

文章编号 :1003-8701(2009)04-0044-03

30%醚菌酯悬浮剂的研究

杨靖华¹,崔利娥²

(1.河南科技学院化工系,河南 新乡 453003;2.南京农业大学,南京 210095)

摘 要 :对 30%醚菌酯悬浮剂的配方进行了研究。采用湿式超微粉碎加工工艺,对该制剂中润湿分散剂、增稠剂、防冻剂、消泡剂等进行了筛选实验,确定了优惠配方。试验制剂经低温和热稳定性试验,外观无明显分层,水中分散性良好,各项指标均符合悬浮剂的相关标准。

关键词 :醚菌酯 水悬浮剂 农药加工

中图分类号 :TQ45

文献标识码 :A

Study on the formulation preparation of 30% kresoxim-methyl Suspension Concentrate

YANG Jing-hua¹, CUI li-e²

(1. Department of Chemistry and Chemical Engineering, Henan Institute of Science and Technology, Xinxiang 453003; 2. Nanjing Agricultural University, Nanjing 210095, China)

Abstract: The formulation of 30% kresoxim-methyl Suspension Concentrate was developed with the method of wet milling. The receipt with main adjuvant such as wetting-dispersing agents and anti-freeze agents was optimized. Results showed that its physical and chemical properties were not changed significantly after the formulation stored under cold and thawing conditions respectively.

Keywords: Kresoxim-methyl; Suspension Concentrate; Formulation

醚菌酯化学名称为 (E)-2-甲氧亚氨基-[2-(邻甲基苯氧基甲基)苯基]乙酸甲酯,属甲氧基丙烯酸酯类杀菌剂,具有保护活性且可用作防治治疗剂和铲除剂,杀菌谱广,具有很高的活性,大多数真菌对其高度敏感,对白粉病、炭疽病、黑星病有特效,并可防治叶斑病、轮纹病、霜霉病和疫病等。使用后,有促进作物叶片增绿,增加光合作用等效果。对作物安全,花期和果期使用不会产生药害。适用于各种蔬菜、水果及花卉使用^[1-2]。该化合物外观为白色粉末至淡黄色粉末结晶体,无可见外来杂质。无特殊气味,几乎无味。易溶于有机溶剂,微溶于水。针对其结构及作用机理和应用对象进行 30%醚菌酯悬浮剂配方的研究。

1 材料和方法

1.1 材料

醚菌酯:原药,含量>96.0%,山东京博农化有限公司。

润湿分散剂:农乳 700#、农乳 1600#、农乳 500#、TX-80、萘磺酸钠甲醛缩合物 NNO、拉开粉、白炭黑、膨润土、凸凹棒土。

增稠剂:黄原胶、硅酸镁铝、羧甲基纤维素。

防冻剂:乙二醇、丙三醇、尿素。

消泡剂:正辛醇、泡敌、硅酮类。

1.2 实验仪器

NDJ 旋转式粘度计 (上海昌吉地质仪器有限公司)、PHS-3C 精密 pH 计 (上海雷兹仪器厂)、砂磨机 (沈阳微分仪器厂)、420 型电热恒温培养箱 (山东潍坊仪器厂)、Winner2000 激光粒度分布仪 (济南微纳仪器有限公司)、高剪切混合乳化机 (上海威宇机电制造有限公司)、YXJ-2 离心机 (江苏

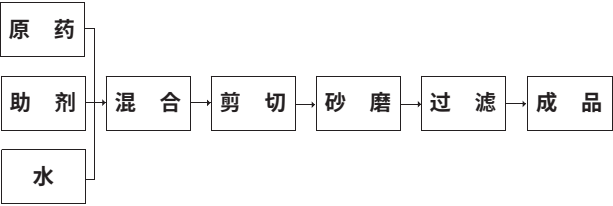
收稿日期 :2009-02-20 修回日期 :2009-03-17

基金项目 :河南科技学院重点科研项目基金(050126)资助

作者简介 :杨靖华(1975-),女,讲师,硕士,从事农药加工及使用研究。

省金坛市奔腾电子有限公司)。

1.3 工艺流程



1.4 操作步骤

按照配方的要求,将称好的原药、助剂、水加入砂磨釜中,先用高速剪切分散机进行预分散 2~3 min,将其料浆中大颗粒打碎,使其粒径至少小于砂磨介质的直径。通入冷凝水,开动砂磨机研磨 1.5~3 h,用 Winner2000 激光粒度分布仪检测,直至达到所要求的粒度为止,过滤,进行各项技术指标的分析检测。

