酯、4% 嘧菌环胺、5% Morwet D-425(烷基萘磺酸缩聚物钠盐，阿克苏诺贝尔公司出品)、3% 扩散剂 NNO、2% 拉开粉 BX、2%K-12、高岭土加至 100% 重量份。上述原料经常规制取水分散粒剂的方法即混合、超微气流粉碎、混合、造粒步骤制取 44% 丁香菌酯·嘧菌环胺水分散粒剂。

[0038] 本实施例中丁香菌酯与嘧菌环胺的重量比例可以在 1:30 ~ 10:1 之间变化，两者总的重量成分仍为 44%，形成新的实施例。

#### [0039] 制剂实施例 5

[0040] 称取 20% 丁香菌酯、60% 嘧菌环胺、3% TERSPERSE 2700、1% 扩散剂 NNO、2%K-12、1% 羟甲基纤维素、硅藻土加至 100% 重量份。上述原料经常规制取水分散粒剂的方法即混合、超微气流粉碎、混合、造粒步骤制取 80% 丁香菌酯·嘧菌环胺水分散粒剂。

[0041] 本实施例中丁香菌酯与嘧菌环胺的重量比例可以在 1:30 ~ 10:1 之间变化，两者总的重量成分仍为 80%，形成新的实施例。

#### [0042] 制剂实施例 6

[0043] 称取 20% 丁香菌酯、30% 嘧菌环胺、2% 扩散剂 NNO、2% 拉开粉 BX、2%K-12、凹凸棒土加至 100% 重量份。上述原料经混合，气流粉碎后制得 50% 丁香菌酯·嘧菌环胺可湿性粉剂。

[0044] 本实施例中丁香菌酯与嘧菌环胺的重量比例可以在 1:30 ~ 10:1 之间变化，两者总的重量成分仍为 50%，形成新的实施例。

#### [0045] 制剂实施例 7

[0046] 称取 8% 丁香菌酯、40% 嘧菌环胺、4% 木质素磺酸钙、3% TERSPERSE 2700、2% 拉开粉 BX、2%K-12、3% 白碳黑、轻钙加至 100% 重量份。上述原料经混合，气流粉碎后制得 48% 丁香菌酯·嘧菌环胺可湿性粉剂。

[0047] 本实施例中丁香菌酯与嘧菌环胺的重量比例可以在 1:30 ~ 10:1 之间变化，两者总的重量成分仍为 48%，形成新的实施例。

#### [0048] 制剂实施例 8

[0049] 称取 30% 丁香菌酯、15% 嘧菌环胺、3% 木质素磺酸钙、3% 扩散剂 NNO、2% 拉开粉 BX、2%K-12、白碳黑加至 100% 重量份。上述原料经混合，气流粉碎后制得 45% 丁香菌酯·嘧菌环胺可湿性粉剂。

[0050] 本实施例中丁香菌酯与嘧菌环胺的重量比例可以在 1:30 ~ 10:1 之间变化，两者总的重量成分仍为 45%，形成新的实施例。

#### [0051] 制剂实施例 9

[0052] 称取 15% 丁香菌酯、35% 嘧菌环胺、4% 木质素磺酸钙、3% TERSPERSE 2700、2% 拉开粉 BX、2%K-12、3% 白碳黑、轻钙加至 100% 重量份。上述原料经混合，气流粉碎后制得 50% 丁香菌酯·嘧菌环胺可湿性粉剂。

[0053] 本实施例中丁香菌酯与嘧菌环胺的重量比例可以在 1:30 ~ 10:1 之间变化，两者

总的重量成分仍为 50%，形成新的实施例。

[0054] 制剂实施例 10

[0055] 称取 20% 丁香菌酯、60% 噻菌环胺、4% 扩散剂 NNO、2% 拉开粉 BX、2%K-12、凹凸棒土加至 100% 重量份。上述原料经混合，气流粉碎后制得 80% 丁香菌酯·噻菌环胺可湿性粉剂。

[0056] 本实施例中丁香菌酯与噻菌环胺的重量比例可以在 1:30 ~ 10:1 之间变化，两者总的重量成分仍为 80%，形成新的实施例。

[0057] 制剂实施例 11

[0058] 称取 2% 丁香菌酯、3% 噻菌环胺、4% TERSPERSE 4894(美国亨斯迈公司出品)、1.5% TERSPERSE 2500(美国亨斯迈公司出品)、2% TERSPERSE 2020(美国亨斯迈公司出品)、1% 硅酸镁铝、0.2% 黄原胶、5% 乙二醇、0.5% 甲醛、0.5% 有机硅消泡剂(商品名:s-29 南京四新应用化学品公司出品)、去离子水加至 100% 重量份。上述原料经混合，高速剪切分散 30min，用砂磨机砂磨后制得 5% 丁香菌酯·噻菌环胺悬浮剂。

