



## (12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107372516 A

(43)申请公布日 2017.11.24

(21)申请号 201710616294.4

(22)申请日 2017.07.26

(71)申请人 南通功成精细化工有限公司

地址 226407 江苏省南通市如东县洋口化工园黄海五路

(72)发明人 黄昌建 姚志牛

(51)Int.Cl.

A01N 43/40(2006.01)

A01N 57/14(2006.01)

A01N 63/00(2006.01)

A01N 43/90(2006.01)

A01N 25/08(2006.01)

A01N 25/12(2006.01)

A01P 7/04(2006.01)

权利要求书2页 说明书9页

### (54)发明名称

一种卫生杀虫颗粒剂及其制备方法

### (57)摘要

本发明涉及一种卫生杀虫颗粒剂及其制备方法,包括以下重量份的各组分:活性成分A0.1-10%,活性成分B0.1-40%,溶剂0.2-20%,乳化剂0.1-5.0%,分散剂0.1-5.0%,缓释型成膜剂0.1-5.0%,速释型成膜剂0.1-5.0%,吸附剂0.1-10%,多孔性载体补足至100%。所述活性成分A为缓效型药剂苏云金杆菌以色列亚种Bti或吡丙醚;所述活性成分B为选自下组的速效性神经毒性药剂倍硫磷、双硫磷、毒死蜱、甲基嘧啶磷、阿维菌素、伊维菌素、甲氨基阿维菌素苯甲酸盐;所述活性成分A用于吸附在多孔性载体内,活性成分B包裹在多孔性载体外;所述缓释型成膜剂为疏水性高分子聚合物;所述速释型成膜剂为水溶性高分子聚合物。本发明选择的特定缓释型成膜剂、速释型成膜剂,特别进一步以特定比例复配的复合缓释型成膜剂、复合速释型成膜剂与相应的杀虫活性成分具有优良的相容性,能够起到更好的速释和缓释效果。

1. 一种卫生杀虫颗粒剂,其特征在于,所述颗粒剂由按重量计的如下组分组成:

活性成分A	0.1-10%
活性成分B	0.1-10%
溶剂	0.2-20%
乳化剂	0.1-5.0%
分散剂	0.1-5.0%
缓释型成膜剂	0.1-5.0%
速释型成膜剂	0.1-5.0%
吸附剂	0.1-10%
多孔性载体	补足至100%

所述活性成分A为缓效型药剂苏云金杆菌以色列亚种Bti或吡丙醚;所述活性成分B为选自下组的速效性神经毒性药剂倍硫磷、双硫磷、毒死蜱、甲基嘧啶磷、阿维菌素、伊维菌素、甲氨基阿维菌素苯甲酸盐;所述活性成分A用于吸附在多孔性载体内,活性成分B包裹在多孔性载体外;

所述缓释型成膜剂为疏水性高分子聚合物;其选自聚醋酸乙烯酯、聚丙烯酸丁酯、苯乙烯/醋酸乙烯酯共聚物、苯乙烯/醋酸乙烯酯/丙烯酸丁酯共聚物、苯乙烯/丙烯酰胺/丙烯酸丁酯共聚物中的一种或几种;

所述速释型成膜剂为水溶性高分子聚合物;其选自羟乙基纤维素、预糊化淀粉、羧甲基淀粉钠、阿拉伯胶、聚乙烯醇中的一种或几种。

2. 根据权利要求1所述的颗粒剂,其特征在于,所述活性成分B为倍硫磷、双硫磷或伊维菌素。

3. 根据权利要求1所述的颗粒剂,其特征在于,所述缓释型成膜剂为聚醋酸乙烯酯、苯乙烯/醋酸乙烯酯/丙烯酸丁酯共聚物或苯乙烯/丙烯酰胺/醋酸乙烯酯共聚物中的一种或两种。

4. 根据权利要求3所述的颗粒剂,其特征在于,所述缓释型成膜剂为重量比为1:2-4的聚醋酸乙烯酯和苯乙烯/丙烯酰胺/丙烯酸丁酯共聚物的复合缓释型成膜剂。

5. 根据权利要求1所述的颗粒剂,其特征在于,所述速释型成膜剂为阿拉伯胶、羧甲基淀粉钠、聚乙烯醇中的一种或几种。

6. 根据权利要求5所述的颗粒剂,其特征在于,所述速释型成膜剂为重量比1:1-3的羧甲基淀粉钠和聚乙烯醇的复合速释型成膜剂。

7. 根据权利要求1所述的颗粒剂,其特征在于,所述多孔性载体选自具有较好吸附性能的凹凸棒颗粒、火山岩颗粒、红砖颗粒、煤矸石颗粒、麦饭石颗粒、沸石颗粒、玉米芯颗粒、核桃壳颗粒中的一种或几种。

