CERTIFICADO

Por la presente se certifica que el documento adjunto es una copia fiel de los documentos presentados ante la Administración Nacional de Propiedad Intelectual de China en relación con la solicitud de patente identificada a continuación.

N.º de solicitud: 2023114653252

Tipo de solicitud: Invención

Título: COMPOSICIÓN DE ETIPROL Y FLONICAMID Y MÉTODO DE PREPARACIÓN DE LA MISMA Y GRÁNULOS DISPERSABLES EN AGUA DE LA MISMA

Fecha de presentación: 6 de noviembre de 2023

Solicitante: QINGDAO RAINBOW CHEMICAL CO., LTD.

Inventor(es) o diseñador(es): LI, Zhiqing; LIU, Lanhua; WANG, Jianwei; SUN, Peng

Director: SHEN, Changyu
6 de diciembre de 2023

COMPOSICIÓN DE ETIPROL Y FLONICAMID Y MÉTODO DE PREPARACIÓN DE LA MISMA Y GRÁNULOS DISPERSABLES EN AGUA DE LA MISMA

CAMPO

La presente invención se refiere al campo técnico de los pesticidas y específicamente se refiere a una composición de etiprol y flonicamid y a un método de preparación de la misma y a un gránulo dispersable en agua.

ANTECEDENTES

El etiprol tiene un nombre químico de 5-amino-1-(2,6-dicloro-α,α,α-trifluoro-p-tolil)-4-etilsulfinilpirazol-3-carbonitrilo y una fórmula molecular de $C_{13}H_9C_{12}F_3N_4OS$. El etiprol es un insecticida y acaricida descubierto por Rhone-Poulenc y desarrollado por Bayer Corp., perteneciente a la segunda generación de insecticidas que actúan sobre el GABA. Es eficaz contra una diversidad de plagas masticadoras y plagas chupadoras y perforadoras en dosis bajas, y su mecanismo insecticida obstaculiza el metabolismo del cloruro controlado por el ácido γ-aminobutírico (GABA) de los insectos e interfiere con el canal de iones cloruro, destruyendo de este modo la actividad normal del sistema nervioso central (SNC) y matando a los insectos. Se puede usar para tratamiento de semillas y pulverización foliar, con un período de persistencia largo de 21-28 d. Se usa principalmente para el control de trips, chinches hediondas, gorgojos, pulgones de la remolacha, piojos y langostas, etc., y también muestra actividad sobre determinadas moscas blancas, muestra particularmente una actividad muy fuerte sobre las plagas del arroz, tales como las chinches hediondas verdes del arroz, que son muy difíciles de controlar.

Flonicamid (Flunicotamid) tiene el nombre químico de N-cianometil-4-(trifluorometil)-nicotinamida. Flonicamid es un insecticida poco tóxico, un insecticida de piridinamida, que tiene un nuevo mecanismo de acción sobre el objetivo, no tiene ningún efecto sobre la acetilcolinesterasa y el receptor de nicotinoil acetilcolina, y tiene un muy buen efecto neurológico y una rápida actividad antialimentaria sobre los pulgones, caracterizado por una fuerte actividad sistémica y buena conductividad. Tiene características de dosis baja, actividad elevada y período de persistencia largo, etc., y no tiene resistencia cruzada con pesticidas organofosforados, de carbamato y piretroides, y tiene buena compatibilidad medioambiental. Se usa principalmente para el control de plagas de piezas bucales perforadoras y chupadoras, tales como pulgones, chicharritas, moscas blancas, etc. A la dosis recomendada, es eficaz tanto en larvas como en adultos de pulgones, mientras tanto, también puede controlar las moscas blancas del invernadero, trips amarillos del té, chicharritas del té verde y saltamontes marrones, y es inactivo en insectos coleópteros, dípteros y lepidópteros, y ácaros. Es seguro para la mayoría de los artrópodos beneficiosos, tales como gusanos de seda, abejas, mariquitas heterocromáticas y Amblyseius pequeños. Es seguro para cultivos, seres humanos, animales y el medio ambiente cuando se usa a la dosis recomendada.

En las condiciones actuales de aplicación a largo plazo, las plagas de hemípteros tales como los saltamontes del arroz, los pulgones y similares tienen una resistencia cada vez mayor, y el efecto de control de los agentes pesticidas únicos para las plagas está disminuyendo gradualmente, y todavía no existen formulaciones eficaces para el control de las plagas de hemípteros.

SUMARIO

En vista de esto, el problema técnico que ha de resolver la presente invención es proporcionar una composición de etiprol y flonicamid, y un método de preparación de la misma, y un gránulo dispersable en agua. La composición preparada de etiprol y flonicamid tiene un efecto sinérgico.

Con el fin de lograr el objeto anterior, la presente invención proporciona una composición de etiprol y flonicamid, que comprende etiprol y flonicamid como principios activos.

La presente invención amplía su espectro de control combinando etiprol y flonicamid, y tiene un efecto sinérgico obvio sobre el control de plagas de hemípteros.

Preferentemente, la relación en masa de etiprol y flonicamid es de 20:40~60:10, más preferentemente de 30:20~50:30.

