



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 117063935 A

(43) 申请公布日 2023.11.17

(21) 申请号 202311057228.X

(22) 申请日 2023.08.22

(71) 申请人 青岛海利尔生物科技有限公司

地址 266109 山东省青岛市城阳区城阳街道城东工业园内

(72) 发明人 葛尧伦 葛晓甜 刘静 杨志鹏
吕文东

(51) Int. Cl.

A01N 43/40 (2006.01)

A01N 43/653 (2006.01)

A01P 3/00 (2006.01)

权利要求书1页 说明书13页

(54) 发明名称

一种杀菌组合物及其应用

(57) 摘要

本发明属于农药杀菌技术领域,公开了一种杀菌组合物及其应用,所述的杀菌组合物包含活性成分A和活性成分B,所述的活性成分A为Cyclobutrifluram,所述的活性成分B为种菌唑、叶菌唑或灭菌唑中的任一种。所述的活性成分A与活性成分B的质量比为1:50~55:1。本发明的杀菌组合物对由镰刀菌属真菌引起的病害具有很好的防治效果,增效作用显著,减缓农药的使用次数和使用剂量,降低生产成本,降低环境污染。

1. 一种杀菌组合物,其特征在于,所述的杀菌组合物包含活性成分A和活性成分B,所述的活性成分A为Cyclobutrifluram,所述的活性成分B为种菌唑、叶菌唑或灭菌唑中的任一种,所述的活性成分A与活性成分B的质量比为1:50~55:1。

2. 根据权利要求1所述的杀菌组合物,其特征在于,所述的活性成分B为种菌唑,所述的活性成分A与活性成分B的质量比为1:50~48:1;

优选的,所述的活性成分B为种菌唑,所述的活性成分A与活性成分B的质量比为1:30~48:1。

3. 根据权利要求1所述的杀菌组合物,其特征在于,所述的活性成分B为叶菌唑,所述的活性成分A与活性成分B的质量比为1:40~55:1;

优选的,所述的活性成分B为叶菌唑,所述的活性成分A与活性成分B的质量比为1:30~48:1。

4. 根据权利要求1所述的杀菌组合物,其特征在于,所述的活性成分B为灭菌唑,所述的活性成分A与活性成分B的质量比为1:32~48:1;

优选的,所述的活性成分B为灭菌唑,所述的活性成分A与活性成分B的质量比为1:25~30:1。

5. 根据权利要求1所述的杀菌组合物,其特征在于,所述的杀菌组合的总重量按照100wt%计,所述的活性成分A与活性成分B的总重量占所述的杀菌组合物的总重量的0.1%~80%。

6. 根据权利要求1所述的杀菌组合物,其特征在于,所述的杀菌组合物除了包含活性成分外还包含农业上允许的辅助成分,所述的辅助成分选自润湿剂、分散剂、乳化剂、增稠剂、崩解剂、防冻剂、消泡剂、溶剂、防腐剂、稳定剂、增效剂、粘结剂、填料或载体中的一种或多种。

7. 根据权利要求1所述的杀菌组合物,其特征在于,所述的杀菌组合物可以制备成农药上可以接受的制剂剂型,所述的制剂剂型为种子处理悬浮剂、种子处理干粉剂、微乳剂、水乳剂、悬浮剂、可分散油悬浮剂、可溶液剂、乳油、悬乳剂、微囊悬浮剂、水分散粒剂、可湿性粉剂、颗粒剂。

8. 根据权利要求7所述的杀菌组合物,其特征在于,所述的制剂剂型为种子处理悬浮剂、微乳剂、乳油、悬浮剂、水乳剂、水分散粒剂。

9. 根据权利要求1-8中任一项所述的杀菌组合物用于防治镰刀属真菌引起的病害中的应用。

10. 根据权利要求9所述的应用,其特征在于,所述的镰孢属真菌为尖孢镰刀菌、腐皮镰刀菌、串珠镰刀菌、禾谷镰刀菌、假禾谷镰刀菌、木贼镰刀菌、黄色镰刀菌、燕麦镰刀菌、层生镰刀菌。

一种杀菌组合物及其应用

技术领域

[0001] 本发明属于农药复配领域,具体涉及一种杀菌组合物及其应用。

背景技术

[0002] 三唑类杀菌剂是20世纪70年代发展起来的一类高效杀菌剂,其通过抑制菌体麦角甾醇的生物合成而发挥药效,具有内吸性好,且高效、低毒、持效期长、兼具预防和治疗作用,可用于防治子囊菌、担子菌及半知菌引起的多种病害。

[0003] Cyclobutrifluram是先正达公司开发的新烟酰胺类杀菌杀线虫剂。IUPAC名称:N-[2-(2,4-二氯苯基)环丁基]-2-(三氟甲基)烟酰胺,其包含80%-100%的(1S,2S)-对映体和0~20%的(1R,2R)-对映体;CAS登录号:1460292-16-3;分子式: $C_{17}H_{13}Cl_2F_3N_2O$ 。Cyclobutrifluram防治谱广、高效、用量少,易于使用,能有效防治各类线虫和主要真菌病害,土壤处理或种子处理均可,长效防治主要农作物和多种环境中的线虫和病害,尤其是对镰刀菌具有优异的防治效果。

[0004] 镰刀属真菌是引起作物多种土传病害的重要致病菌,在农业生产中可以引起多种植物病害,如小麦赤霉病、小麦茎基腐病、水稻恶苗病等多种病害,病害严重发生时间对农业生产造成重大的经济损失。

[0005] 小麦茎基腐病是由多种镰刀菌Fusarium spp.引的一种茎基部病害,是一种世界性的土传病害,主要表现为茎基部褐色腐烂、发病、小麦芽鞘和基部变褐色,小麦灌浆期造成茎基部分蘖处,上部枯死,茎叶和穗得不到水分而死亡,出现枯白穗,田间拔除时极易从基部折断,发病轻的植株生长细弱,不久枯死,对产量影响非常大。小麦茎基腐病具有苗期发病隐蔽性强、不易发现等特点,等到地上部分显症已经错过最佳防治时期。如不及时进行防治,会造成大幅减产甚至绝收,俗称“小麦癌症”。研究发现,生产上主推品种尚无高抗小麦茎基腐病品种,轮作又难以实施,茎基腐病的防治缺乏特别有效的控制方法。