8. 根据权利要求7所述的颗粒剂,其特征在于,所述多孔性载体为凹凸棒颗粒、火山岩颗粒、玉米芯颗粒中的任一种。

9. 根据权利要求1至8任一所述颗粒剂的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

a、吸附内核的制备:按配方比例将活性成分A溶于0.1-10重量%的溶剂中,再加入0.05-2.5重量%的乳化剂和0.05-2.5重量%的分散剂搅匀,然后将上述液体加入多孔性载体中充分吸附,再加入缓释型成膜剂在滚筒造粒机中充分滚动包衣,烘干得缓释型内核颗粒备用;

b、速效性药剂包衣：按配方比例将活性成分B与剩余溶剂、乳化剂、分散剂充分混匀，用所述吸附剂吸附成粉末然后与速释型成膜剂充分混匀，再次在滚筒造粒机中与上述烘干缓释型内核颗粒充分滚动包衣；

c、再次烘干或晾干即得所述颗粒剂。

10. 根据权利要求1至8任一所述颗粒剂杀灭卫生害虫的用途，所述卫生害虫为孑孓或蝇蛆。

## 一种卫生杀虫颗粒剂及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种卫生杀虫剂领域,特别地涉及一种卫生杀灭蚊蝇幼虫的组合物及其应用。

### 背景技术

[0002] 苏云金杆菌以色列亚种(Bti)是研究时间较早、研究内容较深、应用范围较广的一种苏云金杆菌亚种,它作为生物杀蚊剂被广泛用于蚊、蝇数量的控制。Bti是一种革兰氏阳性能形成芽孢的好氧杆菌,它能产生一种晶体蛋白,当被幼虫摄食后变成毒蛋白,毒蛋白通过结合上皮细胞细胞壁上的特殊受体,导致细胞膜穿孔,最后致死,此外,它还可以分泌苏云金素、外毒素、几丁质酶等多种活性成分,作用位点非常多,不会产生抗药性。

[0003] 保幼激素类似物吡丙醚,其具体作用机制目前还不是很了解,但其具有高效、安全、持效期长的特点,可以干扰蜕皮和繁殖,彻底阻断幼虫的羽化,几乎没有抗药性。

[0004] 有机磷类杀虫剂倍硫磷、双硫磷、毒死蜱、甲基嘧啶磷是乙酰胆碱酯酶抑制剂,大环内酯类杀虫剂阿维菌素、伊维菌素、甲氨基阿维菌素苯甲酸盐是 $\gamma$ -氨基丁酸抑制剂,二者都是神经毒剂,作用速度较快,可以在24h内抑制幼虫的活动并很快死亡。

[0005] 长期以来,防治卫生蚊蝇幼虫的剂型主要为单剂的颗粒剂、乳油、水乳剂、可湿性粉剂等较为单一的制剂类型,单独使用有机磷类杀虫剂或大环内酯类杀虫剂,虽然杀虫速度较快,但存在持效期短,抗药性发展很快的缺点;而单独使用昆虫生长调节剂虽然持效期较长,抗药性低,但不能快速降低虫口密度。

[0006] 在颗粒剂部分,现有技术也不乏涉及两层设置的颗粒剂,其中CN201510456298.1公开了一种缓控释农药颗粒剂,其结构上包括内外两层结构,其核心部分是缓释颗粒,以及包覆在缓释层外的快速释放层,农药活性成分为有机磷类、烟碱类等,其先将农药活性成分包裹在缓释核层(直径1.2-2mm),随后采用剩余物料将缓释核层抛圆形成快速释放层(层厚0.3-0.5mm),即在该现有技术中,并未区分不同释放层的活性成分,更为对不同释放层控制释放速度选用不同的缓释成膜剂。CN201610353235.8公开了一种缓释农药颗粒剂及其制备方法,其共设置3层有效成分层,各层农药活性成分可相同或不同,各层采用不同交联剂,第一层交联剂为水溶性高分子聚合物如聚乙烯吡咯烷酮,第二层交联剂为纤维素或纤维素盐如羧甲基纤维素钠、羧乙基纤维素、甲基纤维素等,第三层交联剂为硼砂,各层通过采用不同的交联剂及设置合适的配比,来促进农药活性成分的释放,最终达到速效、中效和长效释放。

[0007] 可以看出,现有技术中虽然涉及在颗粒剂中存在速释和缓释层,然而并不关注各释放层中的使用何种活性成分,更未关注针对不同活性成分,采用不同的助剂。

[0008] 申请人长期研究发现,将不同的速效性药剂和缓效型药剂与各自相适应的特定的成膜剂配合,同时复配在颗粒剂中,使速效性药剂可以更快速的发挥速杀效果,降低用药量,快速降低重口密度;缓效型药剂则更长时间的发挥缓释效果,彻底杀灭残留幼虫或阻断其羽化,降低有机磷类杀虫剂或大环内酯类杀虫剂的抗药性发展,且施药方便,实现更为理想

