



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107279173 A

(43)申请公布日 2017.10.24

(21)申请号 201710511104.2

(22)申请日 2017.06.29

(71)申请人 山东大农药业有限公司

地址 276000 山东省临沂市莒南县坊前工业园

(72)发明人 何峰 韩继英 滕振远

(74)专利代理机构 济南泉城专利商标事务所  
37218

代理人 季英健

(51) Int. Cl.

A01N 51/00(2006.01)

A01N 25/12(2006.01)

A01N 25/10(2006.01)

A01N 25/00(2006.01)

A01P 7/04(2006.01)

权利要求书1页 说明书5页

(54)发明名称

一种缓释型吡虫啉颗粒剂

(57)摘要

本发明提供了一种缓释型吡虫啉颗粒剂,该药剂缓释效果好、生物活性高,包括吡虫啉、缓释剂及辅料,所述缓释剂在颗粒剂中的质量百分比为10%–50%,所述吡虫啉的在颗粒剂中的质量百分比为0.05%–25%;所述缓释型吡虫啉颗粒剂采用以下方法制备:将吡虫啉与辅料及缓释剂分别研磨过筛,混合均匀后,直接压制成颗粒。本发明的缓释型吡虫啉颗粒剂在防治地下害虫及卫生害虫中缓释效果好、持效期长不需要反复施药。

1. 一种缓释型吡虫啉颗粒剂,其特征在于,包括以下质量百分含量的组分:

吡虫啉	0.05-25%
缓释剂	10%-94.95%
引诱剂	5%-80%
粘结剂	0-20%
填料	0-85%
色素	0-0.5%。

2. 根据权利要求1所述的缓释型吡虫啉颗粒剂,其特征在于,所述缓释剂选自可溶性高分子中的聚乙二醇和聚乙烯吡咯烷酮中的一种或两种和不溶性高分子乙基纤维素的混合;所述乙基纤维素在缓释剂的质量百分比为20-80%;

所述引诱剂选自蔗糖、糊精、山梨醇、淀粉和合成香精中的一种或一种以上;

所述填料选自硅藻土、凹凸棒土、白炭黑、高岭土和碳酸钙中的一种或一种以上。

3. 根据权利要求2所述的缓释型吡虫啉颗粒剂,其特征在于,所述聚乙二醇的平均分子量为600-8000;所述聚乙烯吡咯烷酮为聚乙烯吡咯烷酮K15-K60;所述乙基纤维素为乙基纤维素10-100。

4. 根据权利要求1所述的缓释型吡虫啉颗粒剂,其特征在于,吡虫啉的质量百分含量为0.1-5%;缓释剂的质量百分含量为10%-50%。

5. 根据权利要求1或4任一所述的缓释型吡虫啉颗粒剂,其特征在于,采用以下方法制备:将吡虫啉与辅料及缓释剂分别研磨过筛,混合均匀后,直接压制成颗粒。

6. 一种如权利要求1或4任一所述的缓释型吡虫啉颗粒剂的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 将吡虫啉与辅料及缓释剂分别研磨过筛;

(2) 将过筛后的吡虫啉与辅料及缓释剂混合均匀;

(3) 将步骤(2)的物料压制成颗粒即得缓释型吡虫啉颗粒剂。

7. 根据权利要求7所述的制备方法,其特征在于,步骤(1)中研磨为气流粉碎,过400目筛;步骤(3)颗粒重量为50-1000mg;造粒机的预压压力为5-12kN,主压压力为30-80kN。

8. 一种如权利要求1或4所述任一缓释型吡虫啉颗粒剂作为卫生杀虫剂及防治地下害虫的用途。

## 一种缓释型吡虫啉颗粒剂

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种缓释型吡虫啉颗粒剂,属于农药剂型加工领域。

### 背景技术

[0002] 吡虫啉是世界用量最大的杀虫剂品种之一,属于氯代烟碱类杀虫剂,是烟碱乙酰胆碱受体的作用体,干扰害虫运动神经系统使化学信号传递失灵,主要用于防治刺吸式口器害虫。吡虫啉具有广谱、高效、低毒、低残留,对人、畜、植物安全等特点,速效性好,具有触杀、胃毒和内吸等多重药效。

[0003] 吡虫啉传统用途集中在农业上,地上喷雾使用或地下施药对作物均有较好的效果。近年,地下害虫发生普遍,尤其是在花生、马铃薯、山药、大蒜等经济性农作物及果树、草坪等园艺园林植物上发生面积较大,危害严重;然而在防治中以高毒、高残留的药剂为主,吡虫啉等低毒高效药剂替代高毒药剂用于防治地下害虫成为趋势,颗粒剂因其使用方便成为首选。但是,吡虫啉内吸传导性强,颗粒剂施用后被植物根系快速吸收,防效短,后期防效差的现象突出。近年来,吡虫啉也广泛用于卫生害虫,如白蚁、蟑螂、红火蚁等的防治上。然而由于目前适合剂型少以粉剂、胶饵剂为主,缓释效果差,需要多次反复用药,增加了人力成本。因此,开发一种具有缓释效果、省力化施药的吡虫啉制剂具有重要的现实意义。

