

杨利,赵明明,王智,等. 5% 溴氰菊酯水乳剂研制及稳定性研究[J]. 江苏农业科学,2014,42(7):117-119.

# 5% 溴氰菊酯水乳剂研制及稳定性研究

杨利,赵明明,王智,张保华

(青岛农业大学新农药创制研究所,山东青岛 266109)

**摘要:**以溶剂、乳化剂、加工设备等为影响因子,研究 5% 溴氰菊酯水乳剂最优配方和加工工艺,并进行室内毒力测定和田间药效试验。结果最优配方为溴氰菊酯 5%,二甲苯 16%,环己酮 4%,Tween80 4%,601-P 1.5%,乙二醇 2%,消泡剂 0.1%,水补足。加工工艺为:密闭式实验室乳化剪切机 1 000 r/min 将油相混合 3 min,水相慢慢滴入后调速至 3 500 r/min,剪切 5 min。对桃蚜的室内毒力测定  $LC_{50}$  为 0.118 mg/L,4 000 倍液 7d 后对桃蚜平均防效为 80.19%。产品的各项指标均符合水乳剂要求,有较好的防治效果,具有良好的开发前景。

**关键词:**溴氰菊酯;水乳剂;配方研究

**中图分类号:** TQ453.2<sup>+</sup>92 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2014)07-0117-02

传统农药剂型有水剂(SL)、乳油(EC)、粉剂(DP)和可湿性粉剂(WP)等剂型,在加工、使用过程中存在安全问题,并且对环境带来负面影响。当前,农药剂型正朝着更加安全、对环境影响更小和使用剂量更低的方向发展。水分散粒剂(WDG)、可溶性粒剂(SG)逐步取代农药粉剂,水乳剂、微乳剂逐步取代乳油<sup>[1]</sup>。溴氰菊酯商品名凯素灵、敌杀死,是具有触杀和胃毒作用的超高效拟除虫菊酯类杀虫剂之一。其杀虫谱广,击倒速度快,尤其对鳞翅目幼虫及蚜虫杀伤力大。溴氰菊酯作用部位是昆虫神经系统,使昆虫过度兴奋,麻痹而死<sup>[2]</sup>。溴氰菊酯水乳剂是溴氰菊酯乳油的替代产品,其环境相容性好,减少了有机溶剂用量,符合农药剂型“水基化”发展方向。本研究就 5% 溴氰菊酯水乳剂配方、稳定性、药效等展开研究。

## 1 材料与方法

### 1.1 试剂与仪器

98% 溴氰菊酯(江苏扬农化工股份有限公司)。溶剂:甲苯,二甲苯,环己酮。非离子型表面活性剂:苯乙基酚聚氧乙醚(601#)、苯乙基苯酚聚氧乙醚聚氧丙烯醚(1601#)(济南中农化工有限公司),聚氧乙烯失水山梨醇酯(Tween20、Tween80)(天津巴斯夫化工有限公司)。阴离子型表面活性剂:壬基酚聚氧乙醚醚磷酸酯(OP-10-P)、苯乙基酚聚氧乙醚醚磷酸酯(601-P)(山东淄博永发化工厂)。防冻剂:乙二醇,丙三醇,尿素,硫酸铵。25 g/L 溴氰菊酯 EC(拜耳作物科学有限公司)。

BME 型密闭式实验室乳化剪切机(启东绿岛冶金石化机械有限公司),ZK-82B 型电热真空干燥箱(上海实验仪器厂有限公司),BT-9300H 型激光粒度分布仪(辽宁丹东百特仪

器分析公司),LC-10AT 高效液相色谱仪(日本岛津公司),磁力加热搅拌器(常州国华电器有限公司),KQ-400KDE 型高功率数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)。

### 1.2 水乳剂加工

称取定量的原药,加入溶剂完全溶解,加入油性乳化剂形成油相,乳化剪切机转速在 1 000 r/min 条件下剪切混合 3 min,将水相慢慢加入后,调速至 3 500 r/min 剪切 5 min。

