



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110692642 A

(43)申请公布日 2020.01.17

(21)申请号 201910720419.7

(22)申请日 2019.08.05

(71)申请人 安徽农业大学

地址 230036 安徽省合肥市长江西路130号
安徽农业大学植物保护学院

申请人 安徽尚禾沃达生物科技有限公司

(72)发明人 陈莉 朱德涛 李方芝 朱维玉
王争取 吴迪

(74)专利代理机构 佛山粤进知识产权代理事务
所(普通合伙) 44463

代理人 张敏

(51)Int.Cl.

A01N 43/76(2006.01)

A01N 43/40(2006.01)

A01P 13/00(2006.01)

权利要求书1页 说明书6页 附图1页

(54)发明名称

一种含有噁唑酰草胺和二氯喹啉酸的可分散油悬浮剂

(57)摘要

本发明涉及一种含有噁唑酰草胺和二氯喹啉酸的可分散油悬浮剂,所述可分散油悬浮剂由除草剂活性成分、分散介质、表面活性剂和乳化剂组成。本发明的含有噁唑酰草胺和二氯喹啉酸的可分散油悬浮剂,采用特定的配方制备而成,可以减少农药活性成分使用量,提高防治效果,对作物安全,值得推广应用。

1. 一种含有噁唑酰草胺和二氯喹啉酸的除草剂组合物,其特征在于,噁唑酰草胺的在可分散油悬浮剂中的重量百分含量为2-8%,二氯喹啉酸的重量百分含量为4-12%。

2. 根据权利要求1所述的除草剂组合物,其特征在于,所述除草剂组合物的剂型为可分散油悬浮剂。

3. 根据权利要求2所述的除草剂组合物,其特征在于,除去有效成分之外,其余为农药可分散油悬浮剂加工中的辅助成分,包括但不限于分散介质、表面活性剂、乳化剂。

4. 根据权利要求3所述的除草剂组合物,其特征在于,所述分散介质选自植物油、矿物油、松节油、苯甲酸甲酯、油酸甲酯、油酸丁酯中的一种或一种以上。

5. 根据权利要求3所述的除草剂组合物,其特征在于,所述表面活性剂至少包括乳化剂和其它助剂,选自脂肪醇聚氧乙烯醚、聚乙二醇单油酸酯、山梨醇聚氧乙烯醚、蓖麻油聚氧乙烯醚、失水山梨醇脂肪酸酯、失水山梨醇脂肪酸酯聚氧乙烯醚、三苯乙炔基苯酚聚氧乙烯醚磷酸酯、苯乙基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚磷酸酯及甲醛缩合物、白炭黑、聚乙烯醇、有机膨润土、硅酸镁铝、黄原胶中的一种或一种以上。

6. 根据权利要求5所述的除草剂组合物,其特征在于,所述助剂优选为白炭黑、有机膨润土和三苯乙炔基苯酚聚氧乙烯醚磷酸酯的组合物,所述乳化剂优选为脂肪醇聚氧乙烯醚和蓖麻油聚氧乙烯醚的组合。

7. 根据权利要求6所述的除草剂组合物,其特征在于,所述助剂为白炭黑、有机膨润土和三苯乙炔基苯酚聚氧乙烯醚磷酸酯的重量份数比为25:12:26。

8. 根据权利要求6所述的除草剂组合物,其特征在于,所述乳化剂脂肪醇聚氧乙烯醚和蓖麻油聚氧乙烯醚的重量比为31:51。

9. 根据权利要求2所述的除草剂组合物,其特征在于,所述除草剂组合物的组成如下:

噁唑酰草胺	6%
二氯喹啉酸	9%
白炭黑	2.5%
有机膨润土	1.2%
三苯乙炔基苯酚聚氧乙烯醚磷酸酯	2.6%
脂肪醇聚氧乙烯醚	3.1%
蓖麻油聚氧乙烯醚	5.1%
油酸甲酯	余量。