En la presente invención, no existe ninguna limitación especial sobre la forma de dosificación de la composición de etiprol y flonicamid. La forma de dosificación puede ser una forma de dosificación aplicable bien conocida por los expertos en la materia, incluyendo, pero sin limitación, gránulos dispersables en agua, polvo humectable, suspensión, suspensión de aceite dispersable y similares.

El gránulo dispersable en agua se puede disolver o dispersar uniformemente en agua. Puesto que no se usa ningún disolvente orgánico, evita factores adversos tales como la inflamabilidad, la explosividad y el daño al medio ambiente; y tiene las siguientes ventajas: alto contenido de ingredientes eficaces, alta densidad relativa y pequeño volumen del producto; buena movilidad, embalaje fácil, medición fácil, eliminación fácil de envases, baja toxicidad de pesticidas altamente tóxicos; buena estabilidad física y química, buena

dispersión en agua, alta tasa de suspensión; sin polvo fino volátil, seguro para el operador y reducción de la contaminación ambiental.

Basándose en esto, la presente invención proporciona una forma de dosificación en gránulos dispersables en agua de etiprol y flonicamid. Sin embargo, debido a las diferencias en el rendimiento del etiprol y el flonicamid, ambos son propensos a problemas de suspensión difícil, aglomeración fácil y sedimentación, y disgregación difícil de las partículas después de la formación de compuestos. La presente invención supera los problemas anteriores cribando los adyuvantes.

Basándose en esto, la presente invención proporciona un gránulo dispersable en agua de etiprol y flonicamid, que comprende los siguientes componentes en contenido en masa:

1 %~80 % de etiprol, 1 %~80 % de flonicamid, 4 %~15 % de dispersante, 2 %~10 % de agente humectante, 5 %~40 % de disgregante y una carga en equilibrio.

El gránulo dispersable en agua anterior supera la deficiencia de una suspensión difícil y una sedimentación fácil mediante la combinación de dispersante y carga; supera la deficiencia de la disgregación difícil de partículas mediante la combinación de agente humectante y disgregante; y supera la deficiencia de una aglomeración fácil de partículas suspendidas mediante el cribado de diferentes tipos de dispersantes que se han de combinar, y se selecciona la combinación óptima de dispersantes, para mejorar el efecto insecticida.

Entre ellos, el contenido en masa de etiprol es preferentemente del 20 %~60 %, más preferentemente del 30 %~50 %.

El contenido en masa de flonicamid es preferentemente del 10 %~40 %, más preferentemente del 20 %~30 %.

El contenido en masa del estabilizante es preferentemente del 6 %~15 %, más preferentemente del 8 %~15 %, y específicamente puede ser del 6 %, 7 %, 8 %, 9 %, 10 %, 11 %, 12 %, 13 %, 14 % o 15 %.

Específicamente, el dispersante es preferentemente uno o más de lignosulfonato de calcio, lignosulfonato de sodio, sal del copolímero de ácido maleico-ácido acrílico, copolímero de bloque de polioxietileno-polioxipropileno, alquilfenolsulfonato de sodio, sal sódica del condensado de ácido alquilnaftalenosulfónico-formaldehído, sal sódica del condensado de ácido naftalenosulfónico-formaldehído, copolímero de bloque de óxido de etileno-óxido de propileno y policarboxilato de sodio, más preferentemente dos o más de ellos, y aún más preferentemente tres o más de ellos.

Más preferentemente, el dispersante son dispersantes mixtos seleccionados del grupo que consiste en policarboxilato de sodio, lignosulfonato de sodio y lignosulfonato de calcio.

La relación en masa de policarboxilato de sodio, lignosulfonato de sodio y lignosulfonato de calcio es preferentemente de 1~5:2~8:1~4, más preferentemente de 1:2~4:1.

El contenido en masa de policarboxilato de sodio en el gránulo dispersable en agua es preferentemente del 1 %~5 % y, en algunas realizaciones específicas de la presente invención, el contenido en masa de policarboxilato de sodio en el gránulo dispersable en agua es del 1 %, 2 %, 3 %, 4 % o 5 %.

El contenido en masa de lignosulfonato de sodio en el gránulo dispersable en agua es preferentemente del 2 %~8 % y, en algunas realizaciones específicas

de la presente invención, el contenido en masa de lignosulfonato de sodio en el gránulo dispersable en agua es del 2 %, 4 %, 6 % u 8 %.

El contenido en masa de lignosulfonato de calcio en el gránulo dispersable en agua es preferentemente del 1 %~4 % y, en algunas realizaciones específicas de la presente invención, el contenido en masa de lignosulfonato de calcio en el gránulo dispersable en agua es del 1 %, 2 %, 3 % o 4 %.

