



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107212005 A

(43)申请公布日 2017.09.29

(21)申请号 201710573887.7

(22)申请日 2017.07.14

(71)申请人 安徽金农康农药检测有限公司

地址 230088 安徽省合肥市高新区天达路
71号华亿科技园B1#楼16层

(72)发明人 梅永洁

(51) Int. Cl.

A01N 43/54(2006.01)

A01N 39/04(2006.01)

A01N 25/04(2006.01)

A01P 13/00(2006.01)

权利要求书1页 说明书7页

(54)发明名称

一种氰氟草酯和双草醚复配可分散油悬浮剂及其制备方法

(57)摘要

一种氰氟草酯和双草醚复配可分散油悬浮剂及其制备方法,涉及直播水稻田一年生杂草防治技术领域。至少由16份氰氟草酯、4份双草醚、6份亚甲基双萘磺酸钠、2份黄原胶、2份十二烷基硫酸铵、15份乳化剂602和补足至100份的油酸甲酯制成。将原料抽入配制釜混合搅拌后经胶体磨初研磨,再经砂磨机细磨,取样分析,合格后过滤、计量、包装、入库。本发明以4:1配比混用所复配的20%时的氰氟草酯和双草醚复配可分散油悬浮剂,可起到明显增效作用范围,而其它配比混用的制剂,均无法达到明显增效作用范围。

1. 一种氰氟草酯和双草醚复配可分散油悬浮剂,其特征在于:至少由以下重量份的组分制成:

氰氟草酯	16份;
双草醚	4份;
亚甲基双萘磺酸钠	6份;
黄原胶	2份;
十二烷基硫酸铵	2份;
乳化剂 602	15份;
油酸甲酯	补足至 100份。

2. 一种制备如权利要求1所述氰氟草酯和双草醚复配可分散油悬浮剂的方法,其特征在于:将原料抽入配制釜混合搅拌后经胶体磨初研磨,再经砂磨机细磨,取样分析,合格后过滤、计量、包装、入库。

一种氰氟草酯和双草醚复配可分散油悬浮剂及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及直播水稻田一年生杂草防治技术领域,具体是涉及一种氰氟草酯和双草醚复配可分散油悬浮剂及其制备方法。

背景技术

[0002] 目前,现有的用于直播水稻田一年生杂草防治的除草组合物,例如中国专利“CN 105010366 A”公开了一种“含嘧草醚和禾草丹的水稻田除草组合物及其应用”,由第一活性成分嘧草醚与第二活性成分禾草丹及助剂组成,第一活性成分与第二活性成分的重量比是(0.5~20):(10~300)。另外,中国专利“CN 104430461 A”公开了一种“吡嘧磺隆、精噁唑禾草灵和五氟磺草胺复配可分散油悬浮剂及其制备方法”,按照重量份由7.5份吡嘧磺隆、4份精噁唑禾草灵、6份五氟磺草胺、5份脂肪醇聚氧乙烯醚、8份苯乙烯基苯酚聚氧乙烯醚、2份黄原胶、1份苯甲酸钠、2份有机硅和64.5份溶剂油制成。

[0003] 发明人经过长期试验验证,该上述几种除草组合物主要存在如下缺陷:

[0004] 1)、通过对上述几种除草组合物公开的几种具体配比进行试验,发现对直播水稻田一年生杂草无法起到良好的防治效果。

[0005] 2)、针对上述几种除草组合物所公开的几种剂型,经过试验验证发现均存在不同问题的缺陷。例如,制成的可湿性粉剂容易引起产品粘结,不易在水中分散悬浮,或堵塞喷头,在喷雾器中道理沉淀等现象,造成喷洒不匀,易使作物局部产生药害,其主要原因在于助剂和填料的选择均存在不同的缺陷。

[0006] 3)、复配问题,通过对上述几种除草组合物公开的几种具体配比进行毒力试验、热贮稳定性试验以及共毒系数测定发现,均无法达到明显的加成增效作用。

发明内容

[0007] 本发明的目的之一在于提供一种氰氟草酯和双草醚复配可分散油悬浮剂,该可分散油悬浮剂设计合理,对直播水稻田一年生杂草的防治效果佳,且可实现氰氟草酯和双草醚的明显增效作用。