10. 根据权利要求9所述的除草剂组合物用于防治水稻田杂草的用途。

一种含有噁唑酰草胺和二氯喹啉酸的可分散油悬浮剂

技术领域

[0001] 本发明属于农药技术领域,具体涉及的是一种含有噁唑酰草胺和二氯喹啉酸的可分散油悬浮剂,尤其涉及的是一种含有噁唑酰草胺和二氯喹啉酸的可分散油悬浮剂。

背景技术

[0002] 噁唑酰草胺,IOS通用名称为metamifop,是由韩国化工技术研究院开发的芳氧苯氧丙酸酯类除草剂,可极好的防除大多数一年生禾本科杂草,与大多数此类除草剂不同的是,噁唑酰草胺对睡到安全,可有效防除水稻田主要杂草,如稗草、千金子、马唐和牛筋草,主要用于移栽和直播稻田除草。低毒、对环境安全、是一个很有发展前景的除草剂。噁唑酰草胺属ACC酶抑制剂,能抑制植物脂肪酸的合成。用药后几天内敏感品种出现叶面退绿,抑制生长,有些品种在施药后2周出现干枯,甚至死亡。

[0003] 二氯喹啉酸,IOS通用名称为quinclorac,是由BASF开发的一类喹啉酸类除草剂,化学名称为3,7-二氯-8-喹啉羧酸。是防治稻田稗草的特效选择性除草剂,对4-7叶期稗草效果突出,由于二氯喹啉酸已在我国广泛使用多年,常年连续单独使用已经使杂草抗性不断增强,即使不断加大施药量也难以有效控制农田杂草的发生。已有相关报道二氯喹啉酸应用于玉米田,玉米叶龄越大越安全。

[0004] 噁唑酰草胺属于芳氧苯氧丙酸酯类除草剂,二氯喹啉酸属急速型喹啉酸类除草剂,两者噁唑酰草胺和二氯喹啉酸两种药剂作用机理存在差异,复配有利于克服和延缓杂草抗药性的发展,扩大除草谱,提高防治效果,由于两者作用机理上各不相同,因此,不存在交叉抗性的问题,符合除草剂混配的原则,但如何更大限度的开发两者合理的剂型或者配方成为生产的迫切需求。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于针对现有技术的不足,提供一种稳定性好、高效、应用广泛的含有噁唑酰草胺和二氯喹啉酸的可分散油悬浮剂。

[0006] 本发明的另一目的在于提供一种所述含有噁唑酰草胺和二氯喹啉酸的的可分散油悬浮剂的应用,所述可分散油悬浮剂质量稳定、可以有效的提高除草效率,对环境友好、安全。

[0007] 为了达到上述目的,本发明采用如下技术方案:

[0008] 一种含有噁唑酰草胺和二氯喹啉酸的可分散油悬浮剂,其中,噁唑酰草胺的在可分散油悬浮剂中的重量百分含量为2-8%,二氯喹啉酸的重量的重量百分含量为4-12%,优选的,噁唑酰草胺和二氯喹啉酸的重量的重量比为6:9,最优的,噁唑酰草胺和二氯喹啉酸在可分散油悬浮剂中的重量百分含量分别为6%和9%。

[0009] 进一步的,所述可分散油悬浮剂除去有效成分之外,其余为农药可分散油悬浮剂加工中的辅助成分,包括但不限于分散介质、表面活性剂、乳化剂。

[0010] 进一步的,所述分散介质选自植物油、矿物油、松节油、苯甲酸甲酯、油酸甲酯、油

酸丁酯中的一种或一种以上。

[0011] 进一步的,所述分散介质尤其优选为油酸甲酯。

[0012] 进一步的,所述表面活性剂至少包括乳化剂和其它助剂,选自脂肪醇聚氧乙烯醚、聚乙二醇单油酸酯、山梨醇聚氧乙烯醚、蓖麻油聚氧乙烯醚、失水山梨醇脂肪酸酯、失水山梨醇脂肪酸酯聚氧乙烯醚、三苯乙基苯酚聚氧乙烯醚磷酸酯、苯乙基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚磷酸酯及甲醛缩合物、白炭黑、聚乙烯醇、有机膨润土、硅酸镁铝、黄原胶中的一种或一种以上。

[0013] 进一步的,所述助剂尤其是选自白炭黑、有机膨润土和三苯乙基苯酚聚氧乙烯醚磷酸酯的组合,所述乳化剂尤其优选为脂肪醇聚氧乙烯醚和蓖麻油聚氧乙烯醚的组合。

[0014] 进一步的,所述助剂白炭黑、有机膨润土和三苯乙基苯酚聚氧乙烯醚磷酸酯的重量份数比为25:12:26。

[0015] 进一步的,所述乳化剂脂肪醇聚氧乙烯醚和蓖麻油聚氧乙烯醚的重量比为31:51。

[0016] 进一步的,所述可分散油悬浮剂的工艺如下:

