



## (12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106818809 A

(43)申请公布日 2017.06.13

(21)申请号 201611153487.2

A01P 3/00(2006.01)

(22)申请日 2016.12.14

(71)申请人 新昌县奥而特农业科技有限公司

地址 312500 浙江省绍兴市新昌县城南乡  
秦岩村庙前62号

(72)发明人 陈义娜 秦传利

(74)专利代理机构 北京高航知识产权代理有限公司 11530

代理人 赵永强

(51)Int.Cl.

A01N 47/34(2006.01)

A01N 43/76(2006.01)

A01N 43/40(2006.01)

A01N 37/36(2006.01)

A01N 37/02(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

抗植物病原真菌组合物及其制备方法

(57)摘要

一种抗植物病原真菌组合物,其特征在于由以下原料及其重量份数组成:氟吡菌酰胺15-25份、十六酸异丙酯0.01-0.02份、聚甘油-3 蓖麻醇酸酯0.001-0.01份、甲基硫菌灵20-25份、嗜球果伞素A20-30份、乙烯菌核利30-40份。用多种药物从不同角度作用于植物病原真菌,可以对多种病原真菌产生效果,同时,本发明的抗植物病原真菌组合物制作简单,成本低廉,能够大规模生产,具有十分良好的发展前景。

1. 一种抗植物病原真菌组合物,其特征在于由以下原料及其重量份数组成:氟吡菌酰胺15-25份、十六酸异丙酯0.01-0.02份、聚甘油-3 蓖麻醇酸酯0.001-0.01份、甲基硫菌灵20-25份、嗜球果伞素A20-30份、乙烯菌核利30-40份。

2. 根据权利要求1所述的一种抗植物病原真菌组合物,其特征在于:氟吡菌酰胺、甲基硫菌灵、嗜球果伞素、乙烯菌核利纯度大于60%。

3. 根据权利要求1所述的一种抗植物病原真菌组合物,其特征在于其中氟吡菌酰胺需要人工合成,其合成方法如下:

1) 在装有搅拌器和回流冷凝管的500 mL四口反应瓶中加入2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶、氢氧化钾和DMF;在30 °C以下,滴加氰基乙酸乙酯,滴加完毕,加热至70 °C,在此温度反应3 h;然后冷却至室温,加入水,用浓盐酸调节pH值为1~2,有大量黄色固体析出,过滤干燥,得黄色固体;

2) 称取[3-氯-5-(三氟甲基)-2-吡啶基] (氰基) 乙酸乙酯和DMSO加入到的三口反应瓶中,用盐酸调节pH值为2~3,加热至160 °C,在此温度下搅拌16 h。冷却至室温,加入水,用二氯甲烷萃取,水洗,硫酸镁干燥,浓缩得棕黄色液体,减压蒸馏,收集102~106 °C/5mmHg的馏分;

3) 将3-氯-5-(三氟甲基)-2-乙腈基吡啶、冰醋酸和5%的钨碳加入到高压釜中,在室温下通入氢气,使压力达到30 MPa,搅拌反应5 h,过滤除去催化剂,减压浓缩得粗品;

4) 在装有搅拌器、温度计、冷凝管的三口反应瓶中,加入上面得到粗品3-氯-5-(三氟甲基)-2-乙胺基乙酰胺吡啶、37%的浓盐酸;加热回流6 h;冷却,加入L水,用乙酸乙酯萃取,水洗,硫酸镁干燥,浓缩得棕红色油状物;

5) 在装有搅拌器、温度计和回流冷凝管的四口反应瓶中加入3-氯-5-(三氟甲基)-2-乙胺基吡啶、甲苯和无水碳酸钾,在室温下滴加2-三氟甲基苯甲酰氯,滴加完毕,升温至回流反应2 h;冷却至室温,用饱和的碳酸钠溶液中和,分出有机层,水层用甲苯萃取,合并有机层,水洗,硫酸镁干燥,浓缩,残物用异丙基醚洗涤,得淡黄色固体,熔点115~117 °C。

4. 根据权利要求1或2所述的一种抗植物病原真菌组合物,其特征在于将原料按比例混合均匀,即可制得抗植物病原真菌组合物。

5. 根据权利要求1或2所述的一种抗植物病原真菌组合物,其特征在于使用方法为:将组合物制成浓度为1-2‰的水溶液。

6. 根据权利要求1或2所述的一种抗植物病原真菌组合物,其特征在于使用方法为:喷洒量为10-15kg/亩。

## 抗植物病原真菌组合物及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及农药制造领域,尤其是涉及一种抗植物病原真菌组合物及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 真菌病害一直是农业生产中最重要的制约因素之一。虽然抗性品种是防控该类病害的最经济、环保的方法,但在缺少抗性品种或抗性不完整的情况下,使用化学药剂仍将是防控作物真菌病害的主要手段。但是随着杀菌剂的广泛使用,许多问题也随之出现,其中最为主要的是抗药性(resistance)和残留(residue)问题。目前,中国许多地区的小麦赤霉病菌、白粉病菌、水稻稻瘟病菌、黄瓜霜霉