En algunas realizaciones específicas de la presente invención, el dispersante se selecciona de las siguientes combinaciones:

2 % de policarboxilato de sodio, 4 % de lignosulfonato de sodio y 2 % de lignosulfonato de calcio; o

1 % de policarboxilato de sodio, 4 % de lignosulfonato de sodio y 1 % de lignosulfonato de calcio; o

4 % de policarboxilato de sodio, 8 % de lignosulfonato de sodio y 3 % de lignosulfonato de calcio; o

1 % de policarboxilato de sodio, 2 % de lignosulfonato de sodio y 4 % de lignosulfonato de calcio; o

3 % de policarboxilato de sodio, 6 % de lignosulfonato de sodio y 2 % de lignosulfonato de calcio; o

2 % de policarboxilato de sodio, 8 % de lignosulfonato de sodio y 2 % de lignosulfonato de calcio; o

5 % de policarboxilato de sodio, 2 % de lignosulfonato de sodio y 2 % de lignosulfonato de calcio.

Las selecciones anteriores de dispersantes mejoran la tasa de suspensión del etiprol en el gránulo dispersable.

El agente humectante es preferentemente uno o más de dodecilsulfato de

sodio, éster metílico del ácido α-sulfo graso, tetradecilsulfato de sodio, dodecilbencensulfonato de sodio, alquilnaftalenosulfonato de sodio, α-olefina sulfonato de sodio, alquilfenol polioxietilen éter sulfato de sodio, lignosulfonato de sodio, polvo abierto BX, sulfato de ácido graso y sulfato de éster de ácido graso, sal sódica de sulfosuccinato de dioctilo. Más preferentemente, dodecilsulfato de sodio.

El contenido en masa del agente humectante es preferentemente del 2 %~8 %, más preferentemente del 2 %~6 %, y específicamente puede ser del 2 %, 3 %, 4 %, 5 %, 6 %, 7 % u 8 %.

El disgregante es preferentemente uno o más de sulfato de potasio, hidroximetilcelulosa de sodio, cloruro de potasio, hidrógeno fosfato de diamonio, urea, sulfato de sodio, sulfato de amonio, nitrato de amonio, carbonato de sodio, cloruro de magnesio, sulfato de magnesio, cloruro de calcio y cloruro de sodio; más preferentemente sulfato de amonio.

El contenido en masa del estabilizante es preferentemente del 10 %~30 %, más preferentemente del 15 %~25 % y específicamente puede ser del 10 %, 15 %, 20 %, 25 %, 30 %.

La carga es preferentemente uno o más de caolín calcinado, caolín, bentonita, polvo de talco, atapulgita, celite, negro de carbón blanco, almidón, carbonato de calcio ligero, más preferentemente dos o más de ellos.

Más preferentemente, la carga se selecciona del grupo que consiste en negro de carbón blanco y caolín calcinado.

En donde, el contenido en masa del negro de carbón blanco en el gránulo dispersable en agua es preferentemente del 1 %~4 %, y específicamente puede ser del 1 %, 2 %, 3 % o 4 %.

La cantidad de caolín calcinado es la cantidad equilibrada para complementar la cantidad total del componente granulado dispersable en agua para que sea del 100 %.

La presente invención mejora la fluidez del material y la dureza del gránulo añadiendo negro de carbón blanco en la carga, mejorando la capacidad de fabricación del producto.

En la presente invención, a través de una gran cantidad de trabajo de cribado en cada componente adyuvante, se determina un sistema con el mejor grado de coincidencia entre cada componente. Entre ellos, la selección del agente dispersante y humectante es especialmente crítica: el dispersante preferido puede garantizar el efecto de dispersión; el agente humectante preferido puede garantizar el efecto de disgregación y dispersión de los ingredientes eficaces. Los gránulos dispersables en agua preparados con los adyuvantes preferidos anteriores tienen una mayor estabilidad al calor y todos de entre el rendimiento de disgregación, la tasa de suspensión, y el rendimiento de dispersión, han mejorado. Y la cantidad utilizada y el coste de los adyuvantes del producto se reducen considerablemente.

La presente invención proporciona un método de preparación del gránulo dispersable en agua de etiprol y flonicamid, que comprende las etapas de:

S1) mezclar etiprol, flonicamid, un dispersante, un agente humectante, un disgregante y una carga uniformemente, pulverizar hasta un tamaño de partícula D98 de 15~25 μm y mezclar uniformemente de nuevo para obtener un material seco; y

S2) añadir agua al material seco para la granulación por extrusión y secar para obtener el gránulo dispersable en agua de etiprol y flonicamid.

Preferentemente, en la presente invención, después de pulverizar, la detección se realiza con un medidor láser de distribución de tamaño de partícula hasta que el tamaño de partícula D98 esté entre 15-25 µm.

Preferentemente, el secado se realiza a una temperatura de 45-55 °4.

Preferentemente, la cantidad de agua añadida es del 13 % en peso al 18 % en peso del material seco.

El método de preparación anterior proporcionado por la presente invención es simple y fácil de operar, y el proceso de preparación es respetuoso con el medio ambiente, seguro, sin que surgimiento de problemas de contaminación, de bajo coste y de fácilmente susceptible de producción industrial.