的杀虫效果。

### 发明内容

[0009] 本发明的目的在于提供一种克服现有技术的不足,提供一种根据需要能同时达到速释效果和缓释效果的卫生杀虫颗粒剂,实现同时快速杀灭蚊蝇幼虫以降低虫口密度,以及长效抑制幼虫生长,彻底杀灭残留幼虫或阻止其羽化,降低抗药性的效果。

[0010] 为实现本发明的目的,本发明提供一种卫生杀虫颗粒剂,其特征在于,所述颗粒剂由按重量计的如下组分组成:

活性成分A	0.1-10%
活性成分B	0.1-10%
溶剂	0.2-20%
乳化剂	0.1-5.0%
分散剂	0.1-5.0%
缓释型成膜剂	0.1-5.0%
速释型成膜剂	0.1-5.0%
吸附剂	0.1-10%
多孔性载体	补足至100%

所述活性成分A为缓效型药剂苏云金杆菌以色列亚种Bti或吡丙醚;所述活性成分B为选自下组的速效性神经毒性药剂倍硫磷、双硫磷、毒死蜱、甲基嘧啶磷、阿维菌素、伊维菌素、甲氨基阿维菌素苯甲酸盐;所述活性成分A用于吸附在多孔性载体内,活性成分B包裹在多孔性载体外;

所述缓释型成膜剂为疏水性高分子聚合物;其选自成膜性好,缓释型能优异,粘度适宜,成膜牢固性强的:聚醋酸乙烯酯、聚丙烯酸丁酯、苯乙烯/醋酸乙烯酯共聚物、苯乙烯/醋酸乙烯酯/丙烯酸丁酯共聚物、苯乙烯/丙烯酰胺/丙烯酸丁酯共聚物中的一种或几种;

所述速释型成膜剂为水溶性高分子聚合物;其选自成膜性好,崩解性能优异,粘度适宜,成膜牢固性强的:羟乙基纤维素、预糊化淀粉、羧甲基淀粉钠、阿拉伯胶、聚乙烯醇中的一种或几种。

[0011] 优选地,活性成分B为倍硫磷、双硫磷或伊维菌素;

优选地,缓释型成膜剂为聚醋酸乙烯酯、苯乙烯/醋酸乙烯酯/丙烯酸丁酯共聚物或苯乙烯/丙烯酰胺/醋酸乙烯酯共聚物中的一种或两种;更优选地,缓释型成膜剂为重量比为1:2-4的聚醋酸乙烯酯和苯乙烯/丙烯酰胺/丙烯酸丁酯共聚物的复合缓释型成膜剂,更优选二者的重量比为1:3。

[0012] 优选地,速释型成膜剂为阿拉伯胶、羧甲基淀粉钠、聚乙烯醇中的一种或几种;更优选地,所述速释型成膜剂为重量比1:1-3的羧甲基淀粉钠和聚乙烯醇的复合速释型成膜剂,更优选二者的重量比为1:1.5。

[0013] 所述多孔性载体选自具有较好吸附性能的凹凸棒颗粒、火山岩颗粒、红砖颗粒、煤矸石颗粒、麦饭石颗粒、沸石颗粒、玉米芯颗粒、核桃壳颗粒等中的一种或几种,优选为凹凸棒颗粒、火山岩颗粒、玉米芯颗粒中的任一种。

[0014] 所述溶剂选自芳烃溶剂油、C6-C30异构烷烃或脱芳烃溶剂油;月桂酸甲酯、油酸甲

酯、十四酸异丙酯、硬脂酸异辛酯、乙酸苄酯等单酯类溶剂；己二酸二甲酯、己二酸二异丙酯、马来酸二乙酯、丙二酸二丁酯等双酯类溶剂；磷酸三丁酯、柠檬酸三丁酯、乙酰柠檬酸三丁酯等三酯类溶剂；N,N-二甲基癸酰胺、N,N-二甲基辛酰胺等酰胺类溶剂；环己酮、甲基异丁基酮、异氟尔酮等酮类溶剂中的一种或多种，优选为低毒无味无刺激的单酯、双酯或三酯类溶剂。

[0015] 所述乳化剂选自十二烷基苯磺酸钙、磺基琥珀酸二异辛酯钠盐、脂肪醇聚氧乙烯醚、烷基酚聚氧乙烯醚、蓖麻油聚氧乙烯醚、苯乙基苯酚聚氧乙烯醚、环氧乙烷环氧丙烷嵌段共聚物中的一种或多种，优选为十二烷基苯磺酸钙、脂肪醇聚氧乙烯醚、烷基酚聚氧乙烯醚、环氧乙烷环氧丙烷嵌段共聚物中的阴非离子复配物；

