

苏学军,宗春燕,王建军,等. 15% 乙草胺·精喹禾灵水乳剂配方研究[J]. 江苏农业科学,2014,42(10):143-145.

15% 乙草胺·精喹禾灵水乳剂配方研究

苏学军,宗春燕,王建军,周从霞

(泰州职业技术学院,江苏泰州 225300)

摘要:以乙草胺、精喹禾灵为有效成分,对溶剂、乳化剂和助剂进行筛选和配伍,确定 15% 乙草胺·精喹禾灵水乳剂最优配方为精喹禾灵 5%、乙草胺 10%、混合溶剂 S 16%、复配乳化剂 9%、乙二醇 5%、丁醇 1%、增稠剂 0.5%、消泡剂 0.1%、稳定剂 1.0%,自来水补足达到 100%。对最优配方进行重复性试验,发现该配方物理稳定性好,加工工艺简单,水乳剂各项理化指标符合产品标准要求。

关键词:乙草胺;精喹禾灵;水乳剂;配方;乳化剂

中图分类号:S482.4⁺9 **文献标志码:**A **文章编号:**1002-1302(2014)10-0143-02

近年来,随着人们对环境安全的日益重视,传统的乳油剂型因使用大量的芳烃类有机溶剂而逐渐被各种水性化农药剂型所代替。农药水乳剂是将不溶于水的液态原药或固态原药溶于有机溶剂后所得到的液体分散于水中,形成一种不透明的乳状液体制剂^[1]。水乳剂因其不含或仅含少量有机溶剂,具有使用安全、对环境污染小、制剂成本低、活性成分液滴粒径小、田间药效表现好等特点,是值得倡导发展的环保型农药新剂型。精喹禾灵为苯氧羧酸酯类除草剂,是一种具高度选择性的新型旱田茎叶处理剂,药效高、低毒、防治对象广^[2-3],市场销售前景较好,目前市场上以乳油产品居多,含量多在 5%~10% 之间,有少量低含量水性化剂型。乙草胺为酰胺类选择性芽前除草剂,能被杂草的幼芽和幼根吸收,抑制杂草的蛋白质合成而使杂草死亡^[4-5],可以防除大豆、花生、棉花等作物及十字花科蔬菜的阔叶杂草,市场上已出现高含量水乳剂商品。由于精喹禾灵和乙草胺可适用于同一种作物而防除对象不同,将两者混用可以成为一种理想的复配除草剂,目前该复配除草剂的水乳剂型报道较少。本试验对 15% 乙草胺·精喹禾灵水乳剂配方和加工工艺进行研究,对水乳剂型的制备、生产具有一定的指导意义,也为该复配除草剂高含量水乳剂的配制奠定一定的基础。

1 材料与方法

1.1 试剂与仪器

精喹禾灵原药,质量分数≥96%;乳化剂:OP-10、农乳(500[#]、600[#]、602[#]、700[#])、宁乳 33[#]、农乳 1601 和 1602、乳化剂 A、乳化剂 B、Tween 80,均为工业品;溶剂与助剂:甲苯、丙酮、1-甲基-2-吡咯烷酮、环己酮、乙醇、正丁醇、乙二醇、丙三醇,均为化学纯,氯化钠、硫酸铵,均为分析纯;X-10C 有机硅消泡剂。

HH 数显型恒温水浴锅,江苏金城国胜实验仪器厂生产;Sartorius 电子天平,北京赛多利斯仪器有限公司生产;CJ78-

1B 磁力搅拌器,姜堰分析仪器厂生产;DW-25L262 海尔冰箱;CJ78-1B 生化培养箱,姜堰分析仪器厂生产;SFJ-400 高速乳化分散机,上海现代环境工程技术有限公司生产;LC-10AT 高效液相色谱仪,日本岛津公司生产。

1.2 试验方法

1.2.1 水乳剂的加工方法 采用相转移法进行水乳剂加工。将精喹禾灵原药溶于有机溶剂中,再与乙草胺、乳化剂、共乳化剂混合并用磁力搅拌器搅拌,形成均匀的油相;将水与防冻剂等其他组分搅拌均匀,形成水相;将高速剪切乳化机控制在低速 1 000 r/min 内,将水相慢慢加入到油相中,滴毕继续用高速剪切乳化机高速剪切 10 min,控制转速 5 000 r/min 左右,制得均一、分散良好的乳白色液体。

1.2.2 水乳剂性能指标分析与测试 乳液稳定性试验参考 GB/T 1603—2001《农药乳液稳定性测定方法》,冷贮稳定性试验参考 GB/T 19137—2003《农药低温稳定性测定方法》,热贮稳定性试验参考 GB/T 19136—2003《农药热贮稳定性测定方法》^[6]进行;析水率测定参照文献^[7]进行。