### 发明内容

[0004] 本发明针对吡虫啉制剂在防治地下害虫及卫生害虫中缓释效果差、需要反复施药的问题,提供了一种缓释型吡虫啉颗粒剂,该药剂缓释效果好、生物活性高。

[0005] 为实现上述目的,本发明采用如下技术方案。

[0006] 一种缓释型吡虫啉颗粒剂,包括以下质量百分含量的组分:

吡虫啉	0.05-25%
缓释剂	10%-94.95%
引诱剂	5%-80%
粘结剂	0-20%
填料	0-85%
色素	0-0.5%。

[0007] 所述引诱剂选自蔗糖、糊精、山梨醇、淀粉和合成香精中的一种或一种以上;

所述缓释剂选自可溶性高分子中的聚乙二醇和聚乙烯吡咯烷酮中的一种或两种和不溶性高分子乙基纤维素的混合;所述乙基纤维素在缓释剂的质量百分比为20-80%;

所述填料选自硅藻土、凹凸棒土、白炭黑、高岭土和碳酸钙中的一种或一种以上。

[0008] 所述聚乙二醇的平均分子量为600-8000,优选1000-3500;所述聚乙烯吡咯烷酮为聚乙烯吡咯烷酮K15-K60;所述乙基纤维素为乙基纤维素10-100,优选为乙基纤维素10-45。

[0009] 作为优选,所述缓释剂在颗粒剂中的质量百分比为10%-50%;吡虫啉的在颗粒剂中的质量百分比为0.1-5%,优选为0.5-2.5%。

[0010] 所述缓释型吡虫啉颗粒剂采用以下方法制备:将吡虫啉与辅料及缓释剂分别研磨过筛,混合均匀后,直接压制成颗粒。

[0011] 一种上述缓释型吡虫啉颗粒剂的制备方法,包括以下步骤:

- (1)将吡虫啉与辅料及缓释剂分别研磨过筛;
- (2)将过筛后的吡虫啉与辅料及缓释剂混合均匀;
- (3)将步骤(2)的物料压制成颗粒即得缓释型吡虫啉颗粒剂。

[0012] 上述制备方法中,步骤(1)中研磨为气流粉碎,过400目筛;步骤(3)颗粒重量为50-1000mg,优选为100-500mg;造粒机的预压压力为5-12kN,主压压力为30-80kN。

[0013] 一种上述缓释型吡虫啉颗粒剂作为卫生杀虫剂及防治地下害虫的用途。

[0014] 本发明缓释剂中的不溶性高分子乙基纤维素可以阻隔吡虫啉与外界接触减缓释放量,可溶性高分子材料聚乙二醇和聚乙烯吡咯烷酮与空气或土壤中的水接触后可以慢慢溶解,将吡虫啉释放出来;不溶性高分子与可溶性高分子材料两者结合可以达到有效成分吡虫啉缓释的作用,同时缓释剂还能够作为粘结剂,减少添加量或者不需外加粘结剂。本发明中的引诱剂成分可以引诱卫生害虫及地下害虫取食药剂,还可以作为制剂的填料和崩解剂。

[0015] 本发明具有以下有益优点:本发明的缓释型吡虫啉颗粒剂缓释效果好,对有害生物活性高,制备简单。

## 具体实施方式

[0016] 下面结合实施例对本发明做进一步说明,但本发明不受下述实施例的限制。

[0017] 实施例1 2.5%缓释型吡虫啉颗粒剂的制备

由以下重量百分比成分组成:

吡虫啉	2.5%
蔗糖	50%
淀粉	30%
羧甲基纤维素钠	7.4%
聚乙烯基吡咯烷酮K30	8%
乙基纤维素20	2%
诱惑红	0.1%

配制方法:

(1)将吡虫啉、蔗糖、淀粉、羧甲基纤维素钠、聚乙烯基吡咯烷酮K30、乙基纤维素20、分别研磨过400目筛;

(2)将过筛后的淀粉与诱惑红混合均匀,然后加入其它物料混合均匀;

(3)将步骤(2)的物料以12kN预压,再以50kN压制成100mg的颗粒,即得缓释型吡虫啉颗粒剂。

[0018] 实施例2 2%缓释型吡虫啉颗粒剂的制备

由以下重量百分比成分组成:

吡虫啉	2%
蔗糖	3%

淀粉	2%
硅藻土	43%
聚乙二醇3350	15%
乙基纤维素10	35%

配制方法：

(1)将吡虫啉、蔗糖、淀粉、聚乙二醇3350、乙基纤维素10、分别研磨过400目筛；

(2)将过筛后的物料混合均匀；

(3)将步骤(2)的物料以5kN预压,再以60kN压制成1000mg的颗粒,即得缓释型吡虫啉颗粒剂。

#### [0019] 对比例1 2.5%吡虫啉颗粒剂的制备

由以下重量百分比成分组成：

吡虫啉	2.5%
蔗糖	50%
淀粉	27.4%
羟甲基纤维素钠	20%
诱惑红	0.1%

配制方法如实施例1。

#### [0020] 实施例3 生物活性测定

##### 3.1 2.5%缓释型吡虫啉颗粒剂防治蟑螂

参照《GB/T 13917.7-2009 农药登记用卫生杀虫剂室内药效试验及评价 第7部分:饵剂》的方法,进行实施例1中2.5%缓释型吡虫啉颗粒剂及对比例1中2.5%吡虫啉颗粒剂对蟑螂的防效:方箱一角放置颗粒剂,对角放置饲料,中央放置有浸水棉球的培养皿,将30只德国蜚蠊放入方箱,逐日观察失宠死亡情况,将死亡试虫取出、记数,观察至投药后12天,以正常饲料为空白对照,每处理设5次重复。计算死亡率,评价药剂效果。校正死亡率为100%为A级,校正死亡率大于等于90%为B级。在54℃条件下,以350 $\mu$ W/cm<sup>2</sup>强度的紫外线照射两种颗粒剂10min,模拟药剂自然状况下放置6个月,再次进行上述试验,评价药剂效果,试验结果如表1所示。

##### [0021] 表1 2.5%缓释型吡虫啉颗粒剂防治蟑螂

处理	照射前		照射后	
	死亡率%	评级	死亡率%	评级
常规	100	A	98	B
缓释型	100	A	100	A

由上述数据可知,本发明的缓释型吡虫啉颗粒剂可以对吡虫啉进行有效地缓释,延长药剂防治时间。

##### [0022] 3.2 2%缓释型吡虫啉颗粒剂防治花生地下害虫

参照《GB/T 17980.72-2004 农药田间药效试验准则(二) 第72部分:杀虫剂防治旱地地下害虫》中的方法,进行2%缓释型吡虫啉颗粒剂防治花生蛴螬的田间药效试验。播种花生时,颗粒剂随种穴施,每穴2个颗粒;对照药剂采用市售常规2%吡虫啉颗粒剂,每穴2g制剂,

拌土后穴施；空白对照不施药。花生播种后30天，检查出苗情况，计算死棵率；花生收获时，检查荚果受害情况，测产并计算防治效果。结果如表2所示。

[0023] 表2 2%缓释型吡虫啉颗粒剂防治花生地下害虫

处理	出苗	荚果		
	死苗率%	受害率%	防治效果%	增产率%
缓释型	1.2a	1.3a	89.3a	15.7a
常规	1.6a	5.2b	57.0b	7.2b
对照	10.6b	12.1c	-	-

表中同列间不同字母代表 $p < 0.05$ 水平上差异显著。

[0024] 由上表数据可知，与常规2%吡虫啉颗粒剂相比，出苗期间对地下害虫的防治效果无差异；但在收获期，本发明的2%缓释型吡虫啉颗粒剂防治效果显著高于常规产品，具有持效期长，可在整个生长期保护花生不受地下害虫危害。

[0025] 实施例4 0.5%缓释型吡虫啉颗粒剂的制备

由以下重量百分比成分组成：

吡虫啉	0.5%
蔗糖	30%
淀粉	10%
山梨醇	10%
碳酸钙	24.5%
聚乙烯基吡咯烷酮K45	2.5%
聚乙二醇1000	2.5%
乙基纤维素45	20%

配制方法：

(1) 将吡虫啉、蔗糖、淀粉、山梨醇、碳酸钙、聚乙烯基吡咯烷酮K45、聚乙二醇1000、乙基纤维素45分别研磨过400目筛；

(2) 将过筛后的物料混合均匀；

(3) 将步骤(2)的物料以8kN预压，再以70kN压制成200mg的颗粒，即得0.5%缓释型吡虫啉颗粒剂。

[0026] 实施例5 1.5%缓释型吡虫啉颗粒剂的制备

由以下重量百分比成分组成：

吡虫啉	1.5%
蔗糖	20%
淀粉	10%
山梨醇	10%
碳酸钙	34.9%
聚乙烯基吡咯烷酮K15	2%
聚乙二醇1000	13%
乙基纤维素10	10%

玫瑰红 0.1%

配制方法：

(1) 将吡虫啉、蔗糖、淀粉、山梨醇、聚乙烯基吡咯烷酮K15、聚乙二醇1000、乙基纤维素10分别研磨过400目筛；

(2) 将过筛后的淀粉与玫瑰红混合均匀，然后加入其它物料混合均匀；

(3) 将步骤(2)的物料以10kN预压，再以80kN压制成500mg的颗粒，即得1.5%缓释型吡虫啉颗粒剂。