[0006] 水稻恶苗病是由镰刀菌引起的水稻种传病害,别称徒长病、白秆病等,病害一般可以导致水稻减产5%~20%,严重的减产50%以上。水稻受恶苗病菌侵染后,病株在2~4叶期即表现徒长,植株比健株高,叶片、叶鞘狭长,根系发育异常,生长细弱。病株一般不能抽穗或不能完全抽穗,即使抽穗,穗小而不实。近几年,水稻恶苗病在我国主要水稻产区均呈现上升趋势,部分地区严重发生,对水稻稳产、高产构成了威胁。

[0007] 通过化合物对靶标生物活性测定及不同品种组合,是开发农药、提高防治效果、延缓抗药性的有效方法之一。本申请人对Cyclobutrifluram与种菌唑、叶菌唑或灭菌唑及Cyclobutrifluram与种菌唑、叶菌唑或灭菌唑中的任一种组合进行了深入研究,发现Cyclobutrifluram与种菌唑、叶菌唑或灭菌唑中的任一种进行混配,在一定的混配比例范围对镰刀菌有明显的增效作用,可有效提高防治镰刀菌引起的土传病害,经进一步研究,完成了本发明。Cyclobutrifluram与种菌唑、叶菌唑或灭菌唑中任一种混配用于防治镰孢属真菌引起的病害目前尚无报道。

发明内容

[0008] 基于上述问题,本发明提供了一种杀菌组合物,该杀菌组合物能够有效控制由镰孢属真菌引起的病害,增效作用明显,有效降低农药的使用剂量,对环境友好。

[0009] 为了实现上述目的,本发明采用如下的技术方案:一种杀菌组合物,所述的杀菌组合物包含活性成分A和活性成分B,所述的活性成分A为Cyclobutrifluram,所述的活性成分B为种菌唑、叶菌唑或灭菌唑中的任一种,所述的活性成分A与活性成分B的质量比为1:50~55:1;

[0010] 进一步地,所述的活性成分B为种菌唑,所述的活性成分A与活性成分B的质量比为1:50~48:1;

[0011] 更进一步地,所述的活性成分B为种菌唑,所述的活性成分A与活性成分B的质量比为1:30~48:1;

[0012] 进一步地,所述的活性成分B为叶菌唑,所述的活性成分A与活性成分B的质量比为1:40~55:1;

[0013] 更进一步地,所述的活性成分B为叶菌唑,所述的活性成分A与活性成分B的质量比为1:30~48:1;

[0014] 进一步地,所述的活性成分B为灭菌唑,所述的活性成分A与活性成分B的质量比为1:32~48:1;

[0015] 更进一步地,所述的活性成分B为灭菌唑,所述的活性成分A与活性成分B的质量比为1:25~30:1;

[0016] 进一步地,所述的杀菌组合的总重量按照100wt%计,所述的活性成分A与活性成分B的总重量占所述的杀菌组合物的总重量的0.1%~80%;

[0017] 进一步地,所述的杀菌组合物除了包含活性成分外还包含农业上允许的辅助成分,所述的辅助成分选自润湿剂、分散剂、乳化剂、增稠剂、崩解剂、防冻剂、消泡剂、溶剂、防腐剂、稳定剂、增效剂、粘结剂、填料或载体中的一种或多种;

[0018] 进一步地,所述的润湿剂选自烷基苯磺酸盐、烷基萘磺酸盐、木质素磺酸盐、十二烷基硫酸钠、琥珀酸二辛脂磺酸钠、 α -烯炔磺酸盐、烷基酚聚氧乙烯醚、蓖麻油聚氧乙烯醚、烷基酚乙氧基化物、脂肪醇乙氧基化物、脂肪醇聚氧乙烯醚硫酸钠、蚕沙、皂角粉、无患子粉、SOPA、净洗剂、乳化剂2000系列和湿润渗透剂F中的一种或多种;和/或

[0019] 分散剂选自木质素磺酸盐、烷基萘磺酸盐甲醛缩合物、萘磺酸盐、三苯乙烯基苯酚乙氧基化物磷酸酯、脂肪醇乙氧基化物、烷基酚聚氧乙烯醚、烷基酚聚氧乙烯醚甲醚缩合物硫酸盐、脂肪胺聚氧乙烯醚、甘油脂肪酸酯聚氧乙烯醚、聚羧酸盐类、聚丙烯酸类、磷酸盐类、E0-P0嵌段共聚物和E0-P0接枝共聚物中的一种或多种;和/或

[0020] 乳化剂选自十二烷基苯磺酸钙、烷基酚甲醛树脂聚氧乙烯醚、苯乙基苯酚聚氧乙烯聚氧丙烯醚、脂肪醇环氧乙烷-环氧丙烷共聚物、苯乙烯基苯酚聚氧乙烯醚、蓖麻油聚氧乙烯醚和烷基酚醚磷酸酯中的一种或多种;和/或

[0021] 增稠剂选自黄原胶、有机膨润土、阿拉伯树胶、海藻酸钠、硅酸镁铝、羧甲基纤维素和白炭黑中的一种或多种;和/或

[0022] 崩解剂所述崩解剂选自硫酸钠、硫酸铵、氯化铝、氯化钠、氯化铵、膨润土、葡萄糖、蔗糖、淀粉、纤维素、尿素、碳酸钠、碳酸氢钠、柠檬酸和酒石酸中的一种或多种;和/或

