



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106857646 A

(43)申请公布日 2017.06.20

(21)申请号 201611202591.6

(22)申请日 2016.12.23

(71)申请人 孙华飞

地址 241200 安徽省芜湖市繁昌县新港镇  
街道解放路448号

(72)发明人 牧成林

(74)专利代理机构 安徽合肥华信知识产权代理  
有限公司 34112

代理人 方峥

(51)Int.Cl.

A01N 57/16(2006.01)

A01N 43/90(2006.01)

A01N 25/04(2006.01)

A01P 7/02(2006.01)

A01P 7/04(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种不产生抗药性的甲氨基阿维菌素苯甲  
酸盐杀螨悬浮剂及其制备方法

(57)摘要

一种不产生抗药性的甲氨基阿维菌素苯甲  
酸盐杀螨悬浮剂,其特征在于,其由如下的原料  
制备而成:甲氨基阿维菌素、甲醇、磷酸溶液、甲  
苯、乙酸异丙酯、N-异丙基丙烯酰胺、苯甲酸、正  
己烷、米尔贝霉素、二氯甲烷、氯化铁、亚硝酸钠、  
氮氧自由基哌啶醇、75%的乙醇水溶液、正庚烷、  
二氧六环、壳聚糖、乙酸、油酸三乙醇胺、液体石  
蜡、正硅酸乙酯、十六烷基三甲基溴化铵、蓖麻油  
聚酯乙烯醚、三唑磷、去离子水适量。本发明的杀  
螨悬浮剂可高效引诱螨虫,有效杀灭螨虫,具有  
优良的增效作用,减少了杀螨剂的田间用药量,  
能够有效减少农药残留和对有益生物的危害,同  
时降低防治成本和减轻对环境的污染。

1. 一种不产生抗药性的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐杀螨悬浮剂, 其特征在于, 其由如下重量份的原料制备而成: 甲氨基阿维菌素6-8份、甲醇120-150份、磷酸溶液30-40份、甲苯200-250份、乙酸异丙酯60-70份、N-异丙基丙烯酰胺2-3份、苯甲酸12-15份、正己烷180-200份、米尔贝霉素4-5份、二氯甲烷60-80份、氯化铁5-6份、亚硝酸钠5-6份、氮氧自由基哌啶醇0.5-1份、75%的乙醇水溶液40-50份、正庚烷80-100份、二氧六环20-25份、壳聚糖18-20份、乙酸4-5份、油酸三乙醇胺2-3份、液体石蜡80-100份、正硅酸乙酯4-5份、十六烷基三甲基溴化铵0.5-1份、蓖麻油聚酯乙烯醚2-3份、三唑磷3-4份、去离子水适量。

2. 根据权利要求书1所述的不产生抗药性的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐杀螨悬浮剂, 其特征在于, 其由如下步骤制备而成:

(1) 在室温下, 将甲氨基阿维菌素加入2/3的甲醇中, 搅拌至完全溶解, 缓慢滴加磷酸溶液与剩余的甲醇配置的混合溶液, 滴加完毕后继续混合搅拌1-2h; 加入1/2的甲苯, 继续混合搅拌1-2h, 将其转移至冰水浴中, 继续混合搅拌5-6h, 离心分离, 沉淀采用预先冷却至0°C的剩余的甲苯洗涤2-3次, 真空干燥; 将真空干燥后的产物加入到相当于甲氨基阿维菌素重量份3-4倍的去离子水中, 搅拌使其溶解, 加入乙酸异丙酯, 调节体系PH为8-9, 混合搅拌30-40min后静置3-4h, 分离有机相; 将N-异丙基丙烯酰胺加入到有机相中, 搅拌使其充分溶解, 室温下加入苯甲酸, 混合搅拌反应5-6h, 缓慢滴加1/2的正己烷, 滴加完毕后继续混合搅拌反应4-5h, 过滤, 滤饼用剩余的正己烷洗涤2-3次, 真空干燥, 得到甲氨基阿维菌素苯甲酸盐;

(2) 将米尔贝霉素加入到二氯甲烷中, 混合搅拌均匀, 加入氯化铁和亚硝酸钠, 继续混合搅拌20-30min, 加入氮氧自由基哌啶醇, 40-45°C恒温搅拌5-6h, 过滤, 滤液在35-40°C减压蒸馏进行浓缩, 75%的乙醇水溶液溶解浓缩物, 用正庚烷萃取2-3次, 将正庚烷相减压蒸馏浓缩, 备用;