所述分散剂选自苯乙基苯酚聚氧乙烯醚及其磷酸酯或盐、聚羧酸盐、(烷基)萘磺酸盐、甲醛缩合物、木质素磺酸盐中的一种或多种，优选为(烷基)萘磺酸盐、木质素磺酸盐；

所述吸附剂选自白炭黑、凹凸棒土、膨润土、硅藻土等中的一种或几种，优选为白炭黑或凹凸棒土。

[0016] 所述的卫生杀虫颗粒剂组合物及其制备方法，其特征在于，包括以下步骤：

a、吸附内核的制备：按配方比例将活性成分A溶于0.1-10重量%的溶剂中，再加入0.05-2.5重量%的乳化剂和0.05-2.5重量%的分散剂搅匀，然后将上述液体加入多孔性载体中充分吸附，再加入缓释型成膜剂在滚筒造粒机中充分滚动包衣，烘干得缓释型内核颗粒备用；

b、速效性药剂包衣：按配方比例将活性成分B与剩余溶剂、乳化剂、分散剂充分混匀，用所述吸附剂吸附成粉末然后与速释型成膜剂充分混匀，再次在滚筒造粒机中与上述烘干缓释型内核颗粒充分滚动包衣；

c、再次烘干或晾干即得所述颗粒剂。

[0017] 进一步地，本发明提供所述的卫生杀虫颗粒剂防治卫生害虫的应用，所述卫生害虫为孑孓、蝇蛆，优选为孑孓。

[0018] 关于原理解释：申请人长期研究发现，本发明将两种作用机理完全不同的有效成分复配在同一制剂中，其中一种为作用速度缓慢，但长期杀灭率很高，且抗药性风险极低的特定苏云金杆菌亚种或吡丙醚；另一种为作用速度较快，24h密度下降率明显的有机磷或大环内酯类药剂；首先，两者复配极大的降低了有机磷或大环内酯类药剂的抗药性风险，且同时达到了快速降低害虫密度的目的；其次，申请人通过大量研究发现，当这类特定的缓释型药剂与上述特定的缓释型成膜剂组合配制内核颗粒时，二者的相容性较好，在生产实践中相比采用其它成膜剂能够达到更好的缓释作用；同时当这类特定的速释型药剂与上述特定的速释型成膜剂组合时，二者同样具有优良的相容性，在生产实践中相比采用其它成膜剂能够达到更好的速释作用。

[0019] 与现有技术相比，本发明的有益效果为：

(1) 本发明采用具有不同理化性能的农药活性成分，一方面两者复配极大的降低了有机磷或大环内酯类药剂的抗药性风险，另一方面，在达到了快速降低害虫密度的目的的同时，还具有缓释效果

(2) 与保幼激素类似物或苏云金杆菌单剂相比，具有更快的杀虫速度，与有机磷或大环内酯类单剂相比，具有更长的持效期；

(3) 优选具有较好吸附性能的多孔性载体,实现对缓释型药剂更好的吸附和控制释放,延长持效期。

[0020] (4) 由于单独使用多孔性载体吸附,缓释型能并不会很理想,本发明又优选特定疏水性缓释型成膜剂对吸附缓效型药剂的多孔颗粒进行包衣,实现更长效的控制释放,同时将速效型药剂在更外层包衣而不被多孔性材料吸附进内部影响速效性的效果。

[0021] (5) 优选特定亲水性速释型成膜剂对速效型药剂进行包衣,实现速效型药剂更快的释放,加快蚊蝇幼虫密度降低速度。

[0022] (6) 为国内卫生杀虫领域增添了一项新的复配组合物和剂型,药效显著,能够得到广泛的推广应用。

[0023] (7) 本发明选择的特定缓释型成膜剂、速释型成膜剂,特别进一步以特定比例复配的复合缓释型成膜剂、复合速释型成膜剂与相应的杀虫活性成分具有优良的相容性,能够起到更好的速释和缓释效果。

[0024]

## 具体实施方式

[0025] 下面结合具体实施例来对本发明进行进一步说明,但并不将本发明局限于这些具体实施方式。本领域技术人员应该认识到,本发明涵盖了权利要求书范围内所可能包括的所有备选方案、改进方案和等效方案。

[0026] 一、制备实施例

制备实施例1:

将吡丙醚0.5g溶于2.5g油酸甲酯中,加入乳化剂(十二烷基苯磺酸钙0.2g,脂肪醇聚氧乙烯醚0.3g)搅匀,用含分散剂萘磺酸盐甲醛缩合物0.5g的适量水进行分散,将上述液体在滚筒造粒机中用适量凹凸棒颗粒进行充分滚动吸附30min,然后加入含苯乙烯/丙烯酰胺/丙烯酸丁酯共聚物1.0g的稀释液,充分滚动包覆30min后,烘干得缓释型内核颗粒备用;

将倍硫磷4.5g溶于1.5g己二酸二乙酯中,加入乳化剂(十二烷基苯磺酸钙0.5g,烷基酚聚氧乙烯醚1.5g)搅匀,与适量水溶解的1.0g聚羧酸盐分散剂混匀后,用5g白炭黑吸附,再与含聚乙烯醇2.0g的稀释液混匀,在滚筒造粒机中与上述缓释型内核颗粒充分滚动包覆30min,烘干即得100g的5%吡丙醚·倍硫磷颗粒剂。