- [0023] 防冻剂选自醇类、醇醚类、氯代烃类和无机盐类中的一种或多种;和/或
- [0024] 消泡剂选自 C_{10} - C_{20} 饱和脂肪酸类化合物、硅油、硅酮类化合物、 C_8 - C_{10} 脂肪醇中的一种或多种;和/或
- [0025] 溶剂选自苯、甲苯、二甲苯、均四甲苯、甲醇、乙醇、异丙醇、正丁醇、二甲基亚砜、二甲基甲酰胺、环己酮、碳酸亚烃酯、柴油、溶剂油、植物油、植物油衍生物和水中的一种或多种;和/或
- [0026] 防腐剂选自丙酸、丙酸钠盐、山梨酸、山梨酸钠盐、山梨酸钾盐、苯甲酸、苯甲酸钠盐、对羟基苯甲酸钠盐、对羟基苯甲酸甲酯、卡松和1,2-苯并异噻唑啉3-酮中的一种或多种;和/或
- [0027] 稳定剂选自磷酸氢二钠、草酸、丁二酸、己二酸、硼砂、2,6-二叔丁基对甲酚、油酸三乙醇胺、环氧化植物油、高岭土、膨润土、凹凸棒土、白炭黑、滑石粉、蒙脱石和淀粉中的一种或多种;和/或
- [0028] 增效剂选自增效磷、增效醚;和/或
- [0029] 载体选自铵盐、磨碎的天然矿物、磨碎的人造矿物、硅酸盐、树脂、蜡、固体肥料、水、有机溶剂、矿物油、植物油和植物油衍生物中的一种或多种。
- [0030] 本发明通过对农药组合物中的有效成分及助剂含量的优化,使其毒性和残留达到较好的平衡,能够增强药效、减少用药量、降低成本。
- [0031] 进一步地,所述的杀菌组合物可以制备成农药上可以接受的制剂剂型,所述的制剂剂型为种子处理悬浮剂、种子处理干粉剂、微乳剂、水乳剂、悬浮剂、可分散油悬浮剂、可溶液剂、乳油、悬乳剂、微囊悬浮剂、水分散粒剂、可湿性粉剂、颗粒剂;
- [0032] 进一步地,所述的制剂剂型为种子处理悬浮剂、微乳剂、乳油、悬浮剂、水乳剂、水分散粒剂。
- [0033] 本发明还公开了如上所述的杀菌组合物用于防治镰孢属真菌引起的病害中的应用。
- [0034] 进一步地,所述的镰刀属真菌为尖孢镰刀菌、腐皮镰刀菌、串珠镰刀菌、禾谷镰刀菌、假禾谷镰刀菌、木贼镰刀菌、黄色镰刀菌、燕麦镰刀菌、层生镰刀菌;
- [0035] 更进一步地,所述的镰刀属真菌为串珠镰刀菌、禾谷镰刀菌、假禾谷镰刀菌、木贼镰刀菌、黄色镰刀菌。
- [0036] 本发明的有益效果在于以下几点:
- [0037] 1) 本发明的农药组合物通过作用机制不同的活性成分进行合理复配,对延缓病原菌抗性发展具有明显的作用;
- [0038] 2) 本发明的农药组合物对镰刀属真菌具有优异的防治效果,增效作用显著,有效减缓镰刀属真菌对植物的危害。

具体实施方式

[0039] 为了使得本发明的目的、优点及技术方案更加清楚明白,本发明采用如下制剂制备例及具体实施例对本发明的技术方案进行解释说明,但是,本发明的保护范围不应被这里所阐述的具体实施方式所限制。

[0040] 制剂制备例:

[0041] 制备例1:16% Cyclobutrifluram • 种菌唑种子处理悬浮剂(1:3)

[0042] 配方组成:Cyclobutrifluram 4%、种菌唑12%、异构十三醇聚氧乙烯醚1%、苯乙烯基苯酚聚氧乙烯醚磷酸酯2%、木质素磺酸钠2%、聚丙烯酸乳液1%、黄原胶0.2%、玫红颜料5%、乙二醇5%、硅酸镁铝1%、有机硅消泡剂0.5%、苯甲酸钠1%、去离子水补足余量;

[0043] 制备方法:按照配比将活性成分、助剂、水经过高切剪切混合搅拌均匀,再经过磨砂机进行砂磨2.5h,使得平均粒径达到1~5微米,即可得到种子处理悬浮剂。

[0044] 制备例2:9% Cyclobutrifluram • 种菌唑微乳剂(1:5)

[0045] 配方组成:Cyclobutrifluram 1.5%、种菌唑7.5%、二甲苯13%、环己酮20%、烷基酚聚氧乙烯醚12%、E0-P0嵌段共聚物3%、苯乙烯酚聚氧乙烯醚硫酸钠2%、乙二醇5%、有机硅消泡剂0.05%、去离子水补足余量;

[0046] 制备方法:将活性成分、溶剂、乳化剂等混匀制得油相,将防冻液跟水混合均匀制得水相,将油相在搅拌状态下加入水相搅拌均匀,继续剪切10min,在加入有机硅消泡剂搅拌均匀,得到油相粒子为0.01~0.1微米的小液滴,即制得本发明所述的微乳剂。

[0047] 制备例3:12% Cyclobutrifluram • 种菌唑乳油(7:1)

[0048] 配方组成:Cyclobutrifluram 10.5%、种菌唑1.5%、碳酸丙烯酯12%、十二烷基苯磺酸钙4%、格尔伯特醇聚氧乙烯醚10%、N,N-二甲基甲酰胺15%、环己酮15%、溶剂油补足余量;

[0049] 制备方法:将计量后的活性成分、溶剂、助溶剂加入到调配釜中搅拌使其溶解,再加入乳化剂,用剩余溶剂补足余量,在搅拌釜中搅拌均匀,过滤后即的本发明所需乳油。

[0050] 制备例4:12% Cyclobutrifluram • 叶菌唑悬浮剂(5:1)

[0051] 配方组成:Cyclobutrifluram 10%、叶菌唑2%、琥珀酸二辛脂磺酸钠3%、E0-P0嵌段共聚物2%、烷基酚聚氧乙烯醚甲醚缩合物硫酸钠3%、聚羧酸钠1%、有机硅消泡剂0.5%、黄原胶0.2%、硅酸镁铝1%、乙二醇5%、苯甲酸钠0.5%、去离子水补足余量;

[0052] 制备方法:按配方比例,将活性成分、表面活性剂和其他功能性助剂依次置于反应釜中,加水混合均匀,经高速剪切,湿法砂磨,最后匀质过滤即得悬浮剂产品。

[0053] 制备例5:21% Cyclobutrifluram • 叶菌唑水分散粒剂(1:6)