(3) 将步骤(1)的产物、步骤(2)的产物加入到二氧六环中, 混合搅拌均匀后, 与壳聚糖一起加入到乙酸和相当于乙酸重量份30-35倍的去离子水配置的溶液中, 混合搅拌均匀后, 加入到油酸三乙醇胺和液体石蜡配置的溶液, 在50-55°C水浴锅中以2200-2500转/min的转速恒温快速搅拌25-30min, 形成白色乳状液, 通氮气20-30min, 再加入正硅酸乙酯, 65-70°C继续搅拌5-6h, 用去离子水洗涤2-3次, 离心分离, 60-65°C真空干燥箱中干燥20-24h, 得到负载甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的壳聚糖缓释微球;

(4) 将步骤(3)的产物、十六烷基三甲基溴化铵加入到相当于步骤(3)的产物重量份15-20倍的去离子水中, 超声分散30-40min, 加入蓖麻油聚酯乙烯醚、三唑磷, 以800-1000转/min的转速搅拌25-30min, 得到不产生抗药性的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐杀螨悬浮剂。

3. 根据权利要求书1、2所述的不产生抗药性的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐杀螨悬浮剂, 其特征在于, 所述的磷酸溶液的浓度为0.5-0.6mol/L。

## 一种不产生抗药性的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐杀螨悬浮剂及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于农业农药领域,具体涉及一种不产生抗药性的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐杀螨悬浮剂及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 当前主要采用化学农药防治农业病虫害,但随着时间的推移,化学农药的弊端逐渐暴露出来,尤其值得关注的是农药残留、害虫的再猖獗与抗性等问题,这些问题促使人们开始寻找化学农药的替代品。阿维菌素是抗生素类杀虫杀螨剂,属于生物源杀虫剂,与化学农药杀虫剂不同的是,阿维菌素主要通过干扰害虫神经生理活动,刺激释放 $\gamma$ -氨基丁酸,而氨基丁酸对节肢动物的神经传导有抑制作用,螨类成虫、若虫和昆虫幼虫与阿维菌素接触后即出现麻痹症状,不活动、不取食,2~4天后死亡。阿维菌素对捕食性昆虫和寄生天敌虽有直接接触杀作用,但因植物表面残留少,因此对益虫的损伤很小。阿维菌素在土内被土壤吸附不会移动,并且能被微生物分解,因而在环境中无累积作用。由于不引起昆虫迅速脱水,阿维菌素致死作用较为缓慢。

[0003] 作者陈福良在《含有机硅助剂的阿维菌素微乳剂的研制》一文中,以7%的阿维菌素、6%的环己酮、4%的二甲基亚砷、5%的有机硅助剂Silwet408和余量为水,制得阿维菌素微乳剂;添加有机硅助剂不仅能较大地降低药液的表面张力和提高药液在叶片表面的润湿、展着能力,增大药液的扩展面积,而且能使药液进入隐密的害虫藏匿处,并促进植物叶面对有效成分的吸收及进入表皮,延长其持效期;但是该微乳剂中有效成分只是单一的阿维菌素,其杀虫杀螨效率不高,而且致死作用缓慢。

### 发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种高效且持久的不产生抗药性的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐杀螨悬浮剂及其制备方法。

[0005] 为了实现上述目的,本发明采用如下技术方案:

一种不产生抗药性的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐杀螨悬浮剂,其特征在于,其由如下重量份的原料制备而成:甲氨基阿维菌素6-8份、甲醇120-150份、磷酸溶液30-40份、甲苯200-250份、乙酸异丙酯60-70份、N-异丙基丙烯酰胺2-3份、苯甲酸12-15份、正己烷180-200份、米尔贝霉素4-5份、二氯甲烷60-80份、氯化铁5-6份、亚硝酸钠5-6份、氮氧自由基哌啶醇0.5-1份、75%的乙醇水溶液40-50份、正庚烷80-100份、二氧六环20-25份、壳聚糖18-20份、乙酸4-5份、油酸三乙醇胺2-3份、液体石蜡80-100份、正硅酸乙酯4-5份、十六烷基三甲基溴化铵0.5-1份、蓖麻油聚酯乙烯醚2-3份、三唑磷3-4份、去离子水适量。