[0008] 为实现上述目的,本发明采用了以下技术方案:

[0009] 一种氰氟草酯和双草醚复配可分散油悬浮剂,至少由以下重量份的组分制成:

[0010]	氰氟草酯	16份;
	双草醚	4份;
	亚甲基双萘磺酸钠	6份;
	黄原胶	2份;
	十二烷基硫酸铵	2份;
[0011]	乳化剂 602	15份;
	油酸甲酯	补足至 100份。

[0012] 氰氟草酯是芳氧苯氧丙酸类除草剂中唯一对水稻具有高度安全性的品种,和该类其他品种一样,也是内吸传导性除草剂。由植物体的叶片和叶鞘吸收,韧皮部传导,积累于植物体的分生组织区,抵制乙酰辅酶A羧化酶(ACCase),使脂肪酸合成停止,细胞的生长分裂不能正常进行,膜系统等含脂结构破坏,最后导致植物死亡。从氰氟草酯被吸收到杂草死亡比较缓慢,一般需要1-3周。杂草在施药后的症状如下:四叶期的嫩芽萎缩,导致死亡。二叶期的老叶变化极小,保持绿色。

[0013] 双草醚通过根叶吸收抑制醋乳酸合成而阻碍氨基酸生物合成支链,为选择性除草剂,在水稻直播田中使用,除草谱广。双草醚属于苯甲酸类除草剂,是高活性的乙酰乳酸合成酶(ALS)抑制剂,本品施药后能很快被杂草的茎叶吸收,并传导至整个植株,抑制植物分生组织生长,从而杀死杂草。

[0014] 本发明的氰氟草酯和双草醚复配可分散油悬浮剂,其有益效果表现在:

[0015] 1)、本发明制备的可分散油悬浮剂在悬浮率、湿筛试验等以及热贮稳定性等方面均明显优于其他配比所制备的产品。

[0016] 2)、通过实验验证,氰氟草酯和双草醚以4:1配比混用所复配的20%时的氰氟草酯和双草醚复配可分散油悬浮剂,可起到明显加成增效作用范围,而其它配比混用的制剂,均无法达到明显加成增效作用范围。同时,不同配比的实际毒性并未随着理论毒性的增强而提升,实际毒性和理论毒性之间并无有规律性的变化。

[0017] 本发明的另一目的在于提供一种氰氟草酯和双草醚复配可分散油悬浮剂的制备方法,将原料抽入配制釜混合搅拌后经胶体磨初研磨,再经砂磨机细磨,取样分析,合格后过滤、计量、包装、入库。

[0018] 本发明的氰氟草酯和双草醚复配可分散油悬浮剂的制备方法,制备工艺较为简便,易于工业化生产。

具体实施方式

[0019] 以下将结合实施例,对本发明进行较为详细的说明。但是,实施例内容仅是对本发明所作的举例和说明,所属本技术领域的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替代,只要不偏离发明的构思或者超越本权利要求书所定义的范围,均应属于本发明的保护范围。

[0020] 一、氰氟草酯和双草醚复配可分散油悬浮剂的制备,以及各实施例所制备的可分散油悬浮剂的各项技术指标的检测结果、热贮稳定性试验结果。

[0021] 实施例1

[0022] 20%氰氟草酯和双草醚复配可分散油悬浮剂,各组分及其重量份如下:

[0023]

成分	重量份
氰氟草酯	16
双草醚	4
亚甲基双萘磺酸钠	6
黄原胶	2
十二烷基硫酸铵	2

乳化剂602	15
油酸甲酯	补足至100

[0024] 制备方法:将原料抽入配制釜混合搅拌后经胶体磨初研磨,再经砂磨机细磨,取样分析,合格后过滤、计量、包装、入库。

[0025] 实施例2

[0026] 19%氰氟草酯和双草醚复配可分散油悬浮剂,各组分及其重量份如下:

[0027]

成分	重量份
氰氟草酯	15
双草醚	4
亚甲基双萘磺酸钠	6
黄原胶	2
十二烷基硫酸铵	2
乳化剂602	15
油酸甲酯	补足至100

[0028] 制备方法同实施例1。

[0029] 实施例3

[0030] 18%氰氟草酯和双草醚复配可分散油悬浮剂,各组分及其重量份如下:

	成分	重量份
[0031]	氰氟草酯	15
	双草醚	3
	亚甲基双萘磺酸钠	6
	黄原胶	2
[0032]	十二烷基硫酸铵	2
	乳化剂 602	15
	油酸甲酯	补足至 100

[0033] 制备方法同实施例1。

[0034] 实施例4

[0035] 21%氰氟草酯和双草醚复配可分散油悬浮剂,各组分及其重量份如下:

[0036]

成分	重量份
氰氟草酯	16
双草醚	5
亚甲基双萘磺酸钠	6
黄原胶	2

十二烷基硫酸铵	2
乳化剂602	15
油酸甲酯	补足至100

[0037] 制备方法同实施例1。

[0038] 实施例5

[0039] 22%氰氟草酯和双草醚复配可分散油悬浮剂,各组分及其重量份如下:

[0040]

成分	重量份
氰氟草酯	17
双草醚	5
亚甲基双萘磺酸钠	6
黄原胶	2
十二烷基硫酸铵	2
乳化剂602	15
油酸甲酯	补足至100

[0041] 制备方法同实施例1。

[0042] 实施例6

[0043] 20%氰氟草酯和双草醚复配可分散油悬浮剂,各组分及其重量份如下:

[0044]

成分	重量份
氰氟草酯	16
双草醚	4
桑黄酮	0.2
亚甲基双萘磺酸钠	6
黄原胶	2
十二烷基硫酸铵	2
乳化剂602	15
油酸甲酯	补足至100

[0045] 制备方法同实施例1。

[0046] 实施例1~6所制备的氰氟草酯和双草醚复配可分散油悬浮剂,产品各项技术指标的检测结果显示如表1所示,产品热贮稳定性试验结果如表2所示。

[0047] 表1 6个实施例制备产品各项技术指标的检测结果显示

实施例编号		实施例	实施例	实施例	实施例	实施例	实施例
指 标		1	2	3	4	5	6
氰氟草酯质量分数, %		16	15	15	16	17	16
双草醚质量分数, %		4	4	3	5	5	4
pH 值范围		6.4	6.0	6.1	6.0	6.1	6.4
悬浮率/%		99	91	90	90	92	99
[0048] 倾倒性	倾倒后残余物/%	2.1	2.5	2.3	2.2	2.2	2.1
	洗涤后残余物/%	0.1	0.55	0.50	0.65	0.60	0.1
湿筛试验 (通过 75 μ m 试验筛), %		100	90	92	91	91	100
持久起泡性(1min 后)/mL		17	25	24	23	25	17
低温稳定性		合格	不合格	不合格	不合格	不合格	合格

[0049] 表2 6个实施例制备产品热贮稳定性试验结果

实 施 例	原 料	热贮前		热贮后		分 解 率 (%)
		质 量 分 数 (%)	悬 浮 率 (%)	质 量 分 数 (%)	悬 浮 率 (%)	
1	氰氟草酯	16	99	15.812	98	1.175
	双草醚	4		3.963		0.925
2	氰氟草酯	15	91	14.395	81	4.033
	双草醚	4		3.875		3.125
[0050] 3	氰氟草酯	15	90	14.367	82	4.220
	双草醚	3		2.900		3.333
4	氰氟草酯	16	90	15.365	81	3.969
	双草醚	5		4.840		3.200
5	氰氟草酯	17	92	16.305	80	4.088
	双草醚	5		4.835		3.300
6	氰氟草酯	16	99	15.822	98	1.113
	双草醚	4		3.961		0.975