[0059] 本实施例中丁香菌酯与噻菌环胺的重量比例可以在 1:30 ~ 10:1 之间变化，两者总的重量成分仍为 5%，形成新的实施例。

[0060] 制剂实施例 12

[0061] 称取 15% 丁香菌酯、25% 噻菌环胺、5%TERSPERSE 4894、2%TERSPERSE 2500、1%TERSPERSE 2020、0.2% 黄原胶、5% 丙二醇、0.5% 苯甲酸、0.5% 有机硅消泡剂、去离子水加至 100% 重量份。上述原料经混合，高速剪切分散 30min，用砂磨机砂磨后制得 40% 丁香菌酯·噻菌环胺悬浮剂。

[0062] 本实施例中丁香菌酯与噻菌环胺的重量比例可以在 1:30 ~ 10:1 之间变化，两者总的重量成分仍为 40%，形成新的实施例。

[0063] 制剂实施例 13

[0064] 称取 20% 丁香菌酯、20% 噻菌环胺、2%TERSPERSE 2020、2% 斯盘-60#、3% 吐温-60#、1%TERSPERSE 2500、0.5% 白炭黑、0.3% 黄原胶、5% 乙二醇、0.5% 苯甲酸、0.5% 有机硅消泡剂、去离子水加至 100% 重量份。上述原料经混合，高速剪切分散 30min，用砂磨机砂磨后制得 40% 丁香菌酯·噻菌环胺悬浮剂。

[0065] 本实施例中丁香菌酯与噻菌环胺的重量比例可以在 1:30 ~ 10:1 之间变化，两者总的重量成分仍为 40%，形成新的实施例。

[0066] 制剂实施例 14

[0067] 称取 36% 丁香菌酯、12% 噻菌环胺、1%TERSPERSE 2020、3% 农乳 1601#、2% 农乳 2201#、1%TERSPERSE 2500、0.3% 黄原胶、5% 乙二醇、0.5% 甲醛、0.5% 有机硅消泡剂、去离子水加至 100% 重量份。高速剪切分散 30min，用砂磨机砂磨后制得 48% 丁香菌酯·噻菌环胺悬浮剂。

[0068] 本实施例中丁香菌酯与噻菌环胺的重量比例可以在 1:30 ~ 10:1 之间变化，两者总的重量成分仍为 48%，形成新的实施例。

[0069] 制剂实施例 15

[0070] 称取 8% 丁香菌酯、42% 噻菌环胺、4%TERSPERSE 4894、1.5%TERSPERSE 2500、1%TERSPERSE 2020、0.2% 硅酸镁铝、5% 乙二醇、0.5% 甲醛、0.5% 有机硅消泡剂、去离子水加至 100% 重量份。上述原料经混合，高速剪切分散 30min，用砂磨机砂磨后制得 50% 丁香菌

酯·嘧菌环胺悬浮剂。

[0071] 本实施例中丁香菌酯与嘧菌环胺的重量比例可以在 1:30 ~ 10:1 之间变化,两者总的重量成分仍为 50%,形成新的实施例。

[0072] 生物实施例 1 :防治番茄灰霉病田间试验

[0073] 2011 年在陕西省杨凌区进行了制剂实施例 1 (50% 丁香菌酯·嘧菌环胺水分散粒剂) 防治番茄灰霉病田间试验,验证了该药剂对番茄灰霉病的防治效果、有效剂量及对番茄的安全性。试验方法参照《GB/T 17980.28-2000 农药田间药效试验准则(一) 杀菌剂防治蔬菜灰霉病》。试验作物为番茄,防治对象为番茄灰霉病(*Botrytis cinerea*Pers.)。试验设在陕西杨凌区,土壤为沙壤土,肥力好,试验地栽培条件均匀一致。