[0054] 配方组成:Cyclobutriflura 3%、叶菌唑18%、十二烷基硫酸钠2%、萘磺酸盐甲醛缩合物8%、聚羧酸钠2%、白糖5%、高岭土补足余量;

[0055] 制备方法:按实施例配方比例,将活性成分加入载体中,并在其中加入表面活性剂和其他功能性助剂,混合,经气流粉碎后加10~25%的水,然后经捏合、造粒、干燥、筛分制得水分散粒剂产品;或将粉碎过的粉体在沸腾造粒机中喷水、造粒、干燥,之后筛分制得产品。

[0056] 制备例6:12% Cyclobutrifluram • 叶菌唑水乳剂(1:1)

[0057] 配方组成:Cyclobutrifluram 6%、叶菌唑6%、甘油脂肪酸酯聚氧乙烯醚3%、聚氧乙烯失水山梨醇单油酸酯3%、环己酮20%、黄原胶0.2%、乙二醇5%、尿素2%、山梨酸钠0.2%、有机硅消泡剂0.5%、去离子水补足余量;

[0058] 制备方法:按实施例配方比例,将活性成分溶解到溶剂中加入乳化剂,使溶解成均匀油相,将去离子水、防冻剂等混合在一起,成均一水相;在高速剪切下,将油相加入水相,最后加入增稠剂及消泡剂形成分散良好的水乳剂产品。

- [0059] 制备例7:18% Cyclobutrifluram • 灭菌唑种子处理悬浮剂(1:8)
- [0060] 配方组成:Cyclobutrifluram 2%、灭菌唑16%、甘油脂肪酸酯聚氧乙烯醚2%、脂肪醇环氧乙烷-环氧丙烷共聚物2%、木质素磺酸钠2%、硅酸镁铝1%、黄原胶0.3%、聚丙烯酸乳液1%、玫红颜料5%、丙二醇5%、有机硅消泡剂0.5%、卡松0.1%、去离子水补足余量。
- [0061] 制备方法:同制备例1。
- [0062] 制备例8:21% Cyclobutrifluram • 灭菌唑种子处理悬浮剂(2:1)
- [0063] 配方组成:Cyclobutrifluram 14%、灭菌唑7%、辛基酚聚氧乙烯醚磺酸钠1%、聚羧酸钠1%、烷基芳基聚氧乙烯聚氧丙烯醚2%,脂肪醇聚氧乙烯醚硫酸钠3%、硅酸镁铝1%、黄原胶0.2%、聚丙烯酸乳液1%、玫红颜料6%、丙二醇5%、有机硅消泡剂0.5%、对羟基苯甲酸钠盐0.2%、去离子水补足余量。
- [0064] 制备方法:同制备例1。
- [0065] 制备例9:22% Cyclobutrifluram • 灭菌唑种子处理悬浮剂(10:1)
- [0066] 配方组成:Cyclobutrifluram 20%、灭菌唑2%、烷基酚聚氧乙烯醚甲醚缩合物硫酸钠1%、烷基萘磺酸钠1%、烷基酚聚氧乙烯醚3%,烷基聚氧乙烯醚磺酸钠3%、硅酸镁铝1%、黄原胶0.2%、聚丙烯酸乳液1%、玫红颜料6%、丙三醇5%、有机硅消泡剂0.5%、苯并异噻唑啉酮钾0.1%、去离子水补足余量;
- [0067] 制备方法:同制备例1。
- [0068] 实施例1:Cyclobutrifluram与种菌唑、叶菌唑或灭菌唑中的任一种复配对小麦茎基腐病室内活性试验试验依据:试验参照NY/T 1156.2-2006中华人民共和国农业行业标准《农药室内生物测定试验准则
- [0069] 杀
- [0070] 菌剂第2部分:抑制病原菌菌丝生长试验平皿法》。
- [0071] 试验靶标:假禾谷镰刀菌(*Fusarium pseudograminearum*)。
- [0072] 仪器设备:湿热灭菌锅、超净工作台、恒温光照培养箱、电热鼓防风干燥箱、万分之一电子天平、移液枪、酒精灯、小烧杯、容量瓶、三角瓶、培养皿(Φ 9cm)、打孔器、接种器(Φ 0.6cm)、直尺等。
- [0073] 供试药剂:97%种菌唑原药、95%叶菌唑原药、95%灭菌唑原药、90% Cyclobutrifluram原药,以上药剂均由集团研发中心提供。
- [0074] 药剂配制:将以上原药分别用丙酮溶解后,再用0.1%的吐温80水溶液稀释,分别配制单剂母液,并根据混配目的、药剂活性设计不同的配比,各单剂及每组配比混剂配制成所需的系列质量浓度。
- [0075] 试验重复:试验药剂每个浓度4个培养皿,每个重复1个培养皿,共4次重复,以不含药剂的0.1%吐温80水溶液作为空白对照。
- [0076] 药剂处理:在无菌操作条件下,根据试验处理将预先融化、灭菌的PDA培养基定量加入到无菌锥形瓶中,从低浓度到高浓度依次定量吸取配制好的各处理药液10mL,分别加入到上述锥形瓶中,充分摇匀,然后等量倒入到培养皿中,制成相应浓度的含药平板。试验设置不添加药剂的0.1%吐温80水溶液作空白对照,每处理4个重复。
- [0077] 接种:将预先培养好的假禾谷镰刀菌,在无菌条件下用灭菌后的打孔器自菌落边缘切取菌饼,用接种器将菌饼接种于含药平板中央,盖上皿盖,放置在26℃的恒温光照培养

箱中黑暗培养。

[0078] 数据调查:根据空白对照培养皿中菌丝生长情况调查病原菌菌丝的生长情况。用直尺测量菌落直径,单位为厘米(cm),每个菌落用十字交叉法测量直径各一次,取平均值,并记录每个处理所有重复的原始数据。

[0079] 数据统计与分析:根据调查结果,计算各处理浓度对供试靶标菌的菌丝生长抑制率,单位为百分率(%) 计算结果保留小数点后两位。

$$[0080] \quad D = D_1 - D_2$$

[0081] 式中:

[0082] D——菌落增长直径;

[0083] D_1 ——菌落直径;

[0084] D_2 ——菌饼直径。

$$[0085] \quad I = \frac{D_0 - D_T}{D_0} \times 100$$

[0086] 式中:

[0087] I——菌丝生长抑制率;

[0088] D_0 ——空白对照菌落增长直径;

[0089] D_T ——药剂处理菌落增长直径。

[0090] 用DPS统计分析系统分析,求出毒力回归线、 EC_{50} 值,评价供试药剂对生物试材的活性。

[0091] 孙云沛法:根据共毒系数(CTC)来评价药剂混用的增效作用,复配的共毒系数 $CTC \geq 120$ 表现为增效作用; $CTC \leq 80$ 表现为拮抗作用; $80 < CTC < 120$ 表现为相加作用。

[0092] 混剂的共毒系数(CTC值)计算:

$$[0093] \quad ATI = \frac{S}{M} \times 100$$

[0094] 式中:

[0095] ATI——混剂实测毒力指数;

[0096] S——标准药剂的 EC_{50} ,单位为毫克每升(mg/L);

[0097] M——混剂的 EC_{50} ,单位为毫克每升(mg/L)。

$$[0098] \quad TTI = TI_A \times P_A + TI_B \times P_B$$

[0099] 式中:

[0100] TTI——混剂理论毒力指数;

[0101] TI_A ——A药剂毒力指数;

[0102] P_A ——A药剂在混剂中的百分含量,单位为百分率(%);

[0103] TI_B ——B药剂毒力指数;

[0104] P_B ——B药剂在混剂中的百分含量,单位为百分率(%)。

$$[0105] \quad CTC = \frac{ATI}{TTI} \times 100$$

[0106] 式中:

[0107] CTC——共毒系数;

[0108] ATI——混剂实测毒力指数；

[0109] TTI——混剂理论毒力指数。

[0110] 试验结果见下表：

[0111] 表1 Cyclobutrifluram与种菌唑复配对假禾谷镰刀菌室内生物活性测定试验

供试药剂	配比(A:B)		毒力回归方程	EC ₅₀ (mg.L ⁻¹)	ATI	TTI	共毒系数 (CTC)
Cyclobutrifluram (A)	/		y=3.8390+1.5353x	5.7043	32.598	-	-
种菌唑(B)	/		y=4.5415+1.7021x	1.8595	100.000	-	-
A:B	1	50	y=4.7216+1.4953x	1.5352	121.124	98.678	122.747
A:B	1	45	y=4.7959+1.4874x	1.3715	135.581	98.535	137.598
A:B	1	30	y=4.8316+1.5121x	1.2923	143.891	97.826	147.089
A:B	1	20	y=4.8792+1.5306x	1.1992	155.062	96.790	160.204
A:B	1	10	y=4.9388+1.6254x	1.0906	170.502	93.873	181.632
A:B	1	5	y=4.9616+1.6918x	1.0536	176.490	88.766	198.825
A:B	3	1	y=4.4737+1.5989x	2.1338	87.145	49.449	176.233
A:B	8	1	y=4.2751+1.4871x	3.0722	60.527	40.087	150.987
A:B	24	1	y=4.1121+1.5073x	3.8817	47.904	35.294	135.728
A:B	32	1	y=4.0540+1.5135x	4.2172	44.093	34.641	127.287
A:B	48	1	y=4.0596+1.4596x	4.4087	42.178	33.974	124.149

[0113] 表2 Cyclobutrifluram与叶菌唑复配对假禾谷镰刀菌室内生物活性测定试验

供试药剂	配比(A:B)		毒力回归方程	EC ₅₀ (mg.L ⁻¹)	ATI	TTI	共毒系数 (CTC)
Cyclobutrifluram (A)	/		y=3.8390+1.5353x	5.7043	7.982	-	-
叶菌唑(B)	/		y=5.5597+1.6379x	0.4553	100.000	-	-
A:B	1	40	y=5.6474+1.5420x	0.3803	119.721	97.756	122.470
A:B	1	25	y=5.6406+1.5128x	0.3772	120.705	96.461	125.134
A:B	1	12	y=5.6231+1.4319x	0.3671	124.026	92.922	133.474
A:B	1	6	y=5.6649+1.5017x	0.3608	126.192	86.855	145.291
A:B	1	3	y=5.7088+1.5765x	0.3551	128.217	76.995	166.526
A:B	8	1	y=4.7215+1.7665x	1.4377	31.669	18.206	173.947
A:B	16	1	y=4.4086+1.8040x	2.1271	21.405	13.395	159.802
A:B	24	1	y=4.2672+1.7303x	2.6518	17.169	11.662	147.220
A:B	32	1	y=4.3053+1.4215x	3.0811	14.777	10.770	137.205
A:B	48	1	y=4.2038+1.4626x	3.5024	13.000	9.860	131.847
A:B	55	1	y=4.1732+1.4269x	3.7967	11.992	9.625	124.594

[0115] 表3 Cyclobutrifluram与灭菌唑复配对假禾谷镰刀菌室内生物活性测定试验

供试药剂	配比(A:B)		毒力回归方程	EC ₅₀ (mg.L ⁻¹)	ATI	TTI	共毒系数 (CTC)
[0116] Cyclobutrifluram (A)	/		y=3.8390+1.5353x	5.7043	24.357	-	-
灭菌唑(B)	/		y=4.7761+1.5679x	1.3894	100.000	-	-
A:B	1	32	y=4.9319+1.5797x	1.1043	125.817	97.708	128.769
A:B	1	24	y=4.9943+1.5322x	1.0086	137.755	96.974	142.053
A:B	1	16	y=5.0731+1.2665x	0.8755	158.698	95.550	166.088
A:B	1	8	y=5.1166+1.4488x	0.8308	167.236	91.595	182.582
A:B	1	2	y=5.0436+1.5481x	0.9372	148.250	74.786	198.233
[0117] A:B	2	1	y=4.8767+1.6713x	1.1852	117.229	49.571	236.486
A:B	8	1	y=4.4540+1.5490x	2.2518	61.713	32.762	188.368
A:B	16	1	y=4.2705+1.6966x	2.6913	51.626	28.807	179.214
A:B	24	1	y=4.2524+1.4671x	3.2328	42.978	27.383	156.953
A:B	32	1	y=4.1818+1.3913x	3.8735	35.869	26.649	134.598
A:B	48	1	y=4.0696+1.4908x	4.2081	33.017	25.901	127.476