2 结果与分析

2.1 溶剂选择

精喹禾灵原药外观为浅黄色粉状物,在有机溶剂中溶解度较小,合适溶剂的选择是配制水乳剂型的难点之一。选用的溶剂要能完全溶解精喹禾灵原药,具有理化性质稳定、低毒、不易挥发等特点^[8]。根据原药的分子结构及理化性质,对农药水乳剂常用的几种溶剂进行筛选,同时将乙草胺原药加入精喹禾灵溶液中,进行冷贮、热贮测试,结果(表 1)表明,精喹禾灵在 1-甲基-2-吡咯烷酮中溶解度最大,在其余溶剂中溶解度均较小;使用 1-甲基-2-吡咯烷酮作为溶剂,因其极性较强,难以配成水乳剂,且低温时易析出晶体,产品达不到水乳剂要求;使用甲苯或乙酸乙酯完全溶解精喹禾灵原药,用量均在 30% 以上,乙醇、环己酮用量更高,以这些试剂为溶剂,产品也达不到水乳剂要求;选择混合溶剂 S 作为溶剂,冷贮、热贮均能获得稳定性、流动性好的溶液,用量为 16%,产品符合水乳剂要求。

2.2 乳化剂选择

乳化剂的筛选对于水乳剂的制备至关重要。在 O/W 乳

收稿日期:2014-02-11

基金项目:泰州职业技术学院科技计划(编号:TZY11-3)。

作者简介:苏学军(1974—),男,江苏泰兴人,硕士,副教授,从事精细化学品制备与应用研究。E-mail:xuejun0310@163.com。

表 1 溶剂用量及品种筛选

品种	用量 (%)	溶解情况	冷贮后外观 [(0±2)℃,7 d]	热贮后外观 [(54±2)℃,14 d]	结论
甲苯	20	溶解不完全			不合格
乙酸乙酯	20	溶解不完全			不合格
乙醇	20	溶解不完全			不合格
环己酮	20	溶解不完全			不合格
1-甲基-2-吡咯烷酮	10	澄清透明	析出晶体	透明流动溶液	不合格
混合溶剂 S	16	澄清透明	透明流动溶液	透明流动溶液	合格

状液中,乳化剂的作用是降低油水界面张力,使乳化剂在细小油珠表面定向有序排列形成界面膜,依靠空间阻隔和静电效应,阻止油珠合并和长大,使乳状液稳定^[9]。配制水乳剂时,通常会使用 HLB 值作为选择依据,被乳化体系的 HLB 值应与乳化剂的 HLB 值相对应。对于工业乳化剂,因其 HLB 值控制较为宽泛,所以难以从 HLB 值上直接进行选择复配,尚需设计不同的比例进行测定。水乳剂中乳化剂一般以 2 种或 2 种以上单体复配使用为主,采用非/非复配或阴/非复配方式,含量一般为 2.5%~10.0%。在初定配方时,乳化剂的用

量可适当增多,能提高界面膜的完整性和机械强度,有助于乳状液的稳定。因此,试验配方中初定复配乳化剂用量为 10%,通过设计不同的乳化剂对,调整不同比例进行混合。结果(表 2)表明,从分散性、冷贮、热贮主要指标来看,与乳化剂 A 形成的乳化剂对与其他乳化剂对相比有较好的表现,只有乳化剂 A:乳化剂 B 按 3:2 质量比搭配,可配制出合格的水乳剂产品。固定此比例不变,运用单因子试验法筛选乳化剂的最佳用量,结果(表 3)表明,复配乳化剂用量为 9% 时,样品符合稳定要求。

表 2 乳化剂的种类及配比筛选

乳化剂		分散性	热贮后外观 [(54±2)℃,14 d]	冷贮后外观 [(0±2)℃,7 d]	结论
种类	质量配比				
OP-10:500 [#]	2:1	良	有絮状沉淀	有絮状沉淀	不合格
农乳 A:1601	3:1	优	有絮状沉淀	合格	不合格
602 [#] :宁乳 33 [#]	1:1	良	析油、有絮状沉淀	合格	不合格
Tween-80:500 [#]	2:3	良	分层	有絮状沉淀	不合格
乳化剂 A:乳化剂 B	3:2	优	合格	合格	合格
农乳 B:1601 [#]	1:1	优	有絮状沉淀	有絮状沉淀	不合格
700 [#] :OP-10	4:1	良	析油	有絮状沉淀	不合格
农乳 A:600 [#]	2:1	优	析水率 14%	合格	不合格