病菌、蔬菜灰霉病菌等对常用杀菌剂的抗性频率已使化学防治效果下降或失败,农户为提高防效盲目加大了杀菌剂用量或将多种药剂混乱使用,这已经成为引起中国农药残留和环境污染的主要根源。

[0003] 在植物真菌病害防治中,杀菌剂发挥着极其重要的作用。不同杀菌剂作用方式、防治效果和防治谱区别较大,根据它们的作用方式可分为保护性和治疗性

2 种。保护性杀菌剂在发病前使用,防治效果相对差,但是防治谱广,且药效不易丧失,多为多位点杀菌剂。治疗性杀菌剂也称为单位点杀菌剂,兼有保护和治疗功能,防治效果较高,但作用靶标单一,防治谱较窄,相对容易丧失药效,一般为单位点杀菌剂。

[0004] 氟吡菌酰胺是具有渗透和经板特性的广谱杀真菌剂,其用于在大范围的不同作物中针对多种经济上重要的植物疾病进行叶面、滴灌、浇灌和种子处理施用。它在针对白粉菌类、灰霉和白霉类的预防性施用中是非常有效的。它具有抵抗许多其它植物疾病的效力。氟吡菌酰胺已在孢子萌发、芽管伸长和菌丝体生长试验中显示出活性。在生物化学水平上,氟吡菌酰胺通过阻断琥珀酸脱氢酶呼吸链中的电子传递来抑制线粒体呼吸(复合物II-SDH抑制剂)。

[0005] 甲基硫菌灵是是20 世纪60、70 年代开发的一大类杀菌剂。这类药剂的作用特点是不抑制孢子萌发,但在低浓度下能显著抑制芽管的伸长及菌丝的生长,且杀菌谱广,对哺乳动物安全点。

[0006] 二甲酰亚胺类杀菌剂具有较高的活性,对孢子萌发和菌丝生长均有抑制作用,同时对哺乳动物也十分温和。

[0007] 啮球果伞素A具有广谱(能有效地防治子囊菌和担子菌真菌及卵菌引起的植物病害)、高效、对环境和非靶标生物友好等特点。该类杀菌剂通过与细胞色素bc1复合物中的Qo位点(线粒体内膜外壁位点)结合,阻止复合物III 中电子从细胞色素b传到细胞色素c1,从而阻止ATP 的产生而干扰病原菌的能量循环。

[0008] 综上,本发明通过结合上述几种杀菌剂的优点,制备出一种对哺乳动物无害的,效果显著的抗植物病原真菌组合物。

## 发明内容

[0009] 本发明的目的在于提供一种抗植物病原真菌组合物制备及其应用,从而解决上述提出的技术问题。

[0010] 为实现上述目的,本发明采用以下方案:

一种抗植物病原真菌组合物,由以下原料及其重量份数组成:氟吡菌酰胺15-25份、十六酸异丙酯0.01-0.02份、聚甘油-3 蓖麻醇酸酯0.001-0.01份、甲基硫菌灵20-25份、嗜球果伞素A20-30份、乙烯菌核利30-40份。

[0011] 优选由以下原料及其重量份数组成:氟吡菌酰胺16份、十六酸异丙酯0.015份、聚甘油-3 蓖麻醇酸酯0.007份、甲基硫菌灵23份、嗜球果伞素A25份、乙烯菌核利35份。

[0012] 其中氟吡菌酰胺需要人工合成,其合成方法如下:

(1)、在装有搅拌器和回流冷凝管的500 mL四口反应瓶中加入2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶43 g(0.2 mol)、氢氧化钾11.3 g(0.2 mol)和200 mL DMF。在30 °C以下,滴加氰基乙酸乙酯22.6 g(0.2 mol),滴加完毕,加热至70 °C,在此温度反应3 h。然后冷却至室温,加入200 mL水,用浓盐酸调节pH值为1~2,有大量黄色固体析出,过滤干燥,得黄色固体52.8 g,收率90.3%。

[0013] (2)、称取[3-氯-5-(三氟甲基)-2-吡啶基](氰基)乙酸乙酯58.5 g(0.2 mol)和100 mL DMSO加入到250 mL的三口反应瓶中,用盐酸调节pH值为2~3,加热至160 °C,在此温度下搅拌16 h。冷却至室温,加入200 mL水,用二氯甲烷萃取,水洗,硫酸镁干燥,浓缩得棕黄色液体,减压蒸馏,收集102~106 °C/5mmHg的馏分39.7 g,收率90%。