[0027] 制备实施例2:

将80000IU/ml的苏云金杆菌以色列亚种悬浮剂0.25ml溶于适量含1.0g木质素磺酸盐分散剂的水中,将上述液体在滚筒造粒机中用适量火山岩颗粒进行充分滚动吸附30min,然后加入含苯乙烯/丙烯酰胺/丙烯酸丁酯共聚物1.5g的稀释液,充分滚动包覆30min后,烘干得缓释型内核颗粒备用;

将伊维菌素0.1g溶于1.0g己二酸二甲酯中,加入乳化剂(脂肪醇聚氧乙烯醚0.2g,环氧乙烷环氧丙烷嵌段共聚物0.4g)搅匀,与适量水溶解的0.5g萘磺酸盐甲醛缩合物分散剂混匀后,用1.0g白炭黑吸附,再与含羧甲基淀粉钠0.5g的稀释液混匀,在滚筒造粒机中与上述缓释型内核颗粒充分滚动包覆30min,烘干即得100g的含200IU/g苏云金杆菌和0.1%伊维菌素的杀虫颗粒剂。

[0028] 制备实施例3:

将吡丙醚1.0g溶于2.0g己二酸二异丙酯中,加入乳化剂(十二烷基苯磺酸钙0.1g,环氧乙烷环氧丙烷嵌段共聚物0.4g)搅匀,用含分散剂苯乙基苯酚聚氧乙烯醚磷酸酯三乙醇胺盐1.0g的适量水进行分散,将上述液体在滚筒造粒机中用适量玉米芯颗粒进行充分滚动吸附30min,然后加入含苯乙烯/丙烯酰胺/丙烯酸丁酯共聚物2.0g的稀释液,充分滚动包覆30min后,烘干得缓释型内核颗粒备用;

将双硫磷1.0g溶于1.0g磷酸三丁酯中,加入乳化剂(十二烷基苯磺酸钙0.2g,蓖麻油聚氧乙烯醚0.8g)搅匀,与适量水溶解的0.2g木质素磺酸盐分散剂混匀后,用2.0g白炭黑吸附,再与含阿拉伯胶0.2g的稀释液混匀,在滚筒造粒机中与上述缓释型内核颗粒充分滚动包覆30min,烘干即得100g的2%吡丙醚·双硫磷颗粒剂。

[0029] 制备实施例4:

将吡丙醚0.4g溶于2.0g柠檬酸三丁酯中,加入乳化剂(十二烷基苯磺酸钙0.2g,烷基酚聚氧乙烯醚0.4g)搅匀,用含分散剂木质素磺酸盐0.8g的适量水进行分散,将上述液体在滚筒造粒机中用适量凹凸棒颗粒进行充分滚动吸附30min,然后加入40%聚醋酸乙烯酯乳液5.0g,充分滚动包覆30min后,烘干得缓释型内核颗粒备用;

将伊维菌素0.1g溶于1.5g己二酸二乙酯中,加入乳化剂(十二烷基苯磺酸钙0.5g,烷基酚聚氧乙烯醚1.5g)搅匀,与适量水溶解的0.5g聚羧酸盐分散剂混匀后,用5g白炭黑吸附,再与含聚乙烯醇1.0g的稀释液混匀,在滚筒造粒机中与上述缓释型内核颗粒充分滚动包覆30min,烘干即得100g的0.5%吡丙醚·伊维菌素颗粒剂。

[0030] 制备实施例5:除缓释型活性成分为苏云金杆菌以色列亚种外,其余同制备实施例1;

制备实施例6:除速释型活性成分为毒死蜱外,其余同制备实施例1;

制备实施例7:除速释型活性成分为甲基嘧啶磷外,其余同制备实施例1;

制备实施例8:除速释型活性成分为阿维菌素外,其余同制备实施例1;

制备实施例9:除速释型活性成分为甲氨基阿维菌素苯甲酸盐外,其余同制备实施例1;

制备实施例10:除缓释型成膜剂为1:2的聚醋酸乙烯酯和苯乙烯/丙烯酰胺/丙烯酸丁酯共聚物的复合缓释型成膜剂外,其余同制备实施例1;

制备实施例11:除缓释型成膜剂为1:4的聚醋酸乙烯酯和苯乙烯/丙烯酰胺/丙烯酸丁酯共聚物的复合缓释型成膜剂外,其余同制备实施例1;

制备实施例12:除缓释型成膜剂为1:3的聚醋酸乙烯酯和苯乙烯/丙烯酰胺/丙烯酸丁酯共聚物的复合缓释型成膜剂外,其余同制备实施例1;

制备实施例13:除速释型成膜剂为1:1的羧甲基淀粉钠和聚乙烯醇的复合速释型成膜剂外,其余同制备实施例1;

