

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl⁶

A01N 25/12

A01N 25/08

[12]发明专利说明书

[21] ZL 专利号 88102168.7

[45]授权公告日 1999 年 11 月 10 日

[11]授权公告号 CN 1046181C

[22]申请日 88.4.16 [24]颁证日 99.8.21 [21]申请号 88102168.7 [30]优先权 [32]87.4.17 [33]JP [31]96002/1987 [73]专利权人 武田药品工业株式会社 地址 日本大阪市 [72]发明人 大林久 冈内哲夫 内藤纪雄 审查员 赵 霞	[74]专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商标事务所 代理人 王 杰 张元忠 权利要求书 1 页 说明书 9 页 附图页数 0 页
---	---

[54]发明名称 固体农业化学组合物及其生产方法

[57]摘要

一种能够漂浮于水面的固体农业化学组合物,其中含有一种农业化学活性组分,经破碎和研磨后粒径约为60~600 μ m的砂粒和高级脂肪酸。将该组合物施用于水面时,因其能够漂浮于水面或易于附着于植物的茎干和叶面,从而能够有效地防治虫害如灰褐稻虱和病害如鞘枯病。

ISSN 1008-4274

权 利 要 求 书

1.一种能够漂浮于水面的固体农业化学组合物,其中含有
(1)农业化学活性组分,它选自 S,S'-(2-二甲氨基三亚甲基)
双(硫代氨基甲酸酯)盐酸盐、2-(1-甲基-丙基)苯基氨基
甲酸酯、2-(1-甲基乙基)苯基甲基氨基甲酸酯、1-萘
基 N-甲基氨基甲酸酯和 1L-(1, 3, 4/2, 6)-2, 3-
二羟基-6-羟甲基-4-[(1S, 4R, 5S, 6S)-4, 5,
6-三羟基-3-羟甲基环己-2-烯基氨基]环己基 β -D-吡
喃葡萄糖苷或上述两种或更多种组分的组合物,(2)粒径范围约
为 60-600 μ m 的碎砂以及(3)选自硬脂酸、棕榈酸与月桂酸或
其混合物的高级脂肪酸。

2.按照权利要求 1 的固体农业化学组合物,其中高级脂肪酸的
用量,以组合物总重为 100 重量份计,约为 0.3~10 重量份。

3.按照权利要求 1 的固体农业化学组合物,其中组合物呈粒
状。

4.按照权利要求 1 的固体农业化学组合物,其中农业化学活性
组分为杀虫剂。

5.按照权利要求 1 的固体农业化学组合物在控制水面附近或
水稻茎干部的病虫害方面的用途。

说 明 书

固体农业化学组合物及其生产方法

本发明涉及一种能够漂浮在水面的固体农业化学组合物。

近来的研究是试图提供能够漂浮在水面的颗粒状组合物，采用的方法是(1)举例来说，使杀虫组份被吸附在能够漂浮于水面的载体之上或是用杀虫组份等涂敷该载体，也可以是(2)使载体与杀虫组分等混合，并将该混合物粒化，用防水剂涂敷颗粒，或其它方法。

举例来说，日本专利公开第15613/73号披露了一种按下述方法制备的漂浮颗粒组合物，该法是用由粘合剂处理固体沉淀物质和漂浮物质从而得到的基体材料吸附杀虫组分和表面活性剂或防水剂，日本专利公开第1240/72号披露了一种通过用聚丁烯将杀虫组分附着在煅烧过的珍珠岩上而制得的漂浮颗粒组合物。日本专利公开第11421/74号披露了一种可施用于水面的颗粒状组合物，其中含有具有气体发散效果，即能够挥发从而产生杀虫效果的杀虫化合物。所述颗粒组合物可通过下述方法制得，用通过挥发性化合物与防水物质在有或无载体存在下进行混合而制得的防水细粉，附着在颗粒状基体材料的表面。

此外，日本专利公开第8600/69号介绍了一种能漂浮的颗粒状杀虫组合物，它是通过用作为载体的且吸水率为35~50%的颗粒状浮石或蛭石吸收活性组份，并用高级脂肪酸涂敷承载有活性组份的载体颗粒。

然而，从实用的观点来看，上述各种先有技术中的组合物均存在有不足之处，就日本专利公开第15613/73号和1240/72号来说，使用能够漂浮于水面的载体是至关重量的，就日本专利公开第8600/69号来说，所使用的具有特定吸水率的物质仅限于浮石或蛭石，就日本专利公开第11421/74号来说，颗粒状组合物中的活性组分仅限于挥发性杀虫化合物，而上述组

