

◆ 研究与开发 ◆

# 40%叶菌唑·戊唑醇水乳剂的研制

陆学云

(江苏粮满仓农化有限公司, 江苏江都 225247)

**摘要:**对溶剂、乳化剂等进行筛选,确定40%叶菌唑·戊唑醇水乳剂优化配方,并对其性能进行了测试。该水乳剂产品质量稳定,热贮14 d后,分解率<5%,各项指标符合水乳剂的要求。田间药效试验结果表明,40%叶菌唑·戊唑醇水乳剂对小麦赤霉病防效优异。

**关键词:**叶菌唑;戊唑醇;水乳剂;配方;防效

中图分类号:TQ 450.6<sup>+7</sup> 文献标志码:A doi:10.3969/j.issn.1671-5284.2017.05.005

## Preparation of Metconazole + Tebuconazole 40% EW

LU Xue-yun

(Jiangsu Liangmancang Agrochemical Co., Ltd., Jiangsu Jiangdu 225247, China)

**Abstract:** The formulation of metconazole + tebuconazole 40% EW was achieved by screening solvents and emulsifiers. The formula had stable quality, low rate of decomposition, and all specifications conformed to the requirements of EW. The field efficiency test showed that metconazole + tebuconazole 40% EW had excellent control effect against *Fusarium graminearum*.

**Key words:** metconazole; tebuconazole; EW; formulation; control effect

水乳剂(EW)是用少量有机溶剂将不溶于水的液态或固态农药溶解后,在表面活性剂的作用下,通过高剪切乳化将农药原药以0.5~1.5 μm的小液滴分散于水中的制剂。其外观为不透明乳状液<sup>[1]</sup>。

叶菌唑是日本吴羽公司研制的三唑类杀菌剂,为麦角甾醇生物合成中C-14脱甲基化酶抑制剂。虽然作用机理和其他三唑类杀菌剂相同,但活性谱有着较大的差别。叶菌唑2个异构体都具有杀菌活性,但顺式体活性高于反式体。叶菌唑杀菌谱广,且活性极高,对谷物由壳针孢、镰孢霉和柄锈菌等引起的病害防效卓越<sup>[2]</sup>。戊唑醇也为三唑类杀菌剂,用于禾谷类作物防治白粉菌、柄锈菌、喙孢属、核腔菌和壳针孢等引起的病害<sup>[3]</sup>。

叶菌唑、戊唑醇复配能够有效扩大杀菌谱,对小麦白粉病、锈病、赤霉病等防效较好。

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料

叶菌唑原药(95%) 湖北巨胜科技有限公司;戊

唑醇原药(96%) 江苏剑牌农化股份有限公司。乳化剂:烷基酚醚磷酸酯(601-P)、脂肪醇聚氧乙烯醚磷酸酯(AEP)、聚氧乙烯醚硫酸铵盐(YC-10H)、高分子乳化剂LMA-200(由相对分子质量10万~50万的功能性高聚物和小分子乳化剂复合而成)、高分子乳化剂LMB-300(由相对分子质量500万~2 000万的功能性高聚物组成)。溶剂:二甲苯、S-150#溶剂油、*N*-甲基吡咯烷酮(简称吡咯烷酮)。缓冲体系:柠檬酸体系、磷酸盐体系、四硼酸钠体系、碳酸盐体系、醋酸体系。防冻剂:丙二醇、甲醇、乙二醇、山梨醇。

### 1.2 主要仪器设备

LC-10A(岛津)高效液相色谱仪;AE300L-H型实验室高速剪切机。

### 1.3 加工工艺

叶菌唑、戊唑醇原药用S-150#溶剂油、*N*-甲基吡咯烷酮溶解,将高分子乳化剂LMA-200和乳化剂烷基酚醚磷酸酯(601-P)加入溶解好的原药溶液中,搅拌均匀,作为油相备用。高分子乳化剂LMB-300在水中充分搅拌分散,配制成水分散液,将四硼酸

收稿日期:2017-05-23;修回日期:2017-06-08

作者简介:陆学云(1964—),男,工程师,主要从事农药生产技术的管理工作。E-mail: xueyun1596@163.com

钠、磷酸钾加入水分散液中,搅拌分散,再加入乙二醇配制成水相备用。在搅拌状态下(300~400 r/min)将油相缓慢加入水相,继续搅拌20 min,然后高速剪切(5 000~6 000 r/min)10 min,即制得叶菌唑·戊唑醇水乳剂。

#### 1.4 分析方法

有效成分质量分数采用液相色谱法分析;乳液稳定性按《农药乳液稳定性测定方法》(GB/T 1603—2001)进行;热贮稳定性按《农药热贮稳定性测定方法》(GB/T 19136—2003)进行;低温稳定性按《农药低温稳定性测定方法》(GB/T 19137—2003)进行;农药倾倒性按《农药倾倒性测定方法》(GB/T 31737—2015)进行;农药持久起泡性按《农药持久起泡性测定方法》(GB/T 28137—2011)进行。