表 3 乳化剂 A:乳化剂 B 按 3:2 质量配比的乳化剂用量确定

用量 (%)	外观	乳液 稳定性	热贮后外观 [(54±2)℃,14 d]	冷贮后外观 [(0±2)℃,7 d]	结论
6	乳白色	差	析水率 20%	有絮状沉淀析出	不合格
7	乳白色	良	析水率 8%	合格	不合格
8	乳白色	良	析水率 3%	合格	合格
9	乳白色	优	合格	合格	合格
10	乳白色	优	合格	合格	合格

2.3 防冻剂、共乳化剂及水质的选择

选用水乳剂中常用的抗冻剂乙二醇、丙三醇、尿素、氯化钠、硫酸铵进行试验,将制得的水乳剂样品放入-10℃冰箱中冷冻 1 d 发现,乙二醇和丙三醇均有较好的防冻效果,尿素抗冻效果较差,考虑到成本,选用乙二醇作为防冻剂,用量为 5%。共乳化剂能降低油水间界面张力,吸附在油水界面上增强膜的强度,提高水乳剂的稳定性^[10]。考察甲醇、乙醇、正丁醇、异丁醇对产品分散性、热贮、冷贮稳定性影响,筛选出丁醇作为共乳化剂,用量为 1%。不同的水质对制剂的稳定性有一定的影响,采用自来水配制时,产品有微量析水,添加 0.5% 增稠剂可得到改善。

2.4 配方稳定性试验

经筛选试验,确定 15% 乙草胺·精喹禾灵水乳剂最优配

方为精喹禾灵 5%、乙草胺 10%、混合溶剂 S 16%、农乳 A 5.4%、农乳 B 3.6%、乙二醇 5%、丁醇 1%、增稠剂 0.5%、消泡剂 0.1%、稳定剂 1.0%,自来水补足达到 100%。据此配方,配制 5 组水乳剂产品,分别测定其各项指标,以验证产品的稳定性,结果(表 4)表明,5 组产品稳定性良好,各项理化指标均符合水乳剂产品要求。

表 4 15% 乙草胺·精喹禾灵水乳剂产品稳定性测定

序号	热贮前后			低温 稳定性	热贮分解率(%)		结论
	外观	分散性	乳液稳定性		乙草胺	精喹禾灵	
1	合格	优	合格	合格	3.8	2.6	合格
2	合格	优	合格	合格	3.3	2.9	合格
3	合格	优	合格	合格	4.1	2.7	合格
4	合格	优	合格	合格	3.5	3.1	合格
5	合格	优	合格	合格	4.0	2.4	合格

3 结论

15% 乙草胺·精喹禾灵水乳剂经过溶剂、乳化剂、各种助剂的筛选,最终确定最优配方,并对配方进行稳定性试验,结果表明,该配方具有稳定性好、有效成分含量稳定、加工工艺简单等特点,且该制剂中有机溶剂用量少,水含量在 50% 以上,具有明显的生态效益和经济效益。下一步需进一步提高

韩鸣花, 吴 晶, 宋 杰, 等. 3 种不同食料植物饲养美国白蛾的比较[J]. 江苏农业科学, 2014, 42(10): 145–146.

3 种食料植物饲养美国白蛾的比较

韩鸣花¹, 吴 晶¹, 宋 杰¹, 丁运昭², 张敬友¹

(1. 南京出入境检验检疫局, 江苏南京 210000; 2. 南京中健卫生实业有限公司, 江苏南京 210000)

摘要:以 3 种常见的食料植物饲喂美国白蛾幼虫, 比较了美国白蛾的幼虫历期、死亡率、化蛹率、羽化率等指标。经试验发现, 桑叶对幼虫的生活周期较为有利, 在江苏地区是美国白蛾较合适的天然食材, 法国梧桐叶不太适合美国白蛾的生长。

关键词:美国白蛾; 食料植物; 饲养; 滞育

中图分类号: S433.4 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002–1302(2014)10–0145–02

美国白蛾 (*Hyphantria cunea*), 又称秋幕毛虫, 是一种食性广、繁殖力强、极易暴发成灾的世界性检疫害虫^[1]。美国白蛾以幼虫危害, 喜食桑、臭椿、柳、山楂、梧桐、苹果等树木叶片。如果喜食树木叶片被吃光, 幼虫便转移至其他林木、农作物、蔬菜及杂草上继续为害, 给我国东北、华北和华东局部地区的林业和园林绿化造成了极大的危害。我国每年因美国白蛾导致的经济损失 50 多亿元, 减少林木生长量达 1 700 万立方米^[2]。因此, 美国白蛾的防治是目前亟待解决的问题。为及时有效控制该项虫害的蔓延和危害, 急需开展安全高效防治及其生物学特性研究。本研究用法国梧桐 (*Platanus orientalis*)、桑 (*Morus alba*)、柳 (*Salix babylonica*) 这 3 种常见的食料植物叶片饲养美国白蛾, 通过成活率、生活周期、蛹的孵化率等比较, 探索美国白蛾对这 3 种食料植物的偏好性, 寻求美国白蛾更为理想的适生条件, 为更好地防治这种世界性检疫害虫奠定理论基础。