[0014] (3)、将44.1 g(0.2 mol) 3-氯-5-(三氟甲基)-2-乙腈基吡啶、200 mL冰醋酸和5.0 g 5%的钨碳加入到高压釜中,在室温下通入氢气,使压力达到30 MPa,搅拌反应5 h,过滤除去催化剂,减压浓缩得粗品38.9 g,收率73%,产品不用

精制,直接用于下面反应。

[0015] (4)、在装有搅拌器、温度计、冷凝管的250 mL三口反应瓶中,加入上面得到粗品3-氯-5-(三氟甲基)-2-乙腈基乙酰胺吡啶38.9 g(0.146 mol)、37%的浓盐酸100 mL。加热回流6 h。冷却,加入200 mL水,用乙酸乙酯萃取,水洗,硫

酸镁干燥,浓缩得棕红色油状物30.0 g,收率91.5%。

[0016] (5)、在装有搅拌器、温度计和回流冷凝管的250 mL四口反应瓶中加入3-氯-5-(三氟甲基)-2-乙腈基吡啶48.9 g(0.2 mol)、甲苯150 mL和无水碳酸钾30.36 g(0.22 mol),在室温下滴加2-三氟甲基苯甲酰氯41.70 g(0.2 mol),滴加完毕,升温至回流反应2 h。冷却至室温,用饱和的碳酸钠溶液中和,分出有机层,水层用甲苯萃取,合并有机层,水洗,硫酸镁干燥,浓缩,残物用异丙基醚洗涤,得淡黄色固体64.2 g,收率81.0%,熔点115~117 °C,含量95.8%,收率80%。

[0017] 将上述原料按比例混合均匀,即可制得抗植物病原真菌组合物。

[0018] 上述抗植物病原真菌组合物使用方法为:将组合物制成浓度为1-2‰的水溶液,喷洒量为10-15kg/亩。

[0019] 与现有技术相比,本发明的优点为:用多种药物从不同角度作用于植物病原真菌,可以对多种病原真菌产生效果,同时,本发明的抗植物病原真菌组合物制作简单,成本低

廉,能够大规模生产,具有十分良好的发展前景。

### 具体实施方式

#### [0020] 实施例1

一种抗植物病原真菌组合物,由以下原料及其重量份数组成:氟吡菌酰胺16份、甲基硫菌灵23份、嗜球果伞素A25份、乙烯菌核利35份。

#### [0021] 实施例2

一种抗植物病原真菌组合物,由以下原料及其重量份数组成:氟吡菌酰胺17份、甲基硫菌灵22份、嗜球果伞素A26份、乙烯菌核利34份。

#### [0022] 实施例3

一种抗植物病原真菌组合物,由以下原料及其重量份数组成:氟吡菌酰胺16份、甲基硫菌灵23份、嗜球果伞素A25份、乙烯菌核利35份。

[0023] 上述原料按比例混合均匀,即可制得抗植物病原真菌组合物。

#### [0024] 实施例4

一种抗植物病原真菌组合物,由以下原料及其重量份数组成:氟吡菌酰胺17份、甲基硫菌灵22份、嗜球果伞素A26份、乙烯菌核利34份。

[0025] 上述原料按比例混合均匀,即可制得抗植物病原真菌组合物。少量的十六酸异丙酯、聚甘油-3 蓖麻醇酸酯混合后,能与氟吡菌酰胺、嗜球果伞素等物质协同,起到一定的抑菌杀菌作用。

[0026] 将上述两种实施方式与不喷洒该抗植物病原真菌组合物的感染水稻稻瘟病菌的稻田作对比试验:将感染水稻稻瘟病菌的水稻田平均分为3组,每组10亩,分别喷洒实施例1中的组合物、实施例2中的组合物、等量的水。实验时间为100天,统计结果,如图表所示:

	生长情况	产量(kg/亩)
实施例1	长势良好,无病菌感染	263
实施例2	长势良好,无病菌感染	259
对照组	大面积枯萎	0

由上图表可知,在对感染水稻稻瘟病菌的水稻田使用抗植物病原真菌组合物后,水稻疫情恢复到完全健康状态,产量正常,这说明本发明的抗植物病原真菌组合物对植物病原真菌具有十分显著的治疗作用。

[0027] 上述说明并非对本发明的限制,本发明也并不限于上述举例。本技术领域的普通技术人员在本发明的实质范围内,作出的变化、改型、添加或替换,也应属于本发明的保护范围。