En comparación con la técnica anterior, la presente invención proporciona una composición de etiprol y flonicamid y un gránulo dispersable. En la composición proporcionada por la presente invención, los principios activos etiprol y flonicamid pertenecen a dos insecticidas con diferentes mecanismos de acción, ambos pueden mezclarse entre sí sin producir antagonismo, tiene un buen efecto sinérgico y el efecto preventivo es mayor que el de un solo agente. La combinación tiene una alta eficiencia de insecticida, con una cantidad pequeña de fármaco, resistencia retardada y período prolongado de persistencia del fármaco, lo que es beneficioso para el medio ambiente y el desarrollo sostenible.

La composición anterior proporcionada por la presente invención se puede usar para controlar plagas con piezas bucales para masticar y/o piezas bucales para perforar y chupar. En particular, puede controlar eficazmente trips, cochinillas, moscas blancas de invernadero, saltamontes marrones, chinches hediondas ciegas, gorgojos, polillas minadoras de hojas anaranjadas, pulgones,

chicharritas y langostas. El espectro insecticida es amplio. El gránulo dispersable en agua ha mostrado buenas perspectivas de aplicación en el control de chinches hediondas ciegas de agua, pulgones y moscas blancas.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE REALIZACIONES

Con el fin de ilustrar aún más la presente invención, la composición de etiprol y flonicamid proporcionada en el presente documento y el método de preparación de la misma y el gránulo dispersable en agua se describirán en detalle a continuación junto con ejemplos.

A menos que se indique otra cosa, los porcentajes en los siguientes ejemplos son todos porcentajes en peso.

Ejemplos 1-10

En primer lugar, se mezclaron uniformemente en un mezclador etiprol, flonicamid, dispersantes, agente humectante, disgregante y cargas y se pulverizaron mediante un pulverizador de flujo de aire hasta que el tamaño de partícula D98 estuvo entre 15-25 µm, y se mezclaron uniformemente de nuevo para obtener un material seco. Se añadió agua al material seco para la granulación por extrusión, la cantidad de agua añadida fue del 12 % en peso-20 % en peso del material seco, y después se secó a 40-55 °C, y después se preparó el gránulo dispersable en agua que contenía etiprol y flonicamid. Entre ellos, la presión de pulverización del pulverizador de flujo de aire fue de 0,7 Mpa.

La proporción de materia prima de cada ejemplo es como se muestra en la Tabla 1.

Ejemplo comparativo 1

El método de preparación fue el mismo que en los Ejemplos 1-10 y la proporción de materia prima es como se muestra en la Tabla 1.

Tabla 1 Proporción de cada materia prima en los Ejemplos 1-10, Ejemplo comparativo 1

Grupo	Principios activos	Dispersantes	Agente humectante	Disgregante	Cargas
Ejemplo 1	20 % de etiprol, 40 % de flonicamid	2 % de policarboxilato de sodio, 4 % de lignosulfonato de sodio, 2 % de lignosulfonato de calcio	2 % de dodecilsulfato de sodio	10 % de sulfato de amonio	1 % de negro de carbón blanco, resto de caolín calcinado
Ejemplo 2	60 % de etiprol, 10 % de flonicamid	1 % de policarboxilato de sodio, 4 % de lignosulfonato de sodio, 1 % de lignosulfonato de calcio	8 % de dodecilsulfato de sodio	10 % de sulfato de amonio	1 % de negro de carbón blanco, resto de caolín calcinado
Ejemplo 3	20 % de etiprol, 10 % de flonicamid	4 % de policarboxilato de sodio, 8 % de lignosulfonato de sodio, 3 % de lignosulfonato de calcio	6 % de dodecilsulfato de sodio	30 % de sulfato de amonio	4 % de negro de carbón blanco, resto de caolín calcinado

Grupo	Principios activos	Dispersantes	Agente humectante	Disgregante	Cargas
Ejemplo 4	40 % de etiprol 30 % de flonicamid	1 % de policarboxilato de sodio, 4 % de lignosulfonato de sodio, 1 % de lignosulfonato de calcio	8 % de dodecilsulfato de sodio	10 % de sulfato de amonio	1 % de negro de carbón blanco, resto de caolín calcinado
Ejemplo 5	30 % de etiprol 20 % de flonicamid	1 % de policarboxilato de sodio, 2 % de lignosulfonato de sodio, 4 % de lignosulfonato de calcio	2 % de dodecilsulfato de sodio	30 % de sulfato de amonio	4 % de negro de carbón blanco, resto de caolín calcinado
Ejemplo 6	40 % de etiprol 30 % de flonicamid	2 % de policarboxilato de sodio, 4 % de lignosulfonato de sodio, 2 % de lignosulfonato de calcio	2 % de dodecilsulfato de sodio	15 % de sulfato de amonio	1 % de negro de carbón blanco, resto de caolín calcinado