制备实施例14:除速释型成膜剂为1:3的羧甲基淀粉钠和聚乙烯醇的复合速释型成膜剂外,其余同制备实施例1;

制备实施例15:除速释型成膜剂为1:1.5的羧甲基淀粉钠和聚乙烯醇的复合速释型成膜剂外,其余同制备实施例1。

[0031]

比较实施例1:

将吡丙醚0.5g溶于2.5g油酸甲酯中,加入乳化剂(十二烷基苯磺酸钙0.2g,脂肪醇聚氧



乙烯醚0.3g)搅匀,用含分散剂萘磺酸盐甲醛缩合物0.5g的适量水进行分散,将上述液体在滚筒造粒机中用适量凹凸棒颗粒进行充分滚动吸附30min,然后加入含2.0g聚乙烯醇的稀释液,充分滚动包覆30min后,烘干得0.5%吡丙醚颗粒剂。

[0032] 比较实施例2:

将倍硫磷4.5g溶于1.5g己二酸二乙酯中,加入乳化剂(十二烷基苯磺酸钙0.5g,烷基酚聚氧乙烯醚1.5g)搅匀,与适量水溶解的1.0g聚羧酸盐分散剂混匀后,用5g白炭黑吸附,再与适量含2.0g聚乙烯醇的稀释液混匀,在滚筒造粒机中用适量凹凸棒颗粒进行充分滚动吸附30min,烘干得4.5%倍硫磷颗粒剂。

[0033] 比较实施例3:

将80000IU/ml的苏云金杆菌以色列亚种悬浮剂0.25ml溶于适量含1.0g木质素磺酸盐分散剂的水中,将上述液体在滚筒造粒机中用适量火山岩颗粒进行充分滚动吸附30min,然后加入含0.5g羧甲基淀粉钠的稀释液,充分滚动包覆30min后,烘干得200 IU/g的苏云金杆菌颗粒剂。

[0034] 比较实施例4:

将伊维菌素0.1g溶于1.0g己二酸二甲酯中,加入乳化剂(脂肪醇聚氧乙烯醚0.2g,环氧乙烷环氧丙烷嵌段共聚物0.4g)搅匀,与适量水溶解的0.5g萘磺酸盐甲醛缩合物分散剂混匀后,用1.0g白炭黑吸附,再与含0.5g羧甲基淀粉钠的稀释液混匀,在滚筒造粒机中用适量火山岩颗粒充分滚动吸附30min,烘干得0.1%伊维菌素颗粒剂。

[0035] 比较实施例5:

将吡丙醚0.5g溶于2.5g油酸甲酯中,加入乳化剂(十二烷基苯磺酸钙0.2g,脂肪醇聚氧乙烯醚0.3g)搅匀,用含分散剂萘磺酸盐甲醛缩合物0.5g的适量水进行分散,将上述液体2.0g白炭黑吸附后在滚筒造粒机中用适量普通河砂颗粒进行充分滚动吸附30min,然后加入含苯乙烯/醋酸乙烯酯/丙烯酸丁酯共聚物1.0g的稀释液,充分滚动包覆30min后,烘干得缓释型内核颗粒备用;

将倍硫磷4.5g溶于1.5g己二酸二乙酯中,加入乳化剂(十二烷基苯磺酸钙0.5g,烷基酚聚氧乙烯醚1.5g)搅匀,与适量水溶解的1.0g聚羧酸盐分散剂混匀后,用5g白炭黑吸附,再与含2.0g聚乙烯醇的稀释液混匀,在滚筒造粒机中与上述缓释型内核颗粒充分滚动包覆30min,烘干即得100g的普通河砂5%吡丙醚·倍硫磷颗粒剂。

[0036] 比较实施例6:除不加缓释型成膜剂外,其余同制备实施例1;

比较实施例7:除不加速释型成膜剂外,其余同制备实施例1;

比较实施例8:除缓释型成膜剂为聚乙烯吡咯烷酮外,其余同制备实施例1;

比较实施例9:除缓释型成膜剂为聚丙烯酸酯外,其余同制备实施例1;

比较实施例10:除速释型成膜剂为羧甲基纤维素钠外,其余同制备实施例1;

比较实施例11:除速释型成膜剂为聚乙烯吡咯烷酮外,其余同制备实施例1。

[0037]

应用实施例1:防治淡色库蚊幼虫室内药效试验(一)

试验方法:

白瓷盆中加入3L脱氯自来水,将制剂以 $20\text{g}/\text{m}^3$ 的剂量投入,搅拌均匀,放入健康3龄幼虫30条,按正常方法饲养,投入试虫后观察2h死亡率、24h死亡率和含吡丙醚药剂的阻害羽