合物的组成复杂也是不实用的一个方面。此外，虽然这些组合物以颗粒状态被施用于水面，因其能够漂浮于水面而在某种程度上有效地降低了因土壤吸收和底层水溶解所造成的损失，但是，由于活性组分在整个水面上的扩散且难以附着在植物体上，因而相当一部分的活性组分未能与植物体接触而被浪费了。

本发明的目的是提供这样一种农业化学组合物，当将其施用于水面时，能够有效地与植物体接触从而使其中的农业化学活性组分按照毛细现象的原理进入茎干或是直接附着在茎和/或叶面上，使植物茎干部的病虫害防治效果得到提高。

人们试图克服在水面上施用常规形态的组合物所遇到的缺点，但是尽管农业化学活性组分的抗病虫害活性很强，对于诸如通常生长在水面附近的灰褐稻虱之类的害虫或诸如通常发病于水稻茎干部的鞘枯病之类的植物病来说，其防治效果并不令人满意。通过研究将各种粘合剂，防水剂和其它添加剂掺合在含有农业化学活性组分和固体载体的组合物中所产生的效果，本发明人发现，若在一组合物中具有用作载体的碎砂（粒径范围约为60~600 μm ）和高级脂肪酸的话，尽管碎砂较重，易于沉入水中，但是由于高级脂肪酸的存在该组合物能够漂浮于水面。他们进一步发现，作为农业化学组合物载体的碎砂特性及高级脂肪酸的浮游性可使植物茎干部及其周围的活性组分浓度提高，可见该组合物的特征在于它可以令人满意地直接附着于茎部和叶面。关于这一点，应该注意的是滋生于植物茎干部和水面附近的病虫害难以防治。正是基于这些发现所进行的进一步研究结果完成了本发明。

因此，本发明涉及一种能够漂浮于水面的固体组合物，其中含有一种农业化学活性组分、经过破碎或研磨的砂粒（简言之称为碎砂，其粒径范围约为60~600 μm ）和高级脂肪酸。

本发明还涉及制备能够漂浮于水面的农业化学组合物的方法，其中包

括农业化学活性组分、粒径范围约为60~600 μm 的碎砂和高级脂肪酸的混合过程。

本发明还涉及一种防治稻田内水稻病虫害的方法，其中包括将能够漂浮于水面的固体农业化学组合物施用于稻田，该组合物中含有农业化学活性组分，粒径范围约为60~600 μm 的碎砂以及高级脂肪酸。

用于本发明的农业化学活性组分以那些能够防治滋生于水面附近或水稻茎干部的病虫害的化合物为佳。

这类农业化学活性组分的实例包括杀虫剂或杀菌剂，例如 S，S'-(2-二甲氨基三亚甲基)双(硫代氨基甲酸酯)盐酸盐(俗名：巴丹)，它对稻螟的防治效果良好，若以本发明制剂的形式施用，则其对灰褐稻虱也具有良好的防治效果，因此可用作灰褐稻虱的防治剂。

除巴丹以外的其他农业化学活性组分也可用于本发明，包括杀虫剂如 2-(1-甲基丙基)苯基氨基甲酸酯(巴沙(BPMC))，2-(1-甲基乙基)苯基氨基甲酸酯(叶蝉散(MIPC))，3,4-二甲基苯基氨基甲酸酯(灭杀威(MPMC))，O，O-二甲基-O-4-硝基-m-甲苯基硫代磷酸酯(杀螟松(MEP))，O，O-二乙基-O-(2-异丙基-4-甲基-6-嘧啶基)硫代磷酸(二嗪农)，1-萘基N-甲基氨基甲酸酯(西维因(NAC))，O，O-二乙基-O-(5-苯基-3-异恶唑基)硫代磷酸酯(异恶唑磷)，二乙基巯基琥珀酸酯的O，O-二甲基二硫代磷酸酯(马拉松)，拟除虫菊酯杀虫剂，以及杀菌剂如 1L-(1,3-4/2,6)-2,3-二羟基-6-羟甲基-4-((1S,4R,5S,6S)-4,5,6-三羟基-3-羟甲基环己烯-2-基氨基)-环己基- β -D-吡喃葡萄糖苷(有效霉素)。这些组分可被单独使用，也可根据需要以两组分或多组分混合物的形式使用。

用作本发明载体的碎砂如日本公开未审查专利申请№286302/86 所披露的那些种类。然而，为了用于本发明的组合物，所述的碎砂应以细碎颗粒为佳。更具体地说，粒径范围应为约60~600 μm 。这种粒径的碎砂颗