Grupo	Principios activos	Dispersantes	Agente humectante	Disgregante	Cargas
Ejemplo 7	37,5 % de etiprol 22,5 % de flonicamid	3 % de policarboxilato de sodio, 6 % de lignosulfonato de sodio, 2 % de lignosulfonato de calcio	3 % de dodecilsulfato de sodio	20 % de sulfato de amonio	2 % de negro de carbón blanco resto de caolín calcinado
Ejemplo 8	30 % de etiprol 20 % de flonicamid	2 % de policarboxilato de sodio, 8 % de lignosulfonato de sodio, 2 % de lignosulfonato de calcio	6 % de dodecilsulfato de sodio	25 % de sulfato de amonio	4 % de negro de carbón blanco, resto de caolín calcinado
Ejemplo 9	37,5 % de etiprol 22,5 % de flonicamid	5 % de policarboxilato de sodio, 2 % de lignosulfonato de sodio, 2 % de lignosulfonato de calcio	6 % de dodecilsulfato de sodio	10 % de sulfato de amonio	4 % de negro de carbón blanco resto de caolín calcinado

Grupo	Principios activos	Dispersantes	Agente humectante	Disgregante	Cargas
Ejemplo 10	37,5 % de etiprol 22,5 % de flonicamid	3 % de sal sódica del condensado de ácido alquilnaftalenos ulfónico-formaldehído, 6 % de copolímero de bloque de polioxietileno-polioxipropileno 2 % de alquilfenolsulfonato de sodio	1 % de alquilnaftalenos ulfonato de sodio	20 % de sulfato de amonio	2 % de negro de carbón blanco, resto de caolín calcinado
Ejemplo comparativo 1	5 % de etiprol 45 % de flonicamid	8 % de lignosulfonato de sodio, 5 % de alcohol polivinílico, 2 % de bórax	2 % de dodecilsulfato de sodio	5 % de sulfato de amonio	Resto de caolín

Se sometió a ensayo el rendimiento del gránulo dispersable en agua

preparado a partir de los ejemplos anteriores y los ejemplos comparativos, y los resultados se muestran en la Tabla 2.

Entre ellos, la tasa de suspensión se sometió a ensayo de acuerdo con el método de determinación de la tasa de suspensión de pesticidas de la norma GB/T14825-2006, y la tamización en húmedo se sometió a ensayo de acuerdo con el método de determinación de finura del método de tamización en húmedo (aplicable a polvos humectables) en la sección 2.2 Polvo de pesticida de la norma GB/T 16150-1995, y la estabilidad en el almacenamiento con calor se sometió a ensayo de acuerdo con el método de determinación de la estabilidad en el almacenamiento con calor de pesticidas de la norma GB/T19136-2003.

Tabla 2 Resultados de ensayo de rendimiento del gránulo dispersable en agua preparado en los Ejemplos 1~10 y el Ejemplo Comparativo 1.

Grupo	Índices de detección					
	almacenamiento antes del calentamiento			almacenamiento después del calentamiento		
	tamización en húmedo (malla 400), %	tasa de suspensión de etiprol, %	tasa de suspensión de flonicamid, %	tamización en húmedo (malla 400), %	tasa de suspensión de etiprol, %	tasa de suspensión de flonicamid, %
Ejemplo 1	99,9	91,2	95,4	99,9	90,6	94,9
Ejemplo 2	95,0	87,8	94,3	cantidad pequeña de partículas que no se disgregan	85,4	92,9

Grupo	Índices de detección					
	almacenamiento antes del calentamiento			almacenamiento después del calentamiento		
	tamización en húmedo (malla 400), %	tasa de suspensión de etiprol, %	tasa de suspensión de flonicamid, %	tamización en húmedo (malla 400), %	tasa de suspensión de etiprol, %	tasa de suspensión de flonicamid, %
Ejemplo 3	99,9	91,8	99,5	99,9	90,5	98,7
Ejemplo 4	96,4	88,7	95,1	cantidad pequeña de partículas que no se disgregan	85,6	93,2
Ejemplo 5	97,2	86,9	94,7	cantidad pequeña de partículas que no se disgregan	83,3	90,6
Ejemplo 6	99,9	92,5	98,9	99,9	90,5	98,0
Ejemplo 7	99,9	93,2	99,6	99,9	92,4	99,9
Ejemplo 8	99,9	90,6	98,5	99,9	90,0	99,6

Grupo	Índices de detección					
	almacenamiento antes del calentamiento			almacenamiento después del calentamiento		
	tamización en húmedo (malla 400), %	tasa de suspensión de etiprol, %	tasa de suspensión de flonicamid, %	tamización en húmedo (malla 400), %	tasa de suspensión de etiprol, %	tasa de suspensión de flonicamid, %
Ejemplo 9	99,9	85	97,6	cantidad pequeña de partículas que no se disgregan	84	95,6
Ejemplo 10	90,1	78	90	polvo fino y una cantidad pequeña de partículas que no se disgregan	70	89

Grupo	Índices de detección					
	almacenamiento antes del calentamiento			almacenamiento después del calentamiento		
	tamización en húmedo (malla 400), %	tasa de suspensión de etiprol, %	tasa de suspensión de flonicamid, %	tamización en húmedo (malla 400), %	tasa de suspensión de etiprol, %	tasa de suspensión de flonicamid, %
Ejemplo comparativo 1	90, cantidad pequeña de partículas que no se disgregan	75	85	polvo fino y una cantidad pequeña de partículas que no se disgregan	70	80