[0074] 试验药剂及剂量为:50% 丁香菌酯·嘧菌环胺水分散粒剂 35g/667 m<sup>2</sup>、30g/667 m<sup>2</sup>、25g/667 m<sup>2</sup>,20% 丁香菌酯悬浮剂 25g/667 m<sup>2</sup>,50% 嘧菌环胺水分散粒剂 80g/667 m<sup>2</sup>。另设空白对照,每处理 4 次重复,每小区面积 30 m<sup>2</sup>,共 24 个小区,随机区组排列。采用常规喷雾法,亩施药液 60 kg,均匀喷洒在叶片正反面。于 5 月 15 日第一次施药,这时番茄处于开花初期,以后每隔 7 天施药 1 次,共施药三次。

[0075] 调查与统计方法:

[0076] 分别在第一次施药前和第一次施药后 7 天、第三次施药后 14 天进行病情指数调查,共调查 3 次,每个小区调查 5 点,每点调查 3 株番茄,记录总叶数、各级病叶数和病级数,计算病情指数。

[0077] 分级标准为:

[0078] 1 级:叶片无病斑

[0079] 2 级:叶片出现零星小病斑

[0080] 3 级:病斑面积占叶面积的 1/6~1/4

[0081] 4 级:病斑面积占叶面积 1/4~1/2

[0082] 5 级:病斑面积占叶面积 1/2 以上或引起落叶

[0083] 病情指数及防治效果计算方法:

[0084] 病情指数 =  $\Sigma$  (各级病叶数 × 相对级数值) / 调查总叶数 × 5 × 100%

[0085] 防治效果(%) = (空白对照区施药后病情指数 - 药剂处理区施药后病情指数) / 空白对照区施药后病情指数 × 100%

[0086] 安全性调查和对其他生物的影响:每次喷药后第 1 天及药后若干天,观察药剂各处理对番茄的影响。

[0087]

表5 防治番茄灰霉病田间试验结果

试验药剂	用量 (g/667 m <sup>2</sup> )	第一次药后 7天		第三次药后 14天	
		平均 病指	平均防效 (%)	平均 病指	平均防效 (%)
50% 丁香菌酯·嘧菌环胺水分散粒剂 (10+40)	35	1.84	81.25	1.43	92.22
	30	2.23	77.28	2.12	88.41
	25	2.66	72.59	2.68	85.36
20% 丁香菌酯悬浮剂	25	3.05	68.95	3.93	78.58
50% 嘧菌环胺水分散粒剂	80	2.91	70.35	3.62	80.26
对照(CK)	清水	9.83	*	18.33	*

[0088] 田间试验结果表明 :50% 丁香菌酯·嘧菌环胺水分散粒剂 35g/667 m<sup>2</sup>、30g/667 m<sup>2</sup>、25g/667 m<sup>2</sup>防治番茄灰霉病,第一次药后 7 天的防效分别是 81.25%、77.28%、72.59%,第三次药后 14 天的防效分别为 92.22%、88.41%、85.36%,明显优于 20% 丁香菌酯悬浮剂 25g/667 m<sup>2</sup>,50% 嘧菌环胺水分散粒剂 80g/667 m<sup>2</sup>对番茄灰霉病第一次药后 7 天和第三次药后 14 天的防效(见表 5),表现出很好的速效性和持效性。

[0089] 试验期间观察,各药剂处理未对番茄产生药害现象,50% 丁香菌酯·嘧菌环胺水分散粒剂还对番茄疫病、叶霉病表现出良好的防治效果。

[0090] 试验结果表明丁香菌酯与嘧菌环胺混配后,明显提高了对番茄灰霉病的防治效果,降低了用药量及用药成本,对番茄生长安全,是防治番茄灰霉病的理想药剂。

[0091] 生物实施例 2 :防治苹果斑点落叶病田间试验

[0092] 2010 年在陕西省富平县进行了制剂实施例 7 (48% 丁香菌酯·嘧菌环胺可湿性粉剂) 防治苹果斑点落叶病田间试验,验证了该药剂对苹果斑点落叶病的防治效果、有效剂量及对苹果的安全性。试验方法参照《农药田间药效试验准则(二) GB/T 17980. 124 — 2004 第 124 部分 :杀菌剂防治苹果斑点落叶病药效试验》。试验作物为苹果树,防治对象为苹果斑点落叶病(*Alternaria alternaria* f. sp *mali*)。试验设在陕西省富平县流曲镇,果园土壤肥力中等,果树为 2000 年栽植,品种为红富士,试验前 1 月曾用 3% 吡虫啉乳油防治过蚜虫,试验地栽培条件均匀一致。试验药剂及剂量为 :48% 丁香菌酯·嘧菌环胺可湿性粉剂 1500 倍、2000 倍、2500 倍, 20% 丁香菌酯悬浮剂 2000 倍,50% 嘧菌环胺水分散粒剂 800 倍。另设空白对照,每处理 4 次重复,每小区 3 棵树,共 24 个小区,随机区组排列。采用常规喷雾法,于叶片始见病斑时第 1 次施药,以后视病害发展情况隔 10—15 天施药 1 次,共施药 3 次。均匀喷施树体各部位,以枝干、果实和叶片正反面被药液淋湿为度。