## 2 结果与讨论

### 2.1 溶剂的选择

将叶菌唑、戊唑醇原药分别溶解在二甲苯、S-150#溶剂油、*N*-甲基吡咯烷酮及其不同组合物中,使之充分溶解,并在0~5℃冰箱中冷藏48 h后。取出观察,无析出物视为合格。将溶剂的用量降低,重复上述试验,找出最小的溶剂用量,最终以高于最小溶剂量的5%~10%为溶剂的使用量。通过试验确定溶剂为S-150#溶剂油(用量5%)、*N*-甲基吡咯烷酮(用量5%),结果见表1。

### 2.2 缓冲体系的选择

原药在物料体系中可能因温度等给水乳剂体系pH值带来不稳定,向其中加入缓冲剂能够稳定体系pH值。常用的缓冲体系有柠檬酸、磷酸盐、四硼酸钠、醋酸、碳酸盐体系。称取一定量的叶菌唑、戊唑醇原药加入水中分散,2 h后测定水溶液的pH值,依

据所测得的pH值选择与之对应的缓冲体系组合。通过试验确定缓冲剂为四硼酸钠(用量0.3%)、磷酸钾(用量0.15%)。

表1 叶菌唑、戊唑醇原药溶解试验结果

溶剂	加入量/g			溶解情况	
	溶剂	戊唑醇	叶菌唑	室温	低温(0℃)
二甲苯	10	2.5	1.5	浑浊	析出
溶剂油	10	2.5	1.5	浑浊	析出
吡咯烷酮	10	2.5	1.5	溶解	合格
二甲苯+溶剂油	5+5	2.5	1.5	浑浊	析出
二甲苯+吡咯烷酮	5+5	2.5	1.5	溶解	合格
溶剂油+吡咯烷酮	5+5	2.5	1.5	溶解	合格

### 2.3 乳化剂的选择

农药水乳剂中,乳化剂的作用是降低表面和界面张力,将油相分散乳化成微小油珠,悬浮于水相中,形成乳状液<sup>[3]</sup>。水乳剂配方中应用较多的乳化剂有阴离子和非离子表面活性剂。采用相对分子质量较大的磷酸酯类表面活性剂为乳化剂,可有效控制水乳剂的聚集和絮凝现象<sup>[4-5]</sup>。选择对应的缓冲体系,将LMA-200和LMB-300与其他乳化剂一一复配,配制多组水乳剂制剂。将多组水乳剂制剂经室温、热贮和低温试验,选出相对稳定的一组配方,进行有效成分含量、乳液稳定性、倾倒性等指标检测。LMA-200乳化剂对水乳剂粒径有较大影响,LMB-300乳化剂对水乳剂黏度有较大影响。根据试验现象及指标的检测结果调整乳化剂和缓冲剂用量,将调整后的水乳剂样品再进行热贮(54℃)和冷贮(-25℃)试验,直至选出比较稳定的配方,结果见表2。通过试验确定以高分子乳化剂LMA-200(3.5%)、高分子乳化剂LMB-300(2%)、601P(1.5%)三者复配作为40%叶菌唑·戊唑醇水乳剂的乳化剂。

表2 乳化剂的筛选结果

乳化剂及用量	结果观察
LMA-200(3%)+601P(1%)+AEP(3%)	室温后大量析水
LMA-200(3%)+601P(1%)+YC-10H(3%)	乳液粒径大,很快下沉
LMA-200(3%)+AEP(3%)+YC-10H(3%)	亲水性较差,1 000 mg/L硬水中乳液油珠很快下沉
LMB-300(3%)+601P(1%)+AEP(3%)	制剂流动性差,室温后析水
LMB-300(3%)+601P(1%)+YC-10H(3%)	热贮后制剂无流动性
LMB-300(3%)+AEP(3%)+YC-10H(3%)	制剂流动性差,热贮后大量析水
601P(1%)+LMA-200(3%)+LMB-300(3%)	流动性差
601P(1%)+AEP(3%)+YC-10H(3%)	热贮后分解,低温后分层
YC-10H(3%)+LMA-200(3%)+LMB-300(3%)	低温后分层
AEP(3%)+LMA-200(3%)+LMB-300(3%)	热贮后分层,低温后制剂流动性差
AEP(3%)+601P(1%)+YC-10H(3%)	制剂分层
601P(1.5%)+LMA-200(3.5%)+LMB-300(2%)	室温、热贮和低温后均合格

## 2.4 抗冻剂的选择

抗冻剂的使用对低温稳定性有重要影响。常用的抗冻剂有甲醇、乙醇、乙二醇、丙二醇、甘油、山梨醇,其中,甲醇、乙二醇、山梨醇效果较佳。将2.3筛选出的配方中,分别加入质量分数3%、5%、8%的抗冻剂,进行热贮(54℃)和冷贮(-25℃)试验,每3 d恢复室观察1次。确定抗冻剂为乙二醇,用量为5%。