[0118] 由上表1-3可以看出,将Cyclobutrifluram与三唑类杀菌剂种菌唑、叶菌唑或灭菌唑中得任一种进行合理的复配,对假禾谷镰刀菌具有较好的防治效果。Cyclobutrifluram与种菌唑的质量比为1:50~48:1时,对假禾谷镰刀菌表现为增效作用;Cyclobutrifluram与叶菌唑的质量比为1:40~55:1时,联合作用表现为增效作用;Cyclobutrifluram与灭菌唑的质量比为1:32~48:1时,对假禾谷镰刀菌的联合作用表现为增效作用。

[0119] 实施例2:Cyclobutrifluram与种菌唑、叶菌唑或灭菌唑中的任一种复配对水稻恶苗病室内活性试验

[0120] 试验依据:试验参照NY/T 1156.2-2006中华人民共和国农业行业标准《农药室内生物测定试验准则杀菌剂第2部分:抑制病原菌菌丝生长试验平皿法》。

[0121] 试验菌株:串珠镰刀菌(*Fusarium moniliforme*),由沈阳化工研究院提供。

[0122] 仪器设备:高压蒸汽灭菌器,超净工作台,培养箱,电热鼓风干燥箱,万分之一电子天平,移液器,酒精灯,烧杯(50mL),容量瓶,三角瓶(100mL),培养皿(Φ9cm),打孔器(Φ0.6cm),接种器,直尺等。

[0123] 供试靶标培养条件:将室内冰箱4℃保存的串珠镰刀菌转接于马铃薯葡萄糖琼脂培养基上,置于25℃培养箱中黑暗培养5d后使其活化,备用。

[0124] 供试药剂:97%种菌唑原药、95%叶菌唑原药、95%灭菌唑原药、90% Cyclobutrifluram原药,以上药剂均由集团研发中心提供。

[0125] 药剂配制:将以上原药分别用丙酮溶解后制成高浓度母液,再用0.1%的吐温80水溶液稀释,分别配制单剂母液,并根据混配目的、药剂活性设计不同的配比,各单剂及每组配比混剂配制成所需的系列质量浓度。

[0126] 试验重复:试验药剂每个浓度4个培养皿,每个重复1个培养皿,共4次重复,以不含药剂的0.1%吐温80水溶液作为空白对照。

[0127] 药剂处理:在无菌操作条件下,用移液器分别向预先标定准确的灭菌三角瓶中加入不同浓度的药液5mL,然后将融化冷却至适宜温度的培养基加入到三角瓶中,充分摇匀后

等量倒入到4个培养皿中,制成相应浓度的含药PDA平板。

[0128] 接种:将预先培养好的串珠镰刀菌,在无菌条件下用灭菌打孔器自菌落边缘切取菌饼,用接种器将菌饼接种于含药平板中央,盖上菌盖,放置在25℃的恒温培养箱中黑暗培养。

[0129] 数据调查:根据对照处理中菌落生长至培养皿直径的2/3~4/5大小时进行试验调查。用直尺测量菌落直径(cm),每个菌落用十字交叉法测量直径各一次,取平均值。

[0130] 数据统计与分析:根据调查结果,计算各处理浓度对供试靶标菌的菌丝生长抑制率,单位为百分率(%) 计算结果保留小数点后两位。

$$[0131] \quad D = D_1 - D_2$$

[0132] 式中:

[0133] D——菌落增长直径;

[0134] D_1 ——菌落直径;

[0135] D_2 ——菌饼直径。

$$[0136] \quad I = \frac{D_0 - D_T}{D_0} \times 100$$

[0137] 式中:

[0138] I——菌丝生长抑制率;

[0139] D_0 ——空白对照菌落增长直径;

[0140] D_T ——药剂处理菌落增长直径。

[0141] 用DPS统计分析系统分析,求出毒力回归线、 EC_{50} 值,评价供试药剂对生物试材的活性。

[0142] 孙云沛法:根据共毒系数(CTC)来评价药剂混用的增效作用,复配的共毒系数 $CTC \geq 120$ 表现为增效作用; $CTC \leq 80$ 表现为拮抗作用; $80 < CTC < 120$ 表现为相加作用。

[0143] 混剂的共毒系数(CTC值)计算:

$$[0144] \quad ATI = \frac{S}{M} \times 100$$

[0145] 式中:

[0146] ATI——混剂实测毒力指数;

[0147] S——标准药剂的 EC_{50} ,单位为毫克每升(mg/L);

[0148] M——混剂的 EC_{50} ,单位为毫克每升(mg/L)。

$$[0149] \quad TTI = TI_A \times P_A + TI_B \times P_B$$

[0150] 式中:

[0151] TTI——混剂理论毒力指数;

[0152] TI_A ——A药剂毒力指数;

[0153] P_A ——A药剂在混剂中的百分含量,单位为百分率(%) ;

[0154] TI_B ——B药剂毒力指数;

[0155] P_B ——B药剂在混剂中的百分含量,单位为百分率(%) 。

$$[0156] \quad CTC = \frac{ATI}{TTI} \times 100$$

[0157] 式中:

[0158] CTC——共毒系数;

[0159] ATI——混剂实测毒力指数;

[0160] TTI——混剂理论毒力指数。

[0161] 试验结果见下表:

[0162] 表4 Cyclobutrifluram与种菌唑复配对串珠镰刀菌室内生物活性测定试验

供试药剂	配比(A:B)		毒力回归方程	EC ₅₀ (mg.L ⁻¹)	ATI	TTI	共毒系数 (CTC)
Cyclobutrifluram (A)	/		y=3.4077+1.8381x	7.3498	1.460	-	-
种菌唑(B)	/		y=6.4832+1.5302x	0.1073	100.000	-	-
A:B	1	40	y=6.6174+1.5926x	0.0964	111.307	97.597	114.048
A:B	1	30	y=6.5849+1.5187x	0.0905	118.564	96.821	122.456
A:B	1	20	y=6.6742+1.5255x	0.0799	134.293	95.308	140.905
A:B	1	10	y=6.8833+1.6537x	0.0726	147.796	91.042	162.339
A:B	1	3	y=6.8903+1.7286x	0.0806	133.127	75.365	176.642
A:B	7	1	y=5.6462+1.6168x	0.3984	26.933	13.777	195.485
A:B	14	1	y=5.1465+1.4567x	0.7933	13.526	8.029	168.456
A:B	28	1	y=4.7841+1.4631x	1.4047	7.639	4.858	157.244
A:B	32	1	y=4.6645+1.5634x	1.6390	6.547	4.446	147.250
A:B	48	1	y=4.3936+1.5278x	2.4939	4.302	3.471	123.958
A:B	50	1	y=4.3488+1.4445x	2.8237	3.800	3.392	112.026

[0164] 表5 Cyclobutrifluram与叶菌唑复配对串珠镰刀菌室内生物活性测定试验

供试药剂	配比(A:B)		毒力回归方程	EC ₅₀ (mg.L ⁻¹)	ATI	TTI	共毒系数 (CTC)
Cyclobutrifluram	/		y=3.4077+1.8381x	7.3498	37.307	-	-

(A)							
叶菌唑(B)	/		y=4.2873+1.6268x	2.7420	100.000	-	-
A:B	1	45	y=4.5321+1.4277x	2.1267	128.932	98.637	130.714
A:B	1	25	y=4.5774+1.4347x	1.9704	139.160	97.589	142.598
A:B	1	15	y=4.6350+1.4522x	1.7839	153.708	96.082	159.977
A:B	1	5	y=4.6744+1.4945x	1.6513	166.051	89.551	185.426
A:B	1	3	y=4.7056+1.4445x	1.5983	171.557	84.327	203.443
A:B	1	1	y=4.5489+1.4151x	2.0833	131.618	68.654	191.713
A:B	3	1	y=4.3279+1.4710x	2.8636	95.754	52.980	180.734
A:B	5	1	y=4.1926+1.4731x	3.5324	77.624	47.756	162.544
A:B	10	1	y=4.1450+1.3965x	4.0950	66.960	43.006	155.697
A:B	20	1	y=3.9128+1.5602x	4.9752	55.113	40.293	136.783
A:B	40	1	y=3.9261+1.4286x	5.6458	48.567	38.836	125.056

[0167] 表6 Cyclobutrifluram与灭菌唑复配对串珠镰刀菌室内生物活性测定试验

供试药剂	配比(A:B)		毒力回归方程	EC ₅₀ (mg.L ⁻¹)	ATI	TTI	共毒系数 (CTC)
Cyclobutrifluram (A)	/		y=3.4077+1.8381x	7.3498	2.706	-	-
灭菌唑 (B)	/		y=6.0055+1.4335x	0.1989	100.000	-	-
A:B	1	30	y=6.1498+1.5693x	0.1851	107.455	96.861	110.937
A:B	1	25	y=6.2172+1.5085x	0.1560	127.500	96.258	132.457
A:B	1	10	y=6.1744+1.3479x	0.1345	147.881	91.155	162.230
A:B	1	8	y=6.3193+1.4800x	0.1284	154.907	89.190	173.682
A:B	1	5	y=6.3738+1.5563x	0.1310	151.832	83.784	181.218
A:B	1	2	y=6.3459+1.5754x	0.1399	142.173	67.569	210.412
A:B	2	1	y=5.7058+1.3895x	0.3105	64.058	35.137	182.307
A:B	10	1	y=4.9599+1.4197x	1.0672	18.638	11.551	161.349
A:B	20	1	y=4.5996+1.5454x	1.8158	10.954	7.339	149.251
A:B	30	1	y=4.4391+1.4425x	2.4483	8.124	5.845	138.998
A:B	40	1	y=4.2051+1.3996x	3.6981	5.378	5.079	105.891

[0169] 由上表4-6可以看出,将Cyclobutrifluram与三唑类杀菌剂种菌唑、叶菌唑或灭菌唑中的任一种进行合理的复配,对串珠镰刀菌具有较好的防治效果。Cyclobutrifluram与种菌唑的质量比为1:30~48:1时,对串珠镰刀菌表现为增效作用;Cyclobutrifluram与叶菌唑的质量比为1:45~40:1时,联合作用表现为增效作用;Cyclobutrifluram与灭菌唑的质量比为1:25~30:1时,对串珠镰刀菌的联合作用表现为增效作用。

[0170] 实施例3:田间防治水稻恶苗病试验

[0171] 试验依据:试验参照GB/T 17980.104-2004《农药田间药效试验准则(二)第104部分:杀菌及防治水稻恶苗病》。

[0172] 试验靶标:水稻恶苗病菌。

[0173] 试验作物:水稻。

[0174] 试验设计:试验药剂、对照药剂和空白对照的小区处理采用随机区组排列。试验设置7个药剂浸种处理,以清水作为空白对照。苗床每个处理面积为10m²,大田种植面积为30m²,每个处理重复4次。

[0175] 试验于2022年5月31日浸种,6月2日催芽,6月5日进行播种。各处理按照试验设计浓度配制好药液并充分搅拌,倒入干种子,浸种48h进行催芽,浸种期间保持种子不露出水面。3d后播种于秧盘中,按照水稻技术规程严格控制苗床温度和湿度。出苗后将秧盘移至秧田,秧龄30d时移至大田中。

[0176] 调查项目:当苗床上的水稻苗出齐后,调查各处理小区的出苗率,病情指数调查分别在移栽前、大田水稻孕穗期各调查1次。

[0177] 秧苗期移栽前,在秧田中每小区5点取样,每点调查200株秧苗,调查病株率,计算防治效果;