[0006] 所述的不产生抗药性的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐杀螨悬浮剂,其特征在于,其由如下步骤制备而成:

(1) 在室温下,将甲氨基阿维菌素加入2/3的甲醇中,搅拌至完全溶解,缓慢滴加磷酸溶

液与剩余的甲醇配置的混合溶液,滴加完毕后继续混合搅拌1-2h;加入1/2的甲苯,继续混合搅拌1-2h,将其转移至冰水浴中,继续混合搅拌5-6h,离心分离,沉淀采用预先冷却至0℃的剩余的甲苯洗涤2-3次,真空干燥;将真空干燥后的产物加入到相当于甲氨基阿维菌素重量份3-4倍的去离子水中,搅拌使其溶解,加入乙酸异丙酯,调节体系PH为8-9,混合搅拌30-40min后静置3-4h,分离有机相;将N-异丙基丙烯酰胺加入到有机相中,搅拌使其充分溶解,室温下加入苯甲酸,混合搅拌反应5-6h,缓慢滴加1/2的正己烷,滴加完毕后继续混合搅拌反应4-5h,过滤,滤饼用剩余的正己烷洗涤2-3次,真空干燥,得到甲氨基阿维菌素苯甲酸盐;

(2) 将米尔贝霉素加入到二氯甲烷中,混合搅拌均匀,加入氯化铁和亚硝酸钠,继续混合搅拌20-30min,加入氮氧自由基哌啶醇,40-45℃恒温搅拌5-6h,过滤,滤液在35-40℃减压蒸馏进行浓缩,75%的乙醇水溶液溶解浓缩物,用正庚烷萃取2-3次,将正庚烷相减压蒸馏浓缩,备用;

(3) 将步骤(1)的产物、步骤(2)的产物加入到二氧六环中,混合搅拌均匀后,与壳聚糖一起加入到乙酸和相当于乙酸重量份30-35倍的去离子水配置的溶液中,混合搅拌均匀后,加入到油酸三乙醇胺和液体石蜡配置的溶液,在50-55℃水浴锅中以2200-2500转/min的转速恒温快速搅拌25-30min,形成白色乳状液,通氮气20-30min,再加入正硅酸乙酯,65-70℃继续搅拌5-6h,用去离子水洗涤2-3次,离心分离,60-65℃真空干燥箱中干燥20-24h,得到负载甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的壳聚糖缓释微球;

(4) 将步骤(3)的产物、十六烷基三甲基溴化铵加入到相当于步骤(3)的产物重量份15-20倍的去离子水中,超声分散30-40min,加入蓖麻油聚酯乙烯醚、三唑磷,以800-1000转/min的转速搅拌25-30min,得到不产生抗药性的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐杀螨悬浮剂。

[0007] 所述的不产生抗药性的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐杀螨悬浮剂,其特征在于,所述的磷酸溶液的浓度为0.5-0.6mol/L。

[0008] 本发明的有益效果为:

本发明以甲氨基阿维菌素苯甲酸盐为主杀螨剂,相比于阿维菌素母体,其对鳞翅目昆虫幼虫的活性普遍提高,尤其是对螨虫的防治是阿维菌素的6倍,且不会产生抗性;甲氨基阿维菌素苯甲酸盐属于生物源农药,以其独特的作用机制、不易残留、能被生物降解、安全、环保等优点,符合发展无公害果蔬、绿色食品的要求;本发明添加米尔贝霉素,与甲氨基阿维菌素苯甲酸盐协同作用,不仅能够对来自不同产地、不同种类的螨虫其作用,而且对于已经产生抗药性的螨虫也起作用;本发明采用壳聚糖包裹阿维菌素,并采用正硅酸乙酯对壳聚糖交联,得到缓释微球,不仅能缓慢释放药剂,延长了药剂的使用寿命,可以显著降低其在贮存中分解率,而且壳聚糖能促进药剂经叶片气孔迅速被植物吸收,进一步增加杀螨效果;本发明的杀螨悬浮剂可高效引诱螨虫,有效杀灭螨虫,具有优良的增效作用,减少了杀螨剂的田间用药量,能够有效减少农药残留和对有益生物的危害,同时降低防治成本和减轻对环境的污染。