粒可采用传统方法破碎或研磨而成，这种碎砂可通过日本公开未审查专利申请№286302/86 所述方法获得。可采用玄武岩，安山岩，砂石，石英斑岩以及诸如此类的石质材料为生产碎砂的原料。借助于粗粒筛，波流型筛等脱除表土和其它杂质后，可采用与制造碎料相同的方式破碎原矿石。举例来说，开采出的原矿石可采用传统的泥浆法或其它适宜的处理方法脱除其中的杂质，然后借助于已知的破碎机如颚式破碎机（用于进行粗破碎），圆锥破碎机（用于进行中碎）和叶轮式破碎机（用于细破碎），经过破碎的物料可借助于风力分选机得到分级，收集粒径约为60~600 μm 的碎砂。

此外，本发明的特征在于使用这种碎砂作为适宜的农业化学组合物载体与高级脂肪酸配合使用，后者不同于诸如聚乙二醇，甘油和聚乙烯醇之类的粘合剂。如此配合使用可使得农业化学活性组分令人满意地和稳定地被吸附或承载于载体之上，从而使该组合物能够漂浮于水面，并且可提高水面附近农业化学活性组分的浓度。其结果是在水面附近产生良好的茎干病虫害防治效果。再者，若将本发明的组合物施用于稻田，则一部分组合物会附着于露出水面的茎干和叶面上且显示出良好的防治病虫害的能力。总之，该组合物可产生显著的防治病虫害效果。

用于本发明的高级脂肪酸以含8~20个碳原子为佳，其中包括硬脂酸，棕榈酸和月桂酸。上述脂肪酸可单独使用，也可以两组分或多组混合物的形式使用。

除上述碎砂外，必要的话，还可掺合使用一种或多种固体载体如植物粉末，陶土，滑石，氧化硅（硅藻土等），沸石，河砂和碳酸钙，其各自用量的选取不得有损于本发明效果。这样，用于本发明的载体可以是上述碎砂或是上述碎砂与上述传统固体载体的结合体。

本发明组合物的制备可通过采用传统的方法将载体，农业化学活性组分及高级脂肪酸混合来完成，这样，借助于高级脂肪酸便可使农业化学活性组分附着于载体或是涂敷于载体之上。混合过程通常是先将载体导入一

常用混合器如鼓式混合机中，然后加入活性组分，最后加入高级脂肪酸。混合的添加次序并非至关重要。因此，举例来说，为了使活性组分易于附着于载体，可在添加活性组分之后加入载体和高级脂肪酸。

关于混合步骤，为了便于附着，可继续添加常用粘合剂如羟基甲基纤维素钠((M C Na)，聚乙烯醇或淀粉。

本发明组合物的存在形式不仅可以是常用的颗粒，也可以是采用常规方法获得的更细小的颗粒或粉末状颗粒。

必要时，本发明组合物可含有表明活性剂（例如聚氧苯乙烯酚），抗氧化剂（例如异丙基酸式磷酸酯），流动改进剂，润湿剂或稳定剂（例如磷酸）和/或诸如此类的物质，各自的用量不得有损于本发明的效果。

至于各组分比例，农业化学活性组分的用量（若以两组分或多组分配合使用，该用量是指诸组分的总量），以组合物总量为100重量份计，约为0.2 ~ 40份，以约为0.5 ~ 35重量份为佳。在巴丹组合物中，巴丹的用量在约1 ~ 30重量份为佳。

高级脂肪酸的用量范围，以同样基准计，约为0.3 ~ 10重量份，以约0.5 ~ 8重量份为佳，以约1 ~ 6重量份为更佳。

本发明的固体农业化学组合物可漂浮于水面，其中的农业化学活性组分可稳定地承载于载体之上，由于该组合物可漂浮于水面且可附着在植物茎干和叶面上，因而能够有效地防治虫害如灰褐稻虱和病害如鞘枯病。

下例实施例和试验实例对本发明进行进一步描述，但是并不构成对本发明范围的限制。

在下列实施例中，“份”是指“重量份”。

实施例1

在一鼓式混合机中，加入94.5份粒径为300 ~ 100 μm 的碎砂，然后加入4份巴丹，混合后，加入1.2份硬脂酸和0.3份磷酸。随后经过充分

混合，使碎砂表面得到涂敷，制得颗粒状组合物。

实施例2

采用6 份巴丹，2.6 份硬脂酸，0.5 份异丙基酸式磷酸酯和90.9份粒径为250 ~60 μm 的碎砂完成实施例1 的步骤，可制得颗粒组合物。

实施例3

采用5 份巴丹，3.5 份棕榈酸，0.7 份磷酸，1.8份陶土和89份粒径为300 ~100 μm 的碎砂完成实施例1 的步骤，制得一颗粒状组合物。

实施例4

采用4 份巴丹，5 份月桂酸，0.6 份磷酸和90.4份粒径为300 ~100 μm 的碎砂完成实施例1 的步骤，得到一颗粒状组合物。

实施例5

在一鼓式混合机中加入93份粒径为300 ~100 μm 的碎砂，然后加入4 份巴沙，混合后，加入1.2 份硬脂酸，0.3 份磷酸和1.5 份白碳。随后经充分混合使碎砂表面得到涂敷，从而制得颗粒状组合物。