[0093] 调查与统计方法,于第三次药后 7 天调查药效,每小区调查 2 株树,在东、南、西、北、中 6 个方位取 6 点,每点调查 2 个枝梢,调查全部叶片,记录总叶数、病叶数、病叶率,按照苹果斑点落叶病 9 级分级标准,记载各级病叶数,计算病情指数和防效。每次喷药后第 1 天及药后若干天,观察药剂各处理对果实和叶片的影响。

[0094] 苹果斑点落叶病分级标准 :

[0095] 0 级 :无病斑 ;

- [0096] 1 级 :病斑面积占整个叶面积的 10% 以下 ;  
 [0097] 3 级 :病斑面积占整个叶面积的 11%-25% ;  
 [0098] 5 级 :病斑面积占整个叶面积的 26%-40% ;  
 [0099] 7 级 :病斑面积占整个叶面积的 41%-65% ;  
 [0100] 9 级 :病斑面积占整个叶面积的 66% 以上。  
 [0101] 根据记载发病情况计算病情指数和防治效果。  
 [0102] 病情指数 =  $\Sigma$  (各级病叶数 × 相对级数值) / 调查总叶数 × 9 × 100%  
 [0103] 防治效果 (%) = (空白对照区施药后病情指数 - 药剂处理区施药后病情指数) / 空白对照区施药后病情指数 × 100%。  
 [0104]

表6 防治苹果斑点落叶病田间试验结果

试验药剂	稀释倍数	病叶率 (%)	病情指数 (%)	防效 (%)	差异显著性	
					5%	1%
48% 丁香菌酯·嘧菌环胺可湿性粉剂 (8+40)	1500 倍	6.2	1.65	91.11	a	A
	2000 倍	8.3	2.35	87.33	b	B
	2500 倍	8.8	3.19	82.80	c	C
20% 丁香菌酯悬浮剂	2000 倍	9.0	3.65	80.36	cd	CD
50% 嘴菌环胺水分散粒剂	800 倍	9.6	4.15	77.66	d	D
对照 (CK)	清水	38.9	18.56	-	-	-

[0105] 通过对各小区防效进行生物统计学分析(见表 6), 差异显著性比较结果表明 : 在 0.05 水平上和 0.01 水平上差异显著性一致, 48% 丁香菌酯·嘧菌环胺可湿性粉剂 1500 倍、2000 倍之间差异显著, 都与其它各处理间差异均达极显著水平; 48% 丁香菌酯·嘧菌环胺可湿性粉剂 2500 倍与 20% 丁香菌酯悬浮剂 2000 倍差异不显著, 与 50% 嘴菌环胺水分散粒剂 800 倍差异显著; 20% 丁香菌酯悬浮剂 2000 倍与 50% 嘴菌环胺水分散粒剂 800 倍之间差异不显著。

[0106] 田间试验结果表明 :48% 丁香菌酯·嘧菌环胺可湿性粉剂对苹果斑点落叶病有较显著的防治效果, 其 1500 倍、2000 倍、2500 倍对苹果斑点落叶病的防治效果明显优于 20% 丁香菌酯悬浮剂 2000 倍、50% 嘴菌环胺水分散粒剂 800 倍的防治效果。

[0107] 对苹果树的安全性调查, 喷药后第 1 天及药后若干天观察, 各试验处理对果实、叶片无药害现象发生。

[0108] 试验结果表明丁香菌酯与嘧菌环胺混配后, 明显提高了对苹果斑点落叶病的防治效果, 降低了用药量及用药成本, 对苹果生长安全, 是防治苹果斑点落叶病的理想药剂。

