

◆ 研究与开发 ◆

# 10%芳甲酰氨基环丙酸悬浮剂的研制

郭 恒<sup>1</sup>, 郑先福<sup>2\*</sup>, 姚锋娜<sup>1</sup>, 万 翠<sup>1</sup>

(1. 郑州郑氏化工产品有限公司, 郑州 450000 2. 河南农业大学, 郑州 450000)

**摘要:**为明确10%芳甲酰氨基环丙酸悬浮剂的最佳配方,对其润湿分散剂、防冻剂等助剂进行筛选,并确定其对番茄幼苗的影响。试验结果表明:10%芳甲酰氨基环丙酸悬浮剂最佳配方为芳甲酰氨基环丙酸 10%、农乳705# 2%、DS-539 3%、乙二醇 5%、黄原胶0.2%、硅酸镁铝0.5%、有机硅消泡剂502 0.5%、卡松 0.1%,去离子水补至100%。该悬浮剂各项性能指标均符合要求,粒径细度好,悬浮率高,热贮稳定性好。10%芳甲酰氨基环丙酸悬浮剂质量浓度为0.003 mg/L时,番茄抗逆性增强。

**关键词:**芳甲酰氨基环丙酸;悬浮剂;配方;筛选

中图分类号:TQ 450.6 文献标志码:A doi:10.3969/j.issn.1671-5284.2019.04.006

## Study on Suspension Concentrate of Arylamido-Cyclopropanecarboxylic Acid 10% SC

Guo Heng<sup>1</sup>, Zheng Xian-fu<sup>2\*</sup>, Yao Feng-na<sup>1</sup>, Wan Cui<sup>1</sup>

(1. Zhengzhou Zheng Shi Chemical Co.,Ltd, Zhengzhou 450000, China; 2. Henan Agricultural University, Zhengzhou 450000, China)

**Abstract:** To determine the optimum formula of arylamido-cyclopropanecarboxylic acid 10% SC, wetting dispersants, antifreezes were screened in this paper. The results showed that the product had excellent physical and chemical properties, which was composed of arylamido-cyclopropanecarboxylic acid 10% SC, 705# 2%, DS-539 3%, ethylene glycol 5%, xanthan gum 5%, magnesium silicate aluminum 0.5%, silicone defoamer 502 0.5%, assigned 0.1%, and deionized water make up to 100%. All the indicators of arylamido-cyclopropanecarboxylic acid 10% SC conformed to the requirements of SC. At the concentration of 0.003 mg/L, it could enhance the stress resistance of tomatoes.

**Key words:** arylamido-cyclopropanecarboxylic acid; suspension concentrate; formula; screen

芳甲酰氨基环丙酸(arylamido-cyclopropane carboxylic)是植物生长调节剂S-脱落酸(诱抗素)功能替代物,为新创制化合物<sup>[1]</sup>。其提高植物抗逆能力,如抗旱、抗寒、抗病和抗盐碱能力,减少农药施用量,增强作物在非正常气候、土壤条件下的生存能力。芳甲酰氨基环丙酸还可提高作物的免疫功能,有效预防病害发生,提高与其复配的农药、肥料的效力,降低相应药剂的使用浓度,减轻或消除药剂的毒副作用。芳甲酰氨基环丙酸可控制花芽分化,有效防止小麦、水稻等粮食作物穗发芽或在贮存过程中发芽,保障了粮食作物的品质和产量。目前,芳甲酰氨基环丙酸制剂研究未见报道,本文对

芳甲酰氨基环丙酸悬浮剂研制进行了研究和开发,为发挥其药效,同时开发环保,对环境安全友好的剂型提供理论依据。

## 1 材料与amp;方法

### 1.1 试验材料和仪器

芳甲酰氨基环丙酸原药(白色结晶粉末,含量98%),由郑州郑氏化工产品有限公司提供。表面活性剂:烷基酚甲醛树脂聚氧乙烯醚(农乳705#),邢台蓝天精细化工股份有限公司;阴离子磺酸盐类表面活性剂(DS-539),广州方中化工有限公司;烷基酚聚氧乙烯醚(SOPE-10),江苏省海安石油化工厂。

收稿日期:2018-10-09

基金项目:S-诱抗素类似物合成工艺与应用研究(182106000009)

作者简介:郭恒(1982—)男,河南省辉县人,研发工程师,硕士,主要从事农药剂型加工及乳化剂复配研究。E-mail:gheng668@163.com

通讯作者:郑先福,教授,硕士,主要从事植物生长调节剂合成与应用方面的研究。

聚羧酸盐分散剂(GY-D07),北京广源益农化学有限责任公司;十二烷基硫酸钠,济南众琪化工有限公司。增稠剂:硅酸镁铝,广州博峰化工科技有限公司;黄原胶,淄博海澜化工有限公司。防冻剂:尿素,河南心连心化肥有限公司;乙二醇,郑州建祥化工产品有限公司;丙三醇,广州安辰化工科技有限公司。消泡剂:有机硅消泡剂502,广州佰谦化工有限公司;聚脂消泡剂,江苏索艾夫环保科技有限公司。防腐剂:卡松,郑州博豪化工产品有限公司;苯甲酸钠,天津东大化工有限公司。

pHS-3C精密pH计,上海雷兹仪器厂;LS-POP激光粒度分析仪,珠海欧美克仪器有限公司;101-5B电热恒温鼓风干燥箱,山东上地电子科技有限公司;立式砂磨机,上海儒特机电设备有限公司;高剪切混合乳化机,上海威宇机电制造有限公司;SHDW-2型农药低温稳定性实验仪,济南梅卡科技有限公司;安捷伦1260高效液相色谱仪。