[0051] 通过表1和2可以看出,实施例1和6制备的产品在悬浮率、湿筛试验等以及热贮稳定性等方面均明显优于其他实施例所制备的产品。

[0052] 二、毒理学资料

[0053] 氰氟草酯:大鼠急性经口LD₅₀>5000mg/kg,大鼠急性经皮LD₅₀>5000mg/kg,急性毒性为低毒。

[0054] 双草醚:大鼠急性经口LD₅₀>5000mg/kg,急性经皮LD₅₀>2000mg/kg。制剂大鼠急性经口LD₅₀雌>5840mg/kg,雄>4300mg/kg,急性经皮LD₅₀>2000mg/kg。对皮肤无刺激,对眼睛有轻微刺激。

[0055] 三、氰氟草酯和双草醚复配可分散油悬浮剂的室内生物活性(毒力)测定。

[0056] 1、试验目的

[0057] 采用盆栽试验法方法测定了氰氟草酯和双草醚复配可分散油悬浮剂对马唐、稗草和碎米莎草的生物活性,并采用Cobly法评价两者混配的联合作用类型,为两者的合理混用及生产中的配比选择提供科学依据。

[0058] 2、试验条件

[0059] 2.1、供试材料

[0060] 马唐:安徽美兰农业发展股份有限公司实验室田间收集种子保存;

[0061] 稗草:安徽美兰农业发展股份有限公司实验室田间收集种子保存;

[0062] 碎米莎草:安徽美兰农业发展股份有限公司实验室田间收集种子保存;

[0063] 2.2、混用配方设计

[0064] 以实施例1-6共6实施例制备的复配可分散油悬浮剂进行试验。

[0065] 2.3、处理方式

[0066] 2.3.1、药剂对马唐的活性试验

[0067] 马唐种子浸种催芽后点播于装有泥土的截面积0.25m²的盆内,每盆播100粒,温室内培养至马唐1叶1心期进行处理。用POTTER精密实验室喷雾塔喷施药液,喷液量为每处理50ml,药后保持土壤湿润,并设清水空白对照。每处理重复4次,药后20天称取各处理马唐地上部分鲜重,计算各处理地上部分生长的抑制百分率和残存马唐为对照的百分数,用Gowing法评价二者混用对马唐的联合作用类型。混用除草剂的实际防效按以下公式计算:

[0068] $E_0 = X + Y(100 - X) / 100$

[0069] 式中:X为氰氟草酯用量为P时对马唐的鲜重防效;

[0070] Y为双草醚用量为Q是对马唐的鲜重防效;

[0071] E₀为氰氟草酯用量为P时对马唐的鲜重防效+双草醚用量为Q是对马唐的鲜重防效;

[0072] E为混用除草剂的实际防效。

[0073] E-E₀>10%为增效作用;E-E₀<-10%为拮抗作用;E-E₀值介于理论值±10%为加成作用。

[0074] 2.3.2、药剂对稗草的活性试验

[0075] 稗草种子浸种后催芽后点播于装有泥土的截面积0.25m²的盆内,其余同2.3.1。

[0076] 2.3.3、药剂对碎米莎草的活性试验

[0077] 碎米莎草种子浸种后催芽后点播于装有泥土的截面积0.25m²的盆内,其余同2.3.1。

[0078] 3、结果分析与讨论

[0079] 实施例1-6共6个不同复配比例的混剂对马唐的E-E₀值依次为22.48%, 2.55%, 3.20%, 2.30%, 1.70%, 23.55%;对稗草的E-E₀值分别为23.15%, 2.80%, 3.45%, 2.38%, 1.85%, 23.65%;对碎米莎草的E-E₀值分别为21.20%, 2.50%, 3.45%, 2.30%, 1.38%, 22.80%。从而说明了实施例1和6的复配比例的联合作用属于明显加成增效作用, 而其他实施例的联合作用基本属于加成作用。同时, 通过实施例6的实验可以看出, 在复配可分散油悬浮剂中添加了少量的桑黄酮后, 可使氰氟草酯和双草醚的复配联合作用进一步提升。