### 1.3 水乳剂性能指标测定

乳液稳定性按 GB/T 1603—2001 的方法测定;热贮稳定性按 GB/T 19136—2003 的方法测定;低温稳定性按 GB/T 19137—2003 的方法测定;倾倒性按照 HG/T 2467.5—2003 的方法测定;持久起泡性按 HG/T 2467.5—2003 的方法测定;稀释稳定性按 HG/T 2467.6—2003 的方法测定;粒度范围使用激光粒度分布仪测定。

### 1.4 室内生物毒力测定与田间药效试验

室内毒力测定按 NY/T 1154.6—2006 的方法测定,田间药效试验按 GB/T 17980.9—2000 的方法测定。

## 2 结果与分析

### 2.1 溶剂筛选

称取定量的溴氰菊酯原药,分别溶于甲苯、二甲苯、环己酮、DMF、D30 环保溶剂油中形成油相,测定油相比重后放置 0℃ 冰箱中贮藏 7 d。综合预试验结果,参照杜春华等的试验结论<sup>[3]</sup>,选取二甲苯与环己酮作为溶剂。

### 2.2 乳化剂筛选

乳化剂是水乳剂体系中的重要组分,是影响水乳剂稳定性的最主要因素之一。根据乳化剂不同结构及 HLB 值,筛选合适的乳化剂体系。以单因素优选法加入 5% 乳化剂,考察热贮后样品的外观、粒径等指标。结果表明 1601#、Tween80、601#配制的水乳剂外观为乳白色,热贮稳定性、乳液稳定性合格,粒径及跨度较小,可以进入复筛。

非离子与阴离子乳化剂复配后形成的水包油体系,能提供空间位阻和空间电荷,有效阻止油滴聚并,更大程度地保持水乳剂体系的稳定性<sup>[4]</sup>。通过预试验发现,磷酸酯类阴离子乳化剂效果较好。将上述非离子乳化剂与阴离子乳化剂以

收稿日期:2013-11-04

基金项目:山东省自然科学基金(编号:ZR2012CQ0015)

作者简介:杨利(1988—),男,山东曲阜人,硕士研究生,主要从事农药剂型研究。E-mail: yangli0537@163.com。

通信作者:王智,教授,从事农药剂型研究与应用。E-mail: pp.zwang@gmail.com。

4 : 1 复配,总用量为 5%,试验结果(表 1)表明,Tween80 与 601 - P 复配效果较好,热贮及低温稳定性合格。

表 1 乳化剂复配结果

乳化剂	乳液稳定性	分散性	热贮稳定性	低温稳定性
601# + 601 - P	合格	良	略有析油	合格
601# + OP - 10 - P	合格	优	上层析油 10%	合格
1601# + 601 - P	合格	良	上层析油 8%	合格
1601# + OP - 10 - P	合格	优	略有析油	合格
Tween80 + 601 - P	合格	优	合格	合格
Tween80 + OP - 10 - P	合格	良	析水 10%	合格

2.3 消泡剂与防冻剂筛选

在产品加工过程中会有气泡产生,需添加合适的消泡剂。用量为 0.1% 的有机硅消泡剂消泡效果较好。

为保证农药水乳剂安全过冬,需考虑加入合适的防冻剂。分别筛选乙二醇、丙三醇、尿素、硫酸铵,用量为 4%。预试验结果表明,乙二醇、丙三醇防冻效果较好,乙二醇是常用的防冻剂且价格低廉,故选取乙二醇作为防冻剂。

2.4 配方优化

上述试验中各助剂的种类已经确定,在最优配方中还需确定各助剂的最佳用量。本试验选用  $L_9(3^4)$  正交表进行优

表 3 热贮及低温稳定性试验结果

处理	溴氰菊酯(%)		分解率	$D_{50}$ ( $\mu\text{m}$ )		外观
	贮前	贮后		贮前	贮后	
热贮( $54 \pm 2$ ) $^{\circ}\text{C}$ , 14 d	5.09	5.04	0.98	1.15	1.23	均一乳白色液体
低温( $0 \pm 2$ ) $^{\circ}\text{C}$ , 7 d				1.15	1.17	均一乳白色液体