Como se puede observar a partir de la Tabla 2, Los Ejemplos 1-9 obtuvieron una mejor estabilidad cribando adyuvantes. Entre ellos, los productos del Ejemplo 1, el Ejemplo 3 y los Ejemplos 6-8 fueron más estables en calidad tanto en el almacenamiento antes del calentamiento como en el almacenamiento después del calentamiento, manteniendo una tasa de suspensión elevada y una buena tamización en húmedo, lo que indica que las proporciones de adyuvantes del Ejemplo 1, el Ejemplo 3 y los Ejemplos 6-8 fueron excelentes, mientras que la estabilidad en el almacenamiento con calor de los productos de los Ejemplos 2, 4, 5 y 9 fue ligeramente peor en comparación con la del Ejemplo 1, el Ejemplo 3 y los Ejemplos 6~8, pero el rendimiento también fue excelente. Debido a una

selección inadecuada del dispersante, el agente humectante, y el disgregante en el ejemplo 10, la estabilidad de la dispersión de la formulación fue escasa, la tasa de suspensión fue baja y la estabilidad del almacenamiento posterior al calor también se redujo considerablemente, cribando con más polvo fino y partículas grandes. Debido a la selección adecuada de adyuvantes en los Ejemplos 1, 3 y 6~8, la tasa de suspensión fue superior y la estabilidad en el almacenamiento con calor fue mejor. Muestra que el tipo y la proporción de adyuvantes desempeñan un papel clave en la calidad del producto.

Experimento de eficacia de campo 1:

El experimento de eficacia para el control de las chinches hediondas verdes del arroz y la soja se realizó en gránulos dispersables en agua de etiprol y flonicamid preparados en los ejemplos anteriores. Este experimento se organizó en Brasil y el agente de control fue una suspensión (imidacloprid 250 gramos/litro + biobifentrina 50 gramos/litro).

Lugar y fecha del experimento: el experimento se realizó entre el 16 de marzo y el 3 de mayo de 2022, en condiciones de sitio en la Estación Experimental de Plantec Laboratorios de la Finca Palmital, en la ciudad de Santa Mariana. Coordenadas geográficas: latitud 23°08'37,72" S; longitud 50°29'30,59" O. Elevación: 360 metros.

Variedad de ensayo: variedad de soja TMG7063IPRO, plantada el 11 de enero de 2022, con un espacio entre hileras de 0,45 metros y un espacio entre plantas de 0,08 metros.

Método de ensayo: fumigación de tallos y hojas con un pulverizador de mochila de dióxido de carbono. Las parcelas de ensayo se dispusieron al azar. El experimento se organizó con un total de cinco tratamientos de control de

agente, control de blanco y tratamiento con agente, y cada tratamiento se repitió cuatro veces.

El pesticida líquido se preparó añadiendo agua de acuerdo con WG (37,5 % de acetonitrilo + 22,5 % de fludioxonil), volumen de pulverización de 150 litros/ha, (imidacloprid 250 gramos/litro + bio-bifentrina 50 gramos/litro) volumen de pulverización de suspensión de 200 litros/ha. Los datos se investigaron 3 días y 7 días después de la primera aplicación, y 3 días, 10 días, 15 días y 20 días después de la segunda aplicación, respectivamente, y se calculó el efecto de control.

El efecto de control se calculó de la siguiente manera:

$$\text{efecto de control (\%)} = \frac{\text{tasa de infestación promedio en el área de control} - \text{tasa de infestación promedio en el área de tratamiento}}{\text{tasa de infestación promedio en el área de control}} \times 100$$

El área de control descrita anteriormente es un área de control en blanco, sin pulverizar el agente.

Durante el ensayo, no hubo efectos adversos de la formulación del compuesto de la presente invención sobre la soja dentro del intervalo de aplicación del ensayo, y los resultados experimentales se muestran en la Tabla 3 a continuación:

Tabla 3 Ensayo de eficacia de WG (37,5 % de etiprol + 22,5 % de flonicamid) para el control de chinches hediondas verdes del arroz y la soja.

Agentes de tratamiento	Dosis de principio activo /(g/ha)	Efecto de control 3 días después de la primera aplicación (%)	Efecto de control 7 días después de la primera aplicación (%)	Efecto de control 3 días después de la segunda aplicación (%)	Efecto de control 10 días de la segunda aplicación (%)	Efecto de control 15 días de la segunda aplicación (%)	Efecto de control 20 días de la segunda aplicación (%)	Efecto de control promedio
Ejemplo 7	100	100	73,33	100	74,07	73,68	71,43	82,09
Ejemplo 7	200	100	86,67	100	85,19	81,58	83,33	89,46
Ejemplo 7	300	100	86,67	100	88,89	84,21	83,33	90,52
Ejemplo 7	400	100	93,33	100	88,89	86,84	85,71	92,46
suspensión (imidacloprid 250 gramos/litro + biobifentrina 50 gramos/litro)	400	100	80,00	100	85,19	84,21	83,33	88,79

Como se puede observar a partir de la Tabla 3, WG (37,5 % de etiprol + 22,5 % de flonicamid) puede controlar eficazmente las chinches hediondas verdes del arroz y la soja con una dosis de principio activo de 200-400 g/ha, y el efecto de control es mejor que el del agente de control.