[0017] 先将溶剂、助剂、乳化剂按比例投入搅拌釜搅拌,再将原药按比例投入,然后剪切混合均匀进入砂磨机砂磨,搅拌后再次砂磨,再次混合后送检,检验合格后包装、入库。

[0018] 进一步的,本发明所需要的农药活性成分和/或辅助成分,均可以通过市售购买得到,其中,噁唑酰草胺原药由江苏富鼎化学有限公司提供,含量为96%,登记证号为PD20181298;二氯喹啉酸由江苏省激素研究所股份有限公司提供,含量为90%,登记证号为PD20081126。

[0019] 进一步的,本发明的可分散油悬浮剂的最优选的配方加工工艺请参考附图1。

[0020] 所述可分散油悬浮剂的生产工艺如下:

[0021] 1、投料,按照先液体后固体的原则;

[0022] 2、搅拌,预混合,搅拌1h左右使物料充分混合;

[0023] 3、充分混合开始砂磨,此步为关键控制点,需悬浮率达到标准要求;

[0024] 4、砂磨后的半成品打至成品釜,并进行循环搅拌1h;

[0025] 5、搅拌循环充分后送检,需噁唑酰草胺、二氯喹啉酸、水分、倾倒性、湿筛试验、分散稳定性、持久起泡性合格;

[0026] 6、分析检测合格分装,不合格重新返工进行重加工;

[0027] 7、计量检测合格分装,不合格重新返工进行重加工,此步为关键控制点;

[0028] 8、以上关键点即分析监控点,需取样分析,合格进入下一工序,不合格则返工处理。

[0029] 与现有技术相比,本发明的含有噁唑酰草胺和二氯喹啉酸的可分散油悬浮剂的有益效果为:

[0030] 1、本发明的噁唑酰草胺和二氯喹啉酸的可分散油悬浮剂质量稳定、悬浮率好;

[0031] 2、本发明的噁唑酰草胺和二氯喹啉酸的可分散油悬浮剂分解率低,药效时间长;

[0032] 3、本发明的噁唑酰草胺和二氯喹啉酸的可分散油悬浮剂同等用量下除草活性高,可以较少农药活性成分使用量,提高防治效果,减少永要次数,降低人工成本。

图1为可分散油悬浮剂加工流程图。

具体实施方式

[0033] 以下结合实施例对本发明进行较为详细的说明,但是,决不能将实施例认为是对本发明的限定,本领域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进行替代,只要不偏离本发明的构思或者超越本发明权利要求所限定的范围,均应属于本发明的保护范围。

[0034] 一、制剂实施例

[0035] 1、实施例1:15%噁唑酰草胺·二氯喹啉酸可分散油悬浮剂(6+9)

噁唑酰草胺	6%
二氯喹啉酸	9%
白炭黑	2.5%
有机膨润土	1.2%
失水山梨醇脂肪酸酯聚氧乙烯醚	2.6%
聚乙二醇单油酸酯	3.1%
蓖麻油聚氧乙烯醚	5.1%
油酸甲酯	余量

[0036] 所述可分散油悬浮剂的制备方法为:先将油酸甲酯、助剂(白炭黑、有机膨润土、失水山梨醇脂肪酸酯聚氧乙烯醚)、乳化剂(聚乙二醇单油酸酯、蓖麻油聚氧乙烯醚)按比例投入搅拌釜搅拌,再将噁唑酰草胺、二氯喹啉酸原药按比例投入,然后剪切混合均匀后进入砂磨机砂磨,搅拌后再次砂磨,再次混合后送检,检验合格后包装,入库。

[0038] 2、实施例2:15%噁唑酰草胺·二氯喹啉酸可分散油悬浮剂(6+9)

噁唑酰草胺	6%
二氯喹啉酸	9%
白炭黑	2.5%
有机膨润土	1.2%
三苯乙基苯酚聚氧乙烯醚磷酸酯	2.6%
脂肪醇聚氧乙烯醚	3.1%
蓖麻油聚氧乙烯醚	5.1%
油酸甲酯	余量