2.6 不同加工工艺对水乳剂稳定性的影响

要使水包油体系中小油珠均匀分散在水中,必须依靠能量的输入<sup>[6]</sup>。将上述配方分别采用乳化剪切机、磁力搅拌器、超声波进行加工。乳化剪切机:将油相在 1 000 r/min 转速下剪切 5 min,慢慢将水相滴入,转速提高到 3 500 r/min 剪切 15 min。磁力搅拌器:将油相在 1 000 r/min 转速下搅拌 5 min,将配制好的水相慢慢加入,转速提高到 2 000 r/min 搅拌 15 min。超声波:将油相在超声功率 160 W 超声 5 min,将水相慢慢加入,功率提高到 400 W 后继续超声 15 min。结果表明(表 4),乳化剪切机乳化的药剂,中粒径和跨度最小,综合效果优于磁力搅拌器和超声波乳化效果。本试验采用乳化剪切机加工水乳剂产品,进而探究其剪切速率对制剂稳定性的影响。

乳化剪切机转速在 3 500 r/min 之前,粒径随转速增加而减小(图 1)。3 500 r/min 以后,转速增加,粒径基本不变。水乳剂加工过程中,乳化剪切机转速为 3 500 r/min,时间 5 min 较为合适。

表 4 不同加工设备乳化效果比较

加工设备	乳化性	中粒径( $\mu\text{m}$ )	跨度	热贮后外观
乳化剪切机	优	1.15	0.76	均一乳白色液体
磁力搅拌器	良	7.42	2.84	析水 6%
超声波	优	9.39	5.86	析水 7%

2.7 室内毒力测定与田间药效试验

室内毒力测定蚜虫采自青岛农业大学桃树试验田,测得 5% 溴氰菊酯 EW 的  $\text{LC}_{50}$  为 0.118 mg/L,对照药剂 25 g/L 溴氰菊酯 EC 的  $\text{LC}_{50}$  为 0.072 mg/L。田间药效试验于 2013 年 6

月<sup>[5]</sup>,因素的试验水平为:Tween80(因素 A):3%、3.5%、4%、601 - P(因素 B):0.5%、1%、1.5%,乙二醇(因素 C):2%、3%、4%。所得样品分别检测热贮及低温稳定性,以热贮后粒径跨度 $(D_{90} - D_{10})/D_{50}$ 为考察指标进行正交设计。由正交试验结果(表 2)可知,对热贮后粒径跨度影响的大小次序为 Tween80 > 601 - P > 乙二醇,由于空白列极差最小,可见配方体系中其他因素对热贮后粒径跨度影响小于本试验设计因素,本试验设计合理可行。优方案为 Tween80 用量 4%、601 - P 用量 1.5%、乙二醇用量 2%。

表 2 正交试验结果

指标	粒径跨度			
	A	B	C	空白列
$k_1$	1.18	0.93	0.80	0.91
$k_2$	0.74	0.96	0.98	0.89
$k_3$	0.67	0.70	0.82	0.79
极差	0.51	0.26	0.18	0.12
优次序	A > B > C > 空白列			

2.5 热贮、低温稳定性测定

试验结果(表 3)表明,制剂中有效成分热贮后分解率小于 5%,贮后粒径略有增大,外观为均一稳定乳白色。

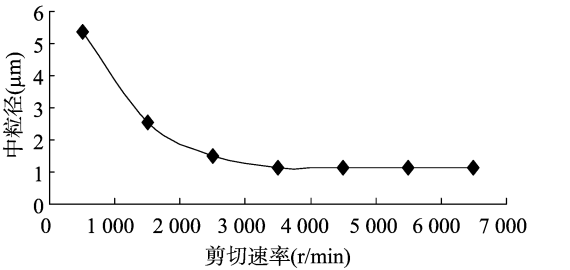


图 1 剪切速率对粒径影响

月 7 日至 6 月 18 日在青岛农业大学桃树试验田进行,5% 溴氰菊酯 EW 4 000 倍液 7 d 后平均防效为 80.19%,对照药剂 25 g/L 溴氰菊酯 EC 1 000 倍液 7 d 后平均防效为 95.17%。试验结果表明,5% 溴氰菊酯小乳剂 EW 田间防治效果较好,略小于市售乳油产品。