化率;试验重复三次,并设空白对照。

[0038] 试验期间,间隔2d补充试验用水至初始水量刻度线。

[0039] 持效期观察:分别于第1d、15d、30d、60d、90d、120d向试验组及空白对照组加入3龄幼虫30条,按上述步骤,观察试验结果。

[0040] 试验数据如下:

表-1 5%吡丙醚·倍硫磷颗粒剂与单剂对淡色库蚊幼虫药效对比结果

时间		1d	15d	30d	60d	90d	120d
制备实 施例 1	2h 死亡率	100%	98.7%	86.7%	3.3%	0	0
	24h 死亡率	100%	100%	94.4%	23.3%	4.4%	0
	阻害羽化率	100%	100%	100%	100%	98.7%	68.9%
比较实 施例 1	2h 死亡率	/	/	/	/	/	/
	24h 死亡率	/	/	/	/	/	/
	阻害羽化率	100%	100%	100%	91.1%	72.2%	43.3%
比较实 施例 2	2h 死亡率	86.7%	91.1%	87.8%	3.3%	0	0
	24h 死亡率	94.4%	100%	97.8%	26.7%	4.4%	0
	阻害羽化率	/	/	/	/	/	/
比较实 施例 5	2h 死亡率	100%	97.8%	85.6%	2.2%	0	0
	24h 死亡率	100%	100%	95.6%	25.6%	4.4%	0
	阻害羽化率	100%	100%	100%	97.8%	81.1%	38.9%
比较实 施例 6	2h 死亡率	100%	96.8%	82.2%	2.2%	0	0
	24h 死亡率	100%	98.5%	89.3%	15.0%	2.4%	0
	阻害羽化率	100%	98.6%	94.1%	92.0%	68.9%	26.7%
比较实 施例 7	2h 死亡率	98.8%	92.8%	75.6%	0	0	0
	24h 死亡率	100%	100%	93.4%	21.3%	4.5%	0
	阻害羽化率	100%	100%	96.5%	94.5%	91.7%	62.9%

从表-1药效数据可以看出,本发明5%吡丙醚·倍硫磷颗粒剂与单剂0.5%吡丙醚颗粒剂相比,由于有缓释型成膜剂成分,阻害羽化率持效期明显延长,本发明颗粒剂90d阻害羽化率高于无缓释型成膜剂0.5%吡丙醚颗粒剂60d时的阻害羽化率;本发明5%吡丙醚·倍硫磷颗粒剂与单剂4.5%倍硫磷颗粒剂相比,由于药剂没有被多孔性载体吸附,释放速度快,试验当天2h死亡率即达到100%,而单剂4.5%倍硫磷颗粒剂24h的死亡率也只有94.4%;本发明5%吡丙醚·倍硫磷颗粒剂与使用本发明外的非多孔性不具吸附性能普通河砂制备的比较实施例5的5%吡丙醚·倍硫磷颗粒剂相比,速效性方面由于速效性药剂没有被多孔性载体吸附,效果与不具吸附性能普通河砂制备的5%吡丙醚·倍硫磷颗粒剂相当,但阻害羽化率的持效性方面尤其在90d时具有较明显的优势;比较实施例6不加缓释型成膜剂,其相比本发明实施例在缓释方面更差,比较实施例7不加速释型成膜剂,其相比本发明实施例在速释方面更差。

[0041] 这就说明了本发明复配在速效性和持效性方面与单剂和非本发明制备方法制备的颗粒剂相比均具有明显优势,当然,其它保幼激素类似物与有机磷或大环内酯类药剂的复配也具有类似的效果。

[0042]

应用实施例2:防治淡色库蚊幼虫室内药效试验(二)

试验方法:

白瓷盆中加入3L脱氯自来水,将制备实施例2的制剂以 $20\text{g}/\text{m}^3$ 的剂量投入,搅拌均匀,

放入健康3龄幼虫30条,按正常方法饲养,投入试虫后观察24h死亡率和96h死亡率;试验重复三次,并设空白对照。

[0043] 试验期间,间隔2d补充试验用水至初始水量刻度线。

[0044] 持效期观察:分别于第1d、15d、30d、60d、90d向试验组及空白对照组加入3龄幼虫30条,按上述步骤,观察试验结果。

[0045] 试验数据如下:

表-2 Bti·伊维菌素颗粒剂与单剂对淡色库蚊幼虫药效对比结果

药剂 时间	制备实施例 2		比较实施例 3		比较实施例 4	
	24h 死亡率	96h 死亡率	24h 死亡率	96h 死亡率	24h 死亡率	96h 死亡率
1d	100%	100%	48.9%	100%	93.3%	100%
15d	91.1%	100%	55.6%	100%	88.9%	95.6%
30d	61.1%	100%	51.1%	96.7%	66.7%	72.2%
60d	53.3%	94.4%	44.4%	88.9%	13.3%	18.9%
90d	27.8%	52.2%	17.8%	38.9%	0%	0%