表 1 润湿分散剂的筛选

项目	1	2	3	4	5	6	7	8
醚菌酯(%)	30	30	30	30	30	30	30	30
NNO(%)	2	2	2	2	2	2	3	3
拉开粉(%)		2	3	3	3	3		
农乳 1600 [#] (%)	2	2	2	4	4	4		
浓乳 500 [#] (%)	1	1	1	2	2	2	4	4
农乳 700 [#] (%)							3	1
吐温 80(%)			2	2				
凹凸棒土(%)	2	2	2	2	2	3		
膨润土(%)							3	3
悬浮率(%)	90	95	96	98	90	95	80	82
分散性	+	++	++	++	+	++	—	—
筛析>44μ m(%)	98	99	99	99	96	97	95	95
热贮稳定性	—	+	+	++	+	—	+	—

注:—代表“差”,+代表“良—”,++代表“良”,下同。

2.2 增稠剂的选择

悬浮剂的粘度是影响产品贮存稳定性的一个重要因素。粘度太小,产品放置一段时间后易分层、结块;粘度太大,产品不易倾倒,挂壁严重,给

2 结果与分析

2.1 润湿分散剂的选择

农药悬浮剂的悬浮液分散体系介于胶体分散体系和粗分散体系之间,属于一种不稳定的分散体系。悬浮剂的粒径一般几个微米大小,由于粒径很小,粒子的表面自由能很大,粒子间易于吸附凝聚。为了增加悬浮剂的稳定性,通常需加入一定量的分散剂,在分散相粒子的周围形成坚固的保护膜,或形成双电层,使农药颗粒表面带电,带电粒子之间相互排斥而使分散体系趋于稳定,使之在贮存过程中不发生凝聚和结底现象^[3-6]。本实验选用阴离子和非离子表面活性剂复配,对多种润湿分散剂进行了筛选(表 1),其中 4 号配方分散性能优,样品稳定性好。

加工和使用带来困难。适宜的粘度使制剂具有良好的稳定性和高的悬浮率。根据对分散剂筛选结果,以 4 号配方为基础,对增稠剂进行筛选,结果发现 3 号配方产品长期存放不分层,不结块,流动

表 2 增稠剂的筛选

项目	1	2	3	4	5	6
硅酸镁铝(%)	0.2	0.3				
黄原胶(%)			0.15	0.2		
羧甲基纤维素(%)					0.2	0.4
粘度	500	580	520	730	240	350
热贮稳定性	+	+	++	+	—	—
倾倒性	+	+	++	++	++	++

性好,分散性好。

2.3 防冻剂的选择

为了防止产品在贮存过程中出现结晶现象,影响使用效果,选用了几种不同的防冻剂进行了实验,实验结果发现乙二醇和丙三醇效果较好,尿素冷冻后在安瓿瓶底部有沉淀产生。综合成本因素选用乙二醇作为防冻剂,用量为 8%。

2.4 消泡剂的选择

为了防止在砂磨过程中产生大量的泡沫,加入少量的消泡剂,本实验对正辛醇、泡敌、硅酮类作了筛选,正辛醇、泡敌无明显效果,硅酮类消泡剂效果较好。

2.5 各项指标的测定^[3]

制剂外观为可流动、粘稠状液体,贮存过程中可有沉淀或分层,但置于室温下经摇动应能恢复原状。

表 3 产品质量控制指标

项目	指标
外观	淡黄色可流动液体
有效成分含量(%)	30%± 1%
粘度	250~800 mpa·s
pH 值	6~8
悬浮率(%)	≥ 90
倾倒性	≤ 5%
洗涤后残余物(%)	≤ 1%
热贮稳定性	合格
冷贮稳定性	合格