Experimento de eficacia de campo 2

El ensayo de eficacia para el control de las chinches hediondas americanas de la soja se realizó sobre gránulos dispersables en agua de etiprol y flonicamid preparados en los ejemplos anteriores. Este experimento se organizó en Brasil y el reactivo de control fue una suspensión de etiprol de 200 gramos/litro.

Lugar y fecha del experimento: el experimento se realizó entre el 18 de febrero y el 25 de marzo de 2022, en condiciones de sitio en la Estación Experimental de Plantec Laboratorios de la Finca GO Palmital en la ciudad de Anápolis. Coordenadas geográficas: latitud 16°17'17,75" S; longitud 48°47'23,54" O. Elevación 981 metros.

Variedad de ensayo: variedad de soja TMG7067 IPRO, plantada el miércoles, 1 de diciembre de 2021, con un espacio entre hileras de 0,45 metros y un espacio entre plantas de 0,06 metros.

Método de ensayo: pulverización de tallos y hojas usando un pulverizador con aire comprimido y Sider. Las parcelas de ensayo se dispusieron al azar. El experimento se organizó con cinco tratamientos de control de agente, control de blanco y tratamiento con agente, y cada tratamiento se repitió cuatro veces.

El pesticida líquido se preparó añadiendo agua de acuerdo con WG (37,5 % de acetonitrilo + 22,5 % de fludioxonil), volumen de pulverización de 150 litros/ha, (imidacloprid 250 gramos/litro + bifentrina 50 gramos/litro) volumen de pulverización de suspensión de 150 litros/ha. Los datos se investigaron 3 días y 7 días después de la primera aplicación, y para la segunda aplicación, la investigación se realizó 3 días, 7 días, 10 días y 21 días antes y después de la aplicación, respectivamente, y se calculó el efecto de control.

El efecto de control se calculó como:

$$\text{efecto de control } (\%) = \frac{\text{tasa de infestación promedio en el área de control} - \text{tasa de infestación promedio en el área de tratamiento}}{\text{tasa de infestación promedio en el área de control}} \times 100$$

El área de control descrita anteriormente era un área de control en blanco sin pulverizar el agente.

Durante el ensayo, no hubo efectos adversos de la formulación del compuesto de la presente invención sobre la soja dentro del intervalo de aplicación del ensayo, y los resultados experimentales se muestran a continuación:

Tabla 4 Ensayo de eficacia de WG (37,5 % de etiprol + 22,5 % de flonicamid) para el control de chinches hediondas americanas de la soja.

Agente de tratamiento	Dosis de principio activo /(g/ha)	Efecto de control 3 días después de la primera aplicación (%)	Efecto de control 7 días después de la primera aplicación (%)	Efecto de control 3 días después de la segunda aplicación (%)	Efecto de control 10 días de la segunda aplicación (%)	Efecto de control 15 días de la segunda aplicación (%)	Efecto de control 20 días de la segunda aplicación (%)	Efecto de control promedio
Ejemplo 7	100	100	81,82	100	77,42	74,29	77,50	85,17
Ejemplo 7	200	100	95,45	100	87,10	82,86	82,50	91,32
Ejemplo 7	300	100	100	100	90,32	88,57	85,00	93,98
Ejemplo 7	400	100	100	100	93,55	91,43	90,00	95,83

Agente de tratamiento	Dosis de principio activo /(g/ha)	Efecto de control 3 días después de la primera aplicación (%)	Efecto de control 7 días después de la primera aplicación (%)	Efecto de control 3 días después de la segunda aplicación (%)	Efecto de control 10 días de la segunda aplicación (%)	Efecto de control 15 días de la segunda aplicación (%)	Efecto de control 20 días de la segunda aplicación (%)	Efecto de control promedio
suspensión de 200 gramos/litro de etiprol	1000	100	95,45	100	90,32	84,21	85,00	93,22

Como se puede observar a partir de la Tabla 4, WG (37,5 % de etiprol + 22,5 % de flonicamid) puede controlar eficazmente las chinches hediondas americanas de la soja con una dosis de principio activo de 200-400 g/ha, y el efecto de control es mejor que el del agente de control.

Los ejemplos anteriores muestran que la combinación de etiprol y flonicamid puede producir un efecto sinérgico elevado con un efecto insecticida, superando y retrasando la resistencia de las plagas, al mismo tiempo ampliando el espectro de control y reduciendo el coste de aplicación, y su efecto es significativamente mayor que el del uso de un solo agente.

La descripción de los ejemplos anteriores sólo se usa para ayudar a comprender el método y la idea central de la presente invención. Cabe señalar que, para los expertos habituales en la materia, pueden realizarse muchas

mejoras y modificaciones en la presente invención sin apartarse del principio de la presente invención, y estas mejoras y modificaciones también entran dentro del alcance de protección de las reivindicaciones de la presente invención.