3 结论与讨论

通过对溶剂、乳化剂、防冻剂、消泡剂等因子的筛选及优化,确定最优配方为:溴氰菊酯 5%,二甲苯 16%,环己酮 4%,Tween80 4%,601 - P 1.5%,乙二醇 2%,有机硅消泡剂 0.1%,水补足。最佳加工工艺为:密闭式实验室乳化剪切机 1 000 r/min 将油相混合 3 min,水相慢慢滴入后调速至 3 500 r/min,剪切 5 min。

水包油体系为热力学不稳定体系,在贮存过程中常会出现沉降、乳析、絮凝、凝聚、破乳、转相、奥氏熟化等。乳化剂作为影响水乳剂稳定性的主要因素,筛选合适的乳化剂尤为重要。采用 HLB 值法确定乳化剂种类,再采用 PIT 值法进行检

胡代花, 杨晓伟, 韩 鼎, 等. 不同性诱剂对陕南水稻三大害虫引诱效果比较[J]. 江苏农业科学, 2014, 42(7): 119–121.

# 不同性诱剂对陕南水稻三大害虫引诱效果比较

胡代花<sup>1</sup>, 杨晓伟<sup>1</sup>, 韩 鼎<sup>2</sup>, 王 晖<sup>3</sup>

(1. 陕西理工学院维生素 D 生理与应用研究所, 陕西汉中 723000;

2. 陕西省汉中市农业科学研究所, 陕西汉中 723000; 3. 陕西省汉中市农业技术推广中心, 陕西汉中 723000)

**摘要:**二化螟、稻纵卷叶螟和三化螟是危害陕南水稻的三大重要害虫, 为了探索其生物防治方法, 测试了不同厂家的 7 种诱芯对三大害虫的引诱活性, 并比较水盆式和三角板 2 种诱捕器的诱捕效果。结果表明: 诱芯 A(中捷二化螟)、诱芯 B(中捷三化螟)、诱芯 D(纽康二化螟)、诱芯 E(纽康三化螟)、诱芯 G(广仁二化螟) 均对二化螟成虫具有一定的引诱活性, 以诱芯 D 效果最佳; 7 种供试诱芯均对三化螟无引诱活性; 诱芯 F(纽康稻纵卷叶螟) 和诱芯 C(中捷稻纵卷叶螟) 对稻纵卷叶螟具有微弱引诱活性; 2 种诱捕器对二化螟诱虫总数差异显著。诱芯 D 较适合陕南水稻二化螟的预测预报及综合防控, 稻纵卷叶螟和三化螟诱芯有待进一步开发, 建议在田间应用中使用三角形诱捕器。

**关键词:** 陕南; 二化螟; 稻纵卷叶螟; 三化螟; 性诱剂

**中图分类号:** S435.112; S475+.1

**文献标志码:** A

**文章编号:** 1002-1302(2014)07-0119-03

二化螟 (*Chilo suppressalis*)、稻纵卷叶螟 (*Cnaphalocrocis medinalis*) 和三化螟 (*Tryporyza incertulas*) 属鳞翅目 (Lepidoptera) 螟蛾科 (Pyralidae), 是陕南水稻生产上的三大重要钻蛀害虫。它们的危害具有突发性、隐蔽性的特点, 虫害暴发对水稻产量影响较大, 造成水稻秕谷率增加, 产量损失严重<sup>[1]</sup>。用性诱剂监测和防治害虫具有专一性强、高效、环保、无污染、不伤害有益昆虫的特点, 基本上可以满足农业可持续发展的要求<sup>[2]</sup>。目前, 二化螟、稻纵卷叶螟和三化螟诱芯在国外已经进入商业化生产和应用阶段, 我国湖北、湖南、浙江、江苏、吉林、黑龙江、广西、广东、云南、江西、安徽、福建、贵州等多个水稻产区均有应用性诱剂监测和防治二化螟的报道, 取得了较好的生态效益、经济效益和社会效益<sup>[3-9]</sup>; 另一方面, 性诱剂存在地理区系差异<sup>[10]</sup>, 不同来源的性诱剂对同一害虫的引诱效果可能存在较大差异<sup>[11-12]</sup>; 此外, 昆虫性诱剂的作用效