#### [0109] 生物实施例 3 :防治水稻稻瘟病田间试验

[0110] 2010 年在江苏省宿迁市进行了制剂实施例 12(40% 丁香菌酯·嘧菌环胺悬浮剂)防治水稻稻瘟病田间试验, 验证该药剂对水稻稻瘟病的防治效果、有效剂量及对水稻的安全性。试验作物为水稻, 防治对象为稻瘟病 (*Pyricularia oryzae* Cav.)。试验设在宿迁市泗阳县, 试验药剂及剂量为 :40% 丁香菌酯·嘧菌环胺悬浮剂 30g/667 m<sup>2</sup>、25g/667 m<sup>2</sup>、20g/667

$m^2$ , 20% 丁香菌酯悬浮剂 25g/667  $m^2$ , 50% 噻菌环胺水分散粒剂 80g/667  $m^2$ 。另设空白对照, 每处理 4 次重复, 每小区面积 35  $m^2$ , 共 24 个小区, 随机区组排列。采用常规喷雾法, 施药液 60kg, 均匀喷洒水稻全株。共施药 2 次, 在水稻孕穗末期和齐穗期各施药 1 次。

[0111] 调查与统计方法 :

[0112] 第 2 次施药后 14 天调查, 调查方法为每小区 5 点取样, 每点调查 50 穗, 分级标准如下:

[0113] 0 级 : 无病;

[0114] 1 级 : 每穗损失 5% 以下 (个别枝梗发病);

[0115] 3 级 : 每穗损失 6%-20% (1/3 左右枝梗发病);

[0116] 5 级 : 每穗损失 21%-50% (穗颈或主轴发病, 谷粒半瘪);

[0117] 7 级 : 每穗损失 51%-70% (穗颈发病, 大部分瘪谷);

[0118] 9 级 : 每穗损失 71%-100% (穗颈发病, 造成白穗)。

[0119] 根据病指计算防效。每次喷药后第 1 天及药后若干天, 观察药剂各处理对水稻的影响。

[0120] 病情指数 =  $\Sigma$  (各级病穗数  $\times$  相对级数值) / 调查总穗数  $\times$  9  $\times$  100%

[0121] 防治效果 (%) = (空白对照区施药后病情指数 - 药剂处理区施药后病情指数) / 空白对照区施药后病情指数  $\times$  100%。

[0122]

表7 防治水稻稻瘟病田间试验结果

试验药剂	用量 (g/667 $m^2$ )	病情指数 (%)	防效 (%)	差异显著性	
				5%	1%
40% 噻菌环胺悬 浮剂 (15+25)	30	2.44	90.36	a	A
	25	3.48	86.24	b	B
	20	4.66	81.58	c	C
20% 丁香菌酯悬浮剂	25	5.65	77.69	d	D
50% 噻菌环胺水分散粒剂	80	6.25	75.33	d	D
对照 (CK)	清水	25.32	-	-	-

[0123] 通过对各小区防效进行生物统计学分析(见表 7), 差异显著性比较结果表明: 在 0.05 水平上和 0.01 水平上差异显著性一致, 40% 丁香菌酯 · 噻菌环胺悬浮剂 30g/667  $m^2$ 、25g/667  $m^2$ 、20g/667  $m^2$  三个不同剂量之间差异显著, 均与丁香菌酯悬浮剂 25g/667  $m^2$ , 50% 噻菌环胺水分散粒剂 80g/667  $m^2$  差异极显著; 丁香菌酯悬浮剂 25g/667  $m^2$  与 50% 噻菌环胺水分散粒剂 80g/667  $m^2$  之间差异不显著。

[0124] 田间试验结果表明: 40% 丁香菌酯 · 噻菌环胺悬浮剂对水稻稻瘟病有较显著的防治效果, 其按 30g/667  $m^2$ 、25g/667  $m^2$ 、20g/667  $m^2$  用量对稻瘟病的防治效果明显优于丁香菌酯悬浮剂 25g/667  $m^2$ 、50% 噻菌环胺水分散粒剂 80g/667  $m^2$  的防治效果。

[0125] 对水稻的安全性调查,喷药后第1天及药后若干天观察,各试验处理对水稻无药害现象发生。

[0126] 试验结果表明丁香菌酯与嘧菌环胺混配后,明显提高了对水稻稻瘟病的防治效果,降低了用药量及用药成本,对水稻生长安全,是防治水稻稻瘟病的理想药剂。

[0127] 综上所述,本发明的组合物是采用两种活性成分复配方案,其活性和杀菌效果不是各组分活性的简单叠加,与现有的单一制剂相比,除具有显著的杀菌效果外,而且有显著的增效作用,减缓抗性的产生,制剂残留量少,对作物无污染,安全性好,符合农药制剂的安全性要求。