[0039] 所述可分散油悬浮剂的制备方法为:先将油酸甲酯、助剂(白炭黑、有机膨润土、三苯乙基苯酚聚氧乙烯醚磷酸酯)、乳化剂(脂肪醇聚氧乙烯醚、蓖麻油聚氧乙烯醚)按比例投入搅拌釜搅拌,再将噁唑酰草胺、二氯喹啉酸原药按比例投入,然后剪切混合均匀后进入砂磨机砂磨,搅拌后再次砂磨,再次混合后送检,检验合格后包装,入库。

[0041] 3、实施例3:15%噁唑酰草胺·二氯喹啉酸可分散油悬浮剂(5+10)

- | | | |
|--------|-----------------|------|
| | 噁唑酰草胺 | 5% |
| | 二氯喹啉酸 | 10% |
| | 白炭黑 | 2.5% |
| [0042] | 有机膨润土 | 1.2% |
| | 三苯乙炔基苯酚聚氧乙烯醚磷酸酯 | 2.6% |
| | 脂肪醇聚氧乙烯醚 | 3.1% |
| | 蓖麻油聚氧乙烯醚 | 5.1% |
| | 油酸甲酯 | 余量 |
- [0043] 所述可分散油悬浮剂的制备方法与实施例2相同。
- [0044] 4、对比例1:15%噁唑酰草胺·二氯喹啉酸可分散油悬浮剂(6+9)
- | | | |
|--|---------------|-----|
| | 噁唑酰草胺 | 5% |
| | 二氯喹啉酸 | 10% |
| | 二苯基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚 | 3% |
- [0045]
- | | | |
|--|----------------|----|
| | 蓖麻油聚氧乙烯醚 | 3% |
| | 脂肪酰胺 N-甲基牛磺酸钠盐 | 8% |
| | 黄原胶 | 1% |
| | 植矿物质油 | 余量 |
- [0046] 所述制备方法为:先将矿物质油、助剂(黄原胶、脂肪酰胺N-甲基牛磺酸钠盐)、乳化剂(二苯基酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚、蓖麻油聚氧乙烯醚)按比例投入搅拌釜搅拌,再将噁唑酰草胺、二氯喹啉酸原药按比例投入,然后剪切混合均匀后进入砂磨机砂磨,搅拌后再次砂磨,再次混合后送检,检验合格后包装,入库。
- [0047] 二、噁唑酰草胺和二氯喹啉酸质量控制指标各项质量控制指标测定方法:
- [0048] 1、悬浮率的测定:按照GB/T 14825-2006中4.2进行;
- [0049] 2、倾倒性试验:按照GB/T 31737进行;
- [0050] 3、分散稳定性试验:按规定浓度制备分散液,分别置于两刻度乳化管中,直立静置一段时间,再颠倒乳化管数次,观察最初、放置一段时间和重新分散后该分散液的分散性;
- [0051] 4、低温稳定性试验:按照GB/T 19137-2003中2.2进行;
- [0052] 5、热贮稳定性试验:按照GB/T 19136-2003中2.1进行。
- [0053] 表1低温稳定性试验

项目	实施例 1		实施例 2		实施例 3		对比例 1	
	低温前	低温后	低温前	低温后	低温前	低温后	低温前	低温后
[0054] 噁唑酰草胺悬浮率, %	97.4	94.1	97.1	96.1	97.3	93.2	97.1	89.3
二氯喹啉酸悬浮率, %	97.5	93.9	96.3	95.8	97.2	92.1	96.9	90.2
湿筛试验湿筛试验 (通过 75 μ m 试验筛), %	99.3	99.1	99.1	99.0	99.2	99.2	99.1	98.4
分散稳定性	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格	不合格

[0055] 表2热贮稳定性试验

项目	实施例 1			实施例 2			实施例 3			对比例 1		
	热贮前	热贮后	分解率	热贮前	热贮后	分解率	热贮前	热贮后	分解率	热贮前	热贮后	分解率
[0056] 噁唑酰草胺质量分数, %	6	5.94	1%	6	5.97	0.50%	6	5.81	3.33%	6	5.62	6.33%
二氯喹啉酸质量分数, %	9	8.71	3.33%	9	8.79	2.32%	9	8.72	3.11%	9	8.47	5.89%
噁唑酰草胺悬浮率, %	97.6	93.1		97.4	95.2		96.4	93.6		94.1	89.3	
二氯喹啉酸悬浮率, %	97.2	92.8		97.1	93.6		97.1	91.9		93.6	87.5	
湿筛试验 (通过 75 μ m 试验筛), %	99	99		99	99		99	99		99	99	
分散稳定性	合格	合格		合格	合格		合格	合格		合格	一般	