果容易受到诸如性信息素剂量和配比、载体材料和剂型、诱捕器类型以及气候因子(温度、湿度、风向、降雨、光周期)等各种因素的制约<sup>[13-14]</sup>。而陕南作为全国重要稻区, 尚未见相关研究报道。因此筛选适用陕南地区二化螟、稻纵卷叶螟和三化螟的性诱剂产品并探讨其田间应用技术, 建立适用陕南水稻重要害虫的高效标准化生物测报技术和生物防治技术体系, 具有重要现实意义。本试验拟通过研究不同供试诱芯对稻纵卷叶螟、二化螟、三化螟成虫的田间引诱活性影响, 并比较诱捕器形状对引诱效果的影响, 为高效标准化生物测报技术和生物防治技术体系的建立提供依据, 从根本上保障农业生产、农产品质量和农业生态安全。

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料

1.1.1 供试诱芯 不同二化螟、稻纵卷叶螟和三化螟诱芯由北京中捷四方生物有限公司、宁波纽康生物技术有限公司、宝鸡广仁生物技术有限公司 3 家单位提供, 分别编号为 A、B、C、D、E、F、G, 详见表 1。

1.1.2 供试诱捕器 水盆式诱捕器: 采用绿色市售塑料盆, 内口径 24.0 cm, 深约 10.0 cm, 内盛 3/4 水, 水中加少量洗衣粉(0.5%), 诱芯用细铁丝悬挂于水盆圆心上方, 距盆内水面

收稿日期: 2013-10-29

基金项目: 陕西省教育厅科研专项(编号: 2013JK0720); 陕西理工学院人才启动项目(编号: SLGQD13-7)。

作者简介: 胡代花(1983—), 女, 陕西安康人, 博士, 讲师, 主要从事昆虫信息素的合成与田间应用研究。Tel: (0916) 2125002; E-mail: hudaihua007@163.com。

验, 可以得到稳定的水包油体系<sup>[7]</sup>。

溴氰菊酯市售产品多为乳油制剂, 5% 溴氰菊酯水乳剂是乳油的替代品, 以水为介质, 安全环保, 降低了加工成本, 避免了大量有机溶剂对土壤、大气、水体的污染, 所以 5% 溴氰菊酯水乳剂有更好的经济和环境效益, 符合当今农药发展趋势。

## 参考文献:

- [1] Knowles A, 商建(编译), 刘 峰(校). 安全农药剂型和农药助剂的发展趋势[J]. 世界农药, 2011, 33(4): 52–56.
- [2] 朱永和, 王振荣, 李布青. 农药大典[M]. 北京: 中国三峡出版社, 2006: 126–130.

- [3] 杜春华, 李凌绪, 唐莎莎. 哒螨酮水乳剂制备及其稳定性[J]. 农药, 2011, 50(5): 344–347.
- [4] 郭勇飞, 尹明明, 陈福良. 乳化剂对 4.5% 高效氯氰菊酯水乳剂物理稳定性的影响[J]. 农药学报, 2011, 13(1): 71–78.
- [5] 刘卫国. 阿维菌素水乳剂的研制及其液体剂型评价研究[D]. 北京: 中国农业科学院, 2012.
- [6] 储西平, 明亮, 苏小冬, 等. 28% 丙环·咪鲜胺水乳剂的研制[J]. 江苏农业科学, 2010(2): 122–124.
- [7] 梁文平. 乳状液科学与技术基础[M]. 北京: 科学出版社, 2001: 93–98.
- [8] 张保华, 潘淑翠, 王 智, 等. 5% 三氟氯氰菊酯水乳剂的安全环保配方[J]. 农药, 2011, 50(11): 813–816.