### 具体实施方式

[0009] 本实施例的不产生抗药性的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐杀螨悬浮剂,其由如下重量份的原料制备而成:甲氨基阿维菌素8份、甲醇150份、磷酸溶液40份、甲苯250份、乙酸异丙

酯70份、N-异丙基丙烯酰胺3份、苯甲酸15份、正己烷200份、米尔贝霉素5份、二氯甲烷80份、氯化铁6份、亚硝酸钠6份、氮氧自由基哌啶醇0.5份、75%的乙醇水溶液50份、正庚烷100份、二氧六环20份、壳聚糖20份、乙酸4-5份、油酸三乙醇胺3份、液体石蜡100份、正硅酸乙酯5份、十六烷基三甲基溴化铵1份、蓖麻油聚酯乙烯醚3份、三唑磷4份、去离子水适量。

[0010] 本实施例的不产生抗药性的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐杀螨悬浮剂,其由如下步骤制备而成:

(1) 在室温下,将甲氨基阿维菌素加入2/3的甲醇中,搅拌至完全溶解,缓慢滴加磷酸溶液与剩余的甲醇配置的混合溶液,滴加完毕后继续混合搅拌2h;加入1/2的甲苯,继续混合搅拌2h,将其转移至冰水浴中,继续混合搅拌6h,离心分离,沉淀采用预先冷却至0℃的剩余的甲苯洗涤3次,真空干燥;将真空干燥后的产物加入到相当于甲氨基阿维菌素重量份4倍的去离子水中,搅拌使其溶解,加入乙酸异丙酯,调节体系PH为8-9,混合搅拌40min后静置4h,分离有机相;将N-异丙基丙烯酰胺加入到有机相中,搅拌使其充分溶解,室温下加入苯甲酸,混合搅拌反应6h,缓慢滴加1/2的正己烷,滴加完毕后继续混合搅拌反应4-5h,过滤,滤饼用剩余的正己烷洗涤3次,真空干燥,得到甲氨基阿维菌素苯甲酸盐;

(2) 将米尔贝霉素加入到二氯甲烷中,混合搅拌均匀,加入氯化铁和亚硝酸钠,继续混合搅拌30min,加入氮氧自由基哌啶醇,45℃恒温搅拌5-6h,过滤,滤液在40℃减压蒸馏进行浓缩,75%的乙醇水溶液溶解浓缩物,用正庚烷萃取3次,将正庚烷相减压蒸馏浓缩,备用;

(3) 将步骤(1)的产物、步骤(2)的产物加入到二氧六环中,混合搅拌均匀后,与壳聚糖一起加入到乙酸和相当于乙酸重量份35倍的去离子水配置的溶液中,混合搅拌均匀后,加入到油酸三乙醇胺和液体石蜡配置的溶液,在55℃水浴锅中以2500转/min的转速恒温快速搅拌30min,形成白色乳状液,通氮气30min,再加入正硅酸乙酯,70℃继续搅拌6h,用去离子水洗涤3次,离心分离,65℃真空干燥箱中干燥24h,得到负载甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的壳聚糖缓释微球;

(4) 将步骤(3)的产物、十六烷基三甲基溴化铵加入到相当于步骤(3)的产物重量份20倍的去离子水中,超声分散40min,加入蓖麻油聚酯乙烯醚、三唑磷,以1000转/min的转速搅拌30min,得到不产生抗药性的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐杀螨悬浮剂。

[0011] 试验方法:从田间捉来菜青虫、食心虫、蔬菜蚜虫、稻飞虱、螨虫各200只,每种害虫单独放在塑料盆中,每个塑料盆中放入等量的菜叶2片,将本实施例的杀螨悬浮剂用水稀释500倍,然后将稀释后的杀螨悬浮剂均匀喷洒在塑料盆中,喷洒时翻动菜叶,使其全面着药,塑料盆底无药液存留,然后用纱布将塑料盆盖住封好,然后统计喷药后24h和48h的害虫死亡率。

[0012] 试验结果:

	喷药24h后死亡率	喷药48h后死亡率
菜青虫	79.6%	89.5%
食心虫	81.1%	90.1%
蔬菜蚜虫	81.5%	90.4%
稻飞虱	81.4%	89.7%
螨虫	94.6%	100%