实施例6

采用6 份叶蝉散，2.6 份硬脂酸，0.5 份异丙基酸式磷酸酯和90.9份粒径为250 ~60 μm 的碎砂完成实施例1 的步骤，得到一颗粒状组合物。

实施例7

采用5 份西维因，3.5 份棕榈酸，0.7 份磷酸，1.8 份陶土和89份粒径为300 ~100 μm 的碎砂完成实施例1 的步骤，从而制得颗粒状组合物。

实施例8

采用4份有效霉素，2.5份月桂酸，0.2份磷酸和96.3份粒径为300~100 μm 碎砂完成实施例1的步骤，得到一颗粒状组合物。

下列对比组合物不属于本发明范围。

对比组合物1

采用4份巴丹，1.5份POE苯乙烯酚，0.5份磷酸和94份粒径为1000~800 μm 的河砂完成实施例1的步骤，得到一颗粒状组合物。

对比组合物2

采用4份巴丹，1.2份硬脂酸，0.3份磷酸和94.5份粒径为1000~800 μm 的河砂完成实施例1的步骤，可制得一颗粒组合物。

对比组合物3

将4份巴丹，0.5份磷酸，90.5份粉碎的陶土（粒径不大于44 μm ）和5份用作粘合剂的聚乙烯醇均匀混合在一起，然后加入17.5份用于进行捏合的水，将经过充分捏合的混合物粒化，其粒径为1000 μm ，随后进行干燥，得到颗粒状组合物。

对比组合物4

将4份巴丹，0.5份磷酸，3.5份硬脂酸，87份粉化陶土（粒径不大于44 μm ）和5份聚乙烯醇（用作粘合剂）均匀混合在一起，然后加入17.5份水，经过充分捏合后，粒化混合物，粒径为1000 μm ，干燥后，可得到一颗粒状组合物。

对比组合物5

采用与实施例1相同的方法，借助于0.5份甲基硅氧烷油和0.6份磷酸，在94.9份粒径为800~600 μm 的河砂表面上涂敷4份巴丹，可得到一颗粒状组合物。

防治稻褐飞虱效果的试验方法

在施用杀虫剂之前的22天 (实验1)和29天 (实验2), 散放稻褐飞虱雌成虫 (24~30只) 5~6天, 并使其产卵于水稻上 (品种: Nipponbare: 施用杀虫剂之时的生长期: 最速分枝期; 种植密度: 20株/m²), 将上述水稻移植在丙烯酸类塑料温室大蓬内, 每畦尺寸为1m×1m。人工均匀播撒各种杀虫剂于稻田中, 主要防治的是第二代幼虫。

分别于施药前, 施药后1天和3天检查各畦中部4株苗上活虫数目, 本发明下文给出了矫正虫口指数, 按照平均矫正虫口指数可估评防治效力。矫正虫口指数=100×(X_i/X₀)/(C_i/C₀), 其中X_i代表施药i天后活虫数目, X₀代表施药前活虫数目, C_i为i天后 (未施药) 活虫数目, 而C₀代表施药前活虫数目。若矫正虫口指数等于100, 则说明本发明的杀虫组合物无效。

防治稻褐飞虱的试验效果

待测组合物	活性组分的剂量 (克/10公亩)	矫正虫口指数	
		1 天后	3 天后
实施例 1	1 6 0	1 . 5	1 . 2
	2 4 0	1 . 2	1 . 1
实施例 3	1 6 0	1 . 3	1 . 0
	2 4 0	1 . 2	0 . 9
	1 6 0	2 5 . 6	2 2 . 3
对比组合物 1			
	2 4 0	2 1 . 4	1 9 . 7
	1 6 0	1 8 . 6	1 7 . 0
对比组合物 2			
	2 4 0	7 . 5	5 . 9
	1 6 0	3 8 . 7	3 6 . 3
对比组合物 3			
	2 4 0	3 1 . 4	2 7 . 7
	1 6 0	3 7 . 3	3 4 . 6
对比组合物 4			
	2 4 0	3 5 . 1	3 0 . 8

注) 防治效果以矫正虫口指数表示(实验 1 的指数与实验 2 的指数的平均值)。