1 材料与方法

1.1 供试虫源

收稿日期: 2013–12–17

基金项目: 江苏出入境检验检疫局项目 (编号: 2013KJ53)。

作者简介: 韩鸣花 (1986—), 女, 硕士研究生, 主要从事昆虫害虫分类、植物检验检疫工作。E-mail: han_minghua@126.com。

通信作者: 吴 晶, 硕士, 主要从事昆虫分类、植物检验检疫工作。E-mail: wuj2@jsciq.gov.cn。

水乳剂中有效成分的含量, 进行放大试验, 从而实现该水乳剂的推广应用。

参考文献:

- [1] 储西平, 明亮, 苏小东, 等. 28% 丙环·咪酰胺水乳剂的研制[J]. 江苏农业科学, 2010(2): 122–124.
- [2] 田 华, 王延华. 10.8% 精喹禾灵水乳剂的配方研制[J]. 化学工程师, 2010(6): 53–56.
- [3] 李 玮, 魏有海, 郭良芝, 等. 10.8% 精喹禾灵乳油防除春油菜田野燕麦的效果[J]. 杂草科学, 2012, 30(3): 58–60.
- [4] 刘 建. 50% 乙草胺水乳剂的研制与开发[J]. 农药, 2006, 45

供试虫源取自青岛市郊。美国白蛾在青岛市每年发生 3 代, 且以第二代为主, 以蛹在树皮缝、树洞、枯枝落叶下、建筑物缝隙及角落处越冬。翌年 4 月上旬越冬成虫羽化。第一代成虫 5 月中旬出现, 第二代成虫 7 月下旬出现, 第三代成虫 8 月下旬出现。

利用低龄幼虫群居危害和吐丝结网的习性, 2013 年 5 月下旬于青岛市郊区采集美国白蛾幼虫网幕, 放在实验室多功能养虫笼内, 利用天然饲料桑叶饲养, 定期更换新鲜枝叶, 待成虫产卵后, 收集卵块供试验用。

1.2 供试植物

梧桐叶、桑叶、柳叶这 3 种不同食料均采自实验室周边, 肥水等周围环境基本一致。

1.3 饲养方法

(1) 卵块消毒: 参照隋贺等的方法^[3]对卵块进行消毒, 首先将卵块用 2% 的次氯酸钠消毒 5 min, 再用无菌水冲洗晾干, 最后置于 25℃ 温箱中孵化。

(2) 幼虫饲养: 幼虫自 7 月下旬陆续开始孵化, 根据杨乃丰等对美国白蛾幼虫发生规律的研究^[4], 此世代属于第二世代。待幼虫孵化后, 用软毛笔将幼虫接入 50 cm × 50 cm × 65 cm 的塑料养虫笼内, 待幼虫生长至 3 龄时分别放入 3 个多功能养虫笼内饲养。3 个养虫笼内分别放置 25 cm × 25 cm × 25 cm 的小型尼龙培养箱。选取体长在 10 mm 左右的 3 龄幼虫各 50 头, 放入 3 个尼龙培养箱内, 编号为 1、2、3, 分别饲喂不同的食料植物。1 号养虫笼饲喂梧桐叶, 2 号笼饲喂桑叶, 3 号笼饲喂柳叶。每种饲料植物设置 3 个重复。定期更换新鲜

(12): 823–824.

- [5] 朱海霞, 魏有海, 郭良芝, 等. 81.5% 乙草胺乳油防除春油菜田野燕麦效果[J]. 杂草科学, 2012, 30(3): 53–54.
- [6] 梁元耀, 方 峰, 叶一强, 等. 30% 乙氧氟草醚·乙草胺水乳剂的研制[J]. 安徽农业科学, 2011, 39(11): 6443–6444, 6447.
- [7] 华乃震. 影响农药水乳剂稳定性因素与控制(上)[J]. 世界农药, 2010, 32(4): 1–4, 17.
- [8] 郭武棣. 液体制剂[M]. 3 版. 北京: 化学工业出版社, 2004.
- [9] 庄占兴, 路福绥, 刘 月, 等. 表面活性剂在农药中的应用研究进展[J]. 农药, 2008, 47(7): 469–475.
- [10] 郭勇飞, 尹明明, 陈福良. 乳化剂对 4.5% 高效氯氟氰酯水乳剂物理稳定性的影响[J]. 农药学报, 2011, 13(1): 71–78.