[0057] 三、田间药效试验

[0058] 1、试验名称:15%噁唑酰草胺·二氯喹啉酸可分散油悬浮剂防治水稻直播田一年生禾本科杂草;

[0059] 2、试验作物:直播水稻田;

[0060] 3、防治对象:一年生禾本科杂草;

[0061] 4、作物和栽培品种的选择:作物为水稻,品种为天优998,栽培方式为直播;

[0062] 5、试验对象杂草的选择:试验地禾本科杂草为千金子和稗草,杂草密度较高,分布较均匀;

[0063] 6、栽培条件:土壤为粘壤土,土质好,肥力较高,有机质含量较高,前茬作物为水稻,上茬水稻使用过除草剂,但对现茬水稻无药害影响;

[0064] 7、其他条件:试验设在江西省樟树市洲上乡双塘村,属平原连片传统水稻产区,土壤条件良好,排灌方便,田面耕耙凭证,所有试验小区栽培及水肥管理条件均匀一致,且与本地农业生产实际相符。

[0065] 8、试验药剂:实施例1-3、对比例1的可分散油悬浮剂,设空白对照处理;

[0066] 9、施药方法:茎叶喷雾,施药前一天排田水,使用的施药器械为利农HD400背负式喷雾器,操作压力为5公斤/cm²,喷射速率为1500毫升/分钟。

[0067] 10、调查时间:药后15天、30天各调查一次;

[0068] 11、调查方法:每小区随机选择4个点,每点调查0.25m²,共调查1m²。药后15天调查存活杂草株数,计算株防效。药后30天调查存活杂草株数,计算株防效,并将取样点内的杂草拔出,分别称量鲜重,计算杂草鲜重防效。12、作物的产量和品质:水稻成熟后,分小区进行测产。

[0069]
$$\text{防效}\% = \frac{ck - pt}{ck} \times 100$$

[0070]
$$\text{增产}\% = \frac{pt - ck}{ck} \times 100$$

[0071] Ck pt分别为空白区,施药区药后杂草株数或鲜重或产量。

[0072] 表3不同药剂处理对水稻田杂草的防治效果及增产效果

试验处理	有效成分 用量 (g/公顷)	药后 15 天平均防效		药后 30 天平均防效		增产率
		稗草	千金子	稗草	千金子	
[0073] 实施例 1	250	94.06	92.91	91.13	89.42	37.15
实施例 2	250	98.36	96.13	97.74	95.32	47.63
实施例 3	250	93.71	91.35	89.94	88.26	38.92
对比例 1	270	91.82	89.03	86.17	84.21	35.17

[0074] 由表2可知,本发明的可分散油悬浮剂对水稻田稗草和千金子的防治效果要明显好于对比例1,尤其是实施例2的可分散油悬浮剂,配方合理,持效期长,增产效果也好于其他各个处理。另外,在用药范围内未发现本发明的农药制剂对水稻有药害产生,表明本发明的农药可分散油悬浮剂对作物安全,值得在生产上推广应用。

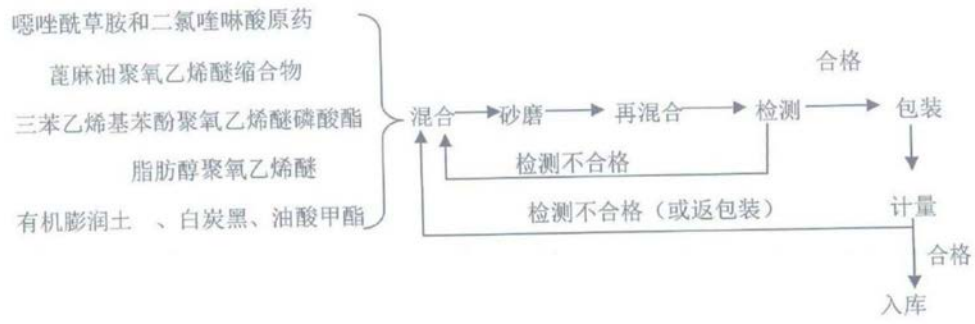


图1