从表-2的药效数据可以看出,本发明含200IU/g苏云金杆菌和0.1%伊维菌素的杀虫颗粒剂与单剂200IU/g苏云金杆菌颗粒剂相比,由于有缓释型成膜剂成分,在持效性方面有一定优势,30d和60d对淡色库蚊幼虫96h杀灭率均相对较高;与单剂0.1%伊维菌素颗粒剂相比,第一次试验当天24h死亡率可以达到100%,具有快速降低虫口密度的效果,且15d内死亡率均可以达到100%,充分发挥了阿维菌素的速杀效果;实质上,Bti与其它大环内酯类药剂或有机磷类药剂复配也有类似的效果。

[0046]

理化性能测试:本发明卫生杀虫颗粒剂释放速率试验

准确称取10g供试颗粒剂置于液体滤袋中,封闭袋口,将液体滤袋置于150mL烧杯中,加入去离子水100mL,液体滤袋完全浸没于去离子水中,再将烧杯置于25℃恒温器中。在1、3、7、14、21天后分别从容器的中央部分取出1mL溶液,为了使容器内的溶液均一,在震荡后取出,并以相同量去离子水补充,使液体总体积保持不变。根据GB28128-2011规定的方法,采用高效液相色谱法测定释放溶液中农药活性成分的含量,计算溶出率。结果如表3所示。

[0047] 测试制备实施例1、10-15(如下简称制1、制10-15),对比实施例1-2、5-11(如下简称对1-2、5-11)中吡丙醚和倍硫磷的溶出率。

[0048] 表3 本发明杀虫颗粒剂释放速率试验结果

实施 例	吡丙醚溶出率 (%)					倍硫磷溶出率 (%)				
	1天	3天	7天	14天	21天	1天	3天	7天	14天	21天
制 1	2.5	10.5	21.5	38.5	48.5	56.5	62.3	70.5	78.9	85.6
制 10	1.8	8.5	18.9	35.2	46.5	57.5	63.5	70.2	77.9	85.2
制 11	1.7	8.6	17.8	35.2	45.6	56.9	63.8	71.0	78.1	85.0
制 12	1.5	8.0	16.2	34.0	43.2	56.5	62.9	70.6	78.9	84.9
制 13	2.8	10.6	20.9	38.4	47.8	59.7	65.8	75.6	82.9	87.6
制 14	2.6	10.9	21.3	39.2	47.9	59.6	64.9	74.9	82.7	86.7
制 15	2.4	11.0	22.1	39.5	48.6	63.8	68.9	78.5	86.3	90.2
对 1	19.2	28.5	37.5	55.6	69.8	/	/	/	/	/
对 2	/	/	/	/	/	20.5	28.6	40.5	46.8	55.5
对 5	4.5	17.6	28.2	43.6	56.4	38.5	45.6	52.3	59.5	68.2
对 6	6.8	20.1	32.6	48.9	62.8	/	/	/	/	/
对 7	/	/	/	/	/	28.9	32.5	43.8	48.7	58.9
对 8	4.2	16.4	24.5	41.2	53.6	/	/	/	/	/
对 9	4.6	17.4	26.4	42.1	56.3	/	/	/	/	/
对 10	/	/	/	/	/	37.8	46.5	53.6	58.7	67.8
对 11	/	/	/	/	/	36.8	47.2	52.6	57.8	66.5

在本发明杀虫颗粒剂的释放速率试验中,就缓释效果而言,相比常规的吡丙醚单剂的对1、采用其它多孔载体的对5,以及不加缓释剂的对6,甚至是加入其它缓释剂的对8-9,本发明实施例在缓释性能方面更优;在缓释型杀虫剂吡丙醚的溶出中,当选择特定的复合缓释型成膜剂时,如制备实施例10-12其缓释效果更优,特别是当复合缓释型成膜剂为特定比例组合时,如制备实施例12,其效果最优。同样的,在速释效果方面,相比常规的倍硫磷单剂的对2,采用其它多孔载体的对5,以及不加缓释剂的对5,甚至是加入其它速释剂的对10-11,本发明实施例在速释性能方面更优;此外,当选择特定的复合速释型成膜剂时,如制备实施例13-15其速释效果更优,特别是当复合速释型成膜剂为特定比例组合时,如制备实施例15,其效果最优。

[0049] 本发明的应用实施例仅以所述药剂的对比效果来说明本发明组合物及其制备方法在速效性和持效性方面的优势,其它所述的复配、所述的缓释型成膜剂、所述的速释型成膜剂、所述的多孔性载体的使用也有类似的效果,在此不一一列述。

[0050] 本发明的一种卫生杀虫颗粒剂及其制备方法已经通过具体的实例进行了描述,本领域技术人员可借鉴本发明内容,适当改变原料、工艺条件、有效成分复配组合或比例等环节来实现相应的其它目的,其相关改变都没有脱离本发明的内容,所有类似的替换和改动对于本领域技术人员来说是显而易见的,都被视为包括在本发明的范围之内。