表 4 产品热贮检测结果

批次	贮前		(54± 2)℃贮存 14 d				
	含量(%)	悬浮率(%)	含量(%)	悬浮率(%)	析水率(%)	分散性	流动性
1	30.12	96.1	29.45	94.2	1.5	良	良好
2	30.89	93.5	29.96	91.3	1.8	良	良好
3	30.22	95.4	29.61	92.8	1.3	良	良好
4	30.15	94.5	29.54	91.9	1.7	良	良好
5	30.52	96.8	30.30	95.0	1.6	良	良好

2.6.2 冷贮稳定性

将预测样品每批 30 mL 装于 50 mL 安瓿瓶密封,放置在不同温度下冷贮 24 h,然后置于室温条件下静止融化后检测各项指标,其结果见表 5。

表 5 产品冷贮检测结果

温度(℃)	贮前		贮存 24 h 后恢复至室温检测结果				
	含量(%)	悬浮率(%)	含量(%)	悬浮率(%)	析水率(%)	分散性	流动性
0	30.08	94.1	30.00	91.3	0.9	良	良好
- 5	30.58	94.6	30.57	92.0	1.7	良	良好
- 10	30.33	96.4	30.30	94.4	1.9	良	良好
- 15	30.61	96.0	30.59	95.0	1.6	良	良好
- 25	30.73	96.8	30.71	95.1	1.2	良	良好

3 结 论

3.1 通过实验和分析检测表明, 30%醚菌酯悬浮剂的各项指标均达到悬浮剂的标准要求, 产品性能稳定,受低温影响较小,最佳配方组成如下:

醚菌酯原药	30%
NNO	2%
拉开粉	3%
农乳 1600 [#]	4%
500 [#]	2%
吐温	2%
凸凹棒土	2%
黄原胶	0.15%
乙二醇	8%
水	补足 100%

3.2 30%醚菌酯悬浮剂技术关键所在是所选用的分散润湿剂、增稠剂、消泡剂与醚菌酯原药、水之间的相容性好, 其混合物粒子在一定的粒径范

2.6 稳定性试验

2.6.1 热贮稳定性

将预测样品每批 20 mL 装于 50 mL 安瓿瓶密封,放置在(54± 2)℃恒温培养箱中,静止贮存 14 d 后取出,进行检测分析,其结果见表 4。

通过热贮实验后,检测 30%醚菌酯悬浮剂的含量、悬浮率、流动性、分散性等各项性能较稳定,有效成分醚菌酯的分解率均小于 5%。

通过冷贮实验,30%醚菌酯悬浮剂不同温度贮存 24 h 后恢复至室温检测的含量、悬浮率、流动性、分散性等各项性能较稳定,受外界低温环境影响较小。

围内能达到所制定的技术指标的要求,即扩散力与范德华力及重力之间达到相互平衡。

3.3 30%醚菌酯悬浮剂为水性化制剂,减少对环境的同时,节约了能源(有机溶剂),符合人类可持续稳定发展目标的要求。

3.4 按本配方配制的 30%醚菌酯悬浮剂,工艺简单易行,性能稳定,质量可靠。

参考文献:

[1] 张风华. 国产苯氧菌酯原药中试通过鉴定 [J]. 农化新世纪, 2003(2):11 .
[2] 新型杀菌剂 - 苯氧菌酯 [J]. 农药科学与管理,2002,23(3): 44 .
[3] 刘步林. 农药剂型加工技术第二版[M]. 北京 :化学工业出版社,1998 :301- 342 .
[4] 郭武棣. 液体制剂 [M]. 北京 :化学工业出版社,2003 : 196- 236 .
[5] 魏方林,朱国念,孔小林. 10%ZJ0712 水悬浮剂的研究[J]. 农药,2004,43(7) :301- 302 .