[0178] 在大田孕穗期调查,每小区随机5点取样,每点调查20丛,记录发病株数,并计算各处理病株率和防治效果。

[0179] 药效计算方法:

$$[0180] \quad \text{发芽率}(\%) = \frac{\text{发芽种子数}}{\text{调查种子数}} \times 100$$

$$[0181] \quad \text{病株率}(\%) = \frac{\text{病苗数}}{\text{调查总苗数}} \times 100$$

$$[0182] \quad \text{防治效果}(\%) = \frac{\text{空白对照区病株率} - \text{处理区病株率}}{\text{空白对照区病株率}} \times 100$$

[0183] 试验结果如下所示:

[0184] 表7田间防治水稻恶苗病试验结果

编号	药剂名称	有效成分 用药量 (g/100kg 种子)	出苗率 (%)	秧田		大田	
				病株率 (%)	防治效果 (%)	病株率 (%)	防治效果 (%)
[0185] 1	21% Cyclobutrifluram•灭菌唑种子处理悬浮剂 (2:1)	15	96.19	0.50	93.59	0.26	94.10
2	21% Cyclobutrifluram•叶菌唑水分散粒剂 (1:6)	30	95.56	0.40	94.87	0.30	93.18
3	16% Cyclobutrifluram•种菌唑种子处理悬浮剂 (1:3)	20	95.06	0.30	96.15	0.15	96.56
4	100g/L 种菌唑种子处理悬浮剂	25	94.56	1.50	80.77	0.74	83.24
5	25g/L 灭菌唑种子处理悬浮剂	20	94.31	1.80	76.92	0.88	80.06
6	8% 叶菌唑悬浮剂	40	93.81	1.90	75.64	1.06	76.08
[0186] 7	20% Cyclobutrifluram 种子处理悬浮剂	30	94.88	2.50	67.95	1.28	71.00
8	空白对照	/	93.75	7.80	-	4.42	-

[0187] 由表7可以看出,本发明的农药组合物对水稻恶苗病均表现出明显的防治效果,与空白对照药剂处理相比较,出苗率与空白对照基本相当,表明各制剂制备例对水稻种子进行浸种处理后,不会对水稻产生药害。而与单剂杀菌剂相比,各复配制剂病株率降低,具有较好的防治效果。

[0188] 实施例4:田间防治小麦茎基腐病试验

[0189] 试验靶标:小麦茎基腐病菌。

[0190] 试验作物:小麦。

[0191] 施药方法:试验施药分为根部喷雾和药剂拌种两种方式。

[0192] 试验设计:根据试验方法设置相应的药剂处理;根部喷雾试验设置5个处理,药剂拌种试验设置8个处理,以上试验重复4次,各试验小区按照随机区组排列,小区面积20m²。

[0193] 试验方法:根部喷雾试验施药时间为小麦种植后3个半月进行,在小麦茎基腐病发病初期进行根部喷雾施药,施药间隔7d后再喷施一次,总计施药2次。

[0194] 药剂拌种处理在小麦种植前按照试验设计将小麦进行拌种处理。

[0195] 调查方法及调查时间:

[0196] 试验于小麦乳熟期进行调查,每小区随机五点取样,每点选取100株,调查各级病株数,分级标准如下所示:

[0197] 病情按照以下标准进行分级:

[0198] 0级:整株无变褐症状;

[0199] 1级:根部有变褐现象;

[0200] 3级:地上部分第一茎节有变褐腐烂现象;

[0201] 5级:地上部分第二茎节有变褐腐烂现象;

[0202] 7级:病斑超过第二茎节,但无白穗;

[0203] 9级:病斑超过第二茎节,有白穗;

[0204] 病情指数及防治效果计算公式:

$$[0205] \text{病情指数} = \frac{\sum(\text{各级病株数} \times \text{相对级数值})}{\text{调查总株数} \times 9} \times 100$$

$$[0206] \text{防治效果}(\%) = \frac{(\text{对照区平均病情指数} - \text{处理区平均病情指数})}{\text{对照区平均病情指数}} \times 100$$

[0207] 试验结果如下所示:

[0208] 表8小麦茎基腐病药剂拌种施药试验结果

编号	药剂名称	有效成分用量 (g/100kg 种子)	病情指数	防治效果 (%)
1	21% Cyclobutrifluram•灭菌唑种子处理悬浮剂 (2:1)	4	1.16	92.03
2	12% Cyclobutrifluram•种菌唑乳油 (7:1)	6	1.52	89.55
3	12% Cyclobutrifluram•叶菌唑水乳剂 (1:1)	8	1.26	91.38
4	8% 叶菌唑悬浮剂	5	2.43	83.33
5	25g/L 灭菌唑种子处理悬浮剂	5	3.29	77.38
6	100g/L 种菌唑种子处理悬浮剂	8	3.81	73.86
7	20% Cyclobutrifluram 种子处理悬浮剂	10	4.28	70.62
8	空白对照	/	14.56	-

[0210] 表9小麦茎基腐病根部喷雾施药试验结果

编号	药剂名称	有效成分 用量 (g/hm ²)	病情指数	防治效果 (%)
1	12% Cyclobutrifluram•叶菌唑悬浮剂 (5:1)	50	1.76	89.90
2	21% Cyclobutrifluram•叶菌唑水分散粒剂 (1:6)	50	2.38	86.29
3	8% 叶菌唑悬浮剂	70	4.52	74.02
4	12% Cyclobutrifluram 悬浮剂	60	5.13	70.47
5	空白对照	/	17.38	-

[0212] 田间药效表明,Cyclobutrifluram与种菌唑、叶菌唑以及灭菌唑混配对小麦茎基腐病表现出明显优于单剂的抑菌活性。

[0213] 综上所述,通过室内毒力测定和田间药效试验,可以看出本发明的农药组合物对镰刀菌有很好的防治效果,且对靶标作物安全,防效显著,在延缓抗药性的产生、延长持效性方面均优于单剂,能够有效降低成本,减少药剂残留。

[0214] 尽管本申请借助于实施例详细描述了特定实施方式,但是本申请的公开内容可采用各种修改和替换形式。但是应该理解的是,本申请的公开内容不限于所公开的特定形式。相反,本申请的公开内容覆盖本申请公开内容范围内的所有修改、等价物和替换形式,本申请的范围由所附权利要求及其法律等效物限定。