## 2.5 配方的确定

根据上述试验结果,确定40%叶菌唑·戊唑醇水乳剂配方为:叶菌唑15%、戊唑醇25%、S-150#溶剂油5%、N-甲基吡咯烷酮5%、LMA-200乳化剂3.5%、LMB-300乳化剂2%、乳化剂601P 1.5%、磷酸钾0.15%、四硼酸钠0.3%、乙二醇5%,自来水补足至100%。

按此配方配制40%叶菌唑·戊唑醇水乳剂样品,并将其经(54±2)℃恒温箱中热贮14 d,观察其外观,并测定热贮前后质量分数。试验结果(表3)表明,40%叶菌唑·戊唑醇水乳剂热贮前后均为乳状液,且稳定性良好。

表3 热贮前后试验结果

序号	叶菌唑质量分数/%		分解率/ %	戊唑醇质量分数/%		分解率/ %
	贮前	贮后		贮前	贮后	
1	15.23	15.01	1.44	25.37	24.93	1.73
2	15.37	15.12	1.63	25.22	24.81	1.63
3	15.12	14.89	1.52	25.42	24.93	1.93

## 2.6 质量指标检测

所制水乳剂外观为可流动、易测量体积的乳状液体,存放过程中未出现结块现象,也无油状物析出,其它质量指标见表4。

表4 40%叶菌唑·戊唑醇水乳剂质量指标测定结果

项目	指标	实测值
叶菌唑质量分数 %	15.0±0.9	15.12
戊唑醇质量分数 %	25.0±1.5	25.42
pH值	5.0~9.0	7.8
乳液稳定性(稀释200倍)	合格	合格
倾倒性	倾倒后残余物/mL	≤5.0
	洗涤后残余物/mL	≤0.5
持久起泡性(1 min)	μL	≤60
低温稳定性	合格	合格
热贮稳定性	合格	合格

## 2.7 田间药效试验

采用所制的40%叶菌唑·戊唑醇水乳剂进行防治小麦赤霉病田间试验。试验地设在江苏省高邮市八桥镇勤丰村,2016年4月26日,小麦扬花初期进行

喷雾施药。施药时小麦长势良好,后期小麦赤霉病发生较重。试验设6个处理,分别为40%叶菌唑·戊唑醇水乳剂90 g/hm<sup>2</sup>(有效成分用量,下同)、120 g/hm<sup>2</sup>、150 g/hm<sup>2</sup>、40%叶菌唑悬浮剂30 g/hm<sup>2</sup>、80%戊唑醇可湿性粉剂120 g/hm<sup>2</sup>,以及清水对照。每处理4次重复,共计24个小区,每小区面积不小于20 m<sup>2</sup>,区组随机排列。试验结果表明:40%叶菌唑·戊唑醇水乳剂90 g/hm<sup>2</sup>、120 g/hm<sup>2</sup>、150 g/hm<sup>2</sup>处理对小麦赤霉病防效优异,田间防效分别为90.4%、93.3%、97.2%。对照药剂40%叶菌唑悬浮剂30 g/hm<sup>2</sup>、80%戊唑醇可湿性粉剂120 g/hm<sup>2</sup>处理对小麦赤霉病的田间防效分别为92.4%、94.6%。

## 3 结论

本文所制40%叶菌唑·戊唑醇水乳剂以水为分散介质,仅含少量有机溶剂,避免了大量有机溶剂对环境的污染。且其不易燃不易爆,贮运安全,符合农药制剂发展的方向。

所制40%叶菌唑·戊唑醇水乳液质量稳定,(54±2)℃热贮14 d后,叶菌唑、戊唑醇分解率均小于5%,其它各项指标符合水乳剂质量要求。田间药效试验结果显示,40%叶菌唑·戊唑醇水乳剂各处理对小麦赤霉病的防效均在90%以上,适应当前农业可持续发展的要求。

## 参考文献

- [1] 刘步林. 农药制剂加工技术 [M]. 2版. 北京: 化学工业出版社, 1998: 414.
- [2] 徐伟枫, 闫晓阳, 刁春友. 叶菌唑在小麦中的最终残留研究 [J]. 现代农药, 2016, 15 (6): 47-49.
- [3] 农业部农药检定所. 新编农药手册: 续集 [M]. 北京: 中国农业出版社, 1998: 290-292.
- [4] 赵国玺. 表面活性剂作用原理 [M]. 北京: 中国轻工业出版社, 2003: 562-572.
- [5] 任智, 陈志荣, 范军花. 表面活性剂和乳液稳定性研究进展 [J]. 日用化学工业, 2001, 31 (3): 31-34.

(责任编辑: 顾林玲)

## 扫一扫下方二维码



微信号: M-pesticide-E

公众号: 现代农药

QQ: 906491600

电话: 025-86581148

传真: 025-86581147

网址: www.agroinfo.com.cn