REIVINDICACIONES

1. Una composición de etiprol y flonicamid, que comprende etiprol y flonicamid como principios activos.

2. La composición de etiprol y flonicamid de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la relación en masa de etiprol y flonicamid es de 20:40~60:10.

3. Un gránulo dispersable en agua de etiprol y flonicamid, que comprende los siguientes componentes en contenido en masa:

1 %~80 % de etiprol, 1 %~80 % de flonicamid, 4 %~15 % de dispersante, 2 %~10 % de agente humectante, 5 %~40 % de disgregante y una carga en equilibrio.

4. El gránulo dispersable en agua de etiprol y flonicamid de acuerdo con la reivindicación 3, en donde el dispersante se selecciona del grupo que consiste en lignosulfonato de calcio, lignosulfonato de sodio, sal del copolímero de ácido maleico-ácido acrílico, copolímero de bloque de polioxietileno-polioxipropileno, alquilfenolsulfonato de sodio, sal sódica del condensado de ácido alquilnaftalenosulfónico-formaldehído, sal sódica del condensado de ácido naftalenosulfónico-formaldehído, copolímero de bloque de óxido de etileno-óxido de propileno, policarboxilato de sodio y una mezcla de los mismos.

5. El gránulo dispersable en agua de etiprol y flonicamid de acuerdo con la reivindicación 4, en donde el dispersante se selecciona del grupo que consiste

en policarboxilato de sodio, lignosulfonato de sodio y lignosulfonato de calcio.

6. El gránulo dispersable en agua de etiprol y flonicamid de acuerdo con la reivindicación 3, en donde el agente humectante se selecciona del grupo que consiste en dodecilsulfato de sodio, éster metílico del ácido α-sulfo graso, tetradecilsulfato de sodio, dodecilbencensulfonato de sodio, alquilnaftalenosulfonato de sodio, α-olefina sulfonato de sodio, alquilfenol polioxietilen éter sulfato de sodio, lignosulfonato de sodio, polvo abierto BX, sulfato de ácido graso y sulfato de éster de ácido graso, sal sódica de sulfosuccinato de dioctilo y una mezcla de los mismos.

7. El gránulo dispersable en agua de etiprol y flonicamid de acuerdo con la reivindicación 6, en donde el agente humectante se selecciona de dodecilsulfato de sodio.

8. El gránulo dispersable en agua de etiprol y flonicamid de acuerdo con la reivindicación 3, en donde el disgregante se selecciona del grupo que consiste en sulfato de potasio, hidroximetilcelulosa de sodio, cloruro de potasio, hidrógeno fosfato de diamonio, urea, sulfato de sodio, sulfato de amonio, nitrato de amonio, carbonato de sodio, cloruro de magnesio, sulfato de magnesio, cloruro de calcio, alginato de sodio y una mezcla de los mismos; y

la carga se selecciona del grupo que consiste en caolín calcinado, caolín, bentonita, polvo de talco, atapulgita, celite, negro de carbón blanco, almidón, carbonato de calcio ligero y una mezcla de los mismos.

9. El gránulo dispersable en agua de etiprol y flonicamid de acuerdo con la reivindicación 8, en donde el disgregante se selecciona de sulfato de amonio;

la carga se selecciona del grupo que consiste en negro de carbón blanco y caolín calcinado.

10. Un método de preparación del gránulo dispersable en agua de etiprol y flonicamid de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, que comprende las etapas de:

S1) mezclar etiprol, flonicamid, el dispersante, el agente humectante, el disgregante y la carga uniformemente, pulverizar hasta un tamaño de partícula D98 de 15~25 μm y mezclar uniformemente de nuevo para obtener un material seco; y

S2) añadir agua al material seco para la granulación por extrusión y secar para obtener el gránulo dispersable en agua de etiprol y flonicamid.

RESUMEN

COMPOSICIÓN DE ETIPROL Y FLONICAMID Y MÉTODO DE PREPARACIÓN DE LA MISMA Y GRÁNULOS DISPERSABLES EN AGUA DE LA MISMA

La presente invención proporciona una composición de etiprol y flonicamid y un gránulo dispersable de los mismos. En la composición proporcionada por la presente invención, los principios activos eficaces etiprol y flonicamid pertenecen a dos insecticidas con diferentes mecanismos de acción. No hay antagonismo cuando se mezclan y se produce un efecto sinérgico notable. El efecto preventivo es mayor que el de un único agente. La combinación tiene una alta eficiencia de insecticida, con una cantidad pequeña de fármaco, resistencia retardada y período prolongado de persistencia del fármaco, lo que es beneficioso para el desarrollo medioambiental sostenible. La composición anterior proporcionada por la presente invención se puede usar para controlar plagas con una pieza bucal para masticar y/o una pieza bucal para perforar y chupar. En particular, puede controlar eficazmente trips, cochinillas, moscas blancas de invernadero, saltamontes marrones, chinches hediondas ciegas, gorgojos, polillas minadoras de hojas anaranjadas, pulgones, chicharritas y langostas. El espectro insecticida es amplio. El gránulo dispersable en agua ha mostrado una buena perspectiva de aplicación en el control de chinches hediondas ciegas de agua, pulgones y moscas blancas.