## 1.2 试验方法

### 1.2.1 工艺流程示意图

10%芳甲酰氨基环丙酸悬浮剂工艺流程见图1。

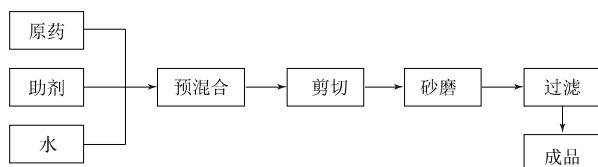


图1 工艺流程示意图

### 1.2.2 操作步骤

将配方中各原料、助剂、水按比例称取好,将混合好的物料进行剪切,在通冷凝水的同时进行研磨。按悬浮剂的质量技术指标进行分析检测,合格后即得10%芳甲酰氨基环丙酸悬浮剂。

### 1.2.3 产品性能指标测定

热贮稳定性:按照GB/T 19136—2003,将密封试验样品置于 $(54 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的恒温箱中贮存14 d,对其性能指标进行检测;冷贮稳定性:按照GB/T 19136—2003,将试验样品置于 $(0 \pm 2)^\circ\text{C}$ 低温试验仪,贮存7 d,测其理化指标;黏度测定方法:按照NY/T1860.21—2010进行测定;pH值测定方法:按照GB/T 1601进行测定;悬浮率测定:按照GB/T 14825—2006进行测定;持久起泡性测定:按照GB/T 28137进行测定。

## 2 结果与分析

### 2.1 润湿分散剂筛选

对几种不同类型润湿分散剂进行初筛,将各单

一润湿分散剂按5%用量和原药混合,砂磨2 h后放置于 $(54 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的恒温箱中贮存14 d,对其各项性能指标检测,结果见表1。

表1 润湿分散剂初筛试验结果

润湿分散剂	悬浮率/%	析水率/%	$D_{50}/\mu\text{m}$	絮凝现象	倾倒性
农乳705#	97	8	2.78	无	合格
DS-539	98	5	2.32	无	合格
SOPE-10	95	9	2.98	无	不合格
GY-D07	93	11	3.29	无	合格
十二烷基硫酸钠	73	17	3.46	有	不合格

由表1可知,以DS-539和农乳705#为润湿分散剂时,溶液经热贮后悬浮率相对较高,粒径较小,倾倒性合格。为达到更好的悬浮剂性能,将2种润湿分散剂按比例复配进行优化试验,结果见表2。

表2 润湿分散剂的优化试验

润湿分散剂	质量比	悬浮率/%	析水率/%	$D_{50}/\mu\text{m}$	絮凝现象	倾倒性
DS-539+农乳705#	4:1	98	5	2.20	无	合格
	3:2	99	2	1.95	无	合格
	1:1	96	8	2.61	无	合格
	2:3	93	11	2.68	无	合格
	1:4	90	13	3.09	无	合格

从表2可以看出,以DS-539与农乳705#质量比为3:2时,溶液悬浮率和粒径达到最佳,随着DS-539含量的降低,悬浮剂的悬浮率降低,析水率和粒径均增大。且DS-539比例过高时,悬浮率有所降低,粒径有所增大。综合考虑,润湿分散剂DS-539和农乳705#的质量比为3:2时,为润湿分散剂最佳配比。

### 2.2 增稠剂的筛选

按照2.1所筛选的润湿分散剂配方,进行增稠剂种类、用量筛选。选择黄原胶和硅酸镁铝以及两者复配进行样品制备,并测试了热贮后的析水性和倾倒性,试验结果见表3。

表3 增稠剂筛选试验结果

增稠剂	用量/%	析水率/%	倾倒后残余物/%	洗涤后残余物/%
黄原胶	0.15	4	1	0
	0.20	1	3	0.2
	0.25	0	8	0.8
硅酸镁铝	0.50	6	1	0
	1.00	2	2	0.3
	1.50	1	6	0.5
黄原胶+硅酸镁铝	0.20+0.50	0	1	0
	0.20+1.00	0	2	0.1
	0.20+1.50	0	7	0.6

从表3可知,以黄原胶(0.2%)和硅酸镁铝(0.5%)为增稠剂时,样品析水率为0,倾倒性良好。因此,选择黄原胶(0.2%)和硅酸镁铝(0.5%)为增稠剂。

### 2.3 防冻剂的筛选

对防冻剂尿素、乙二醇、丙三醇进行了筛选,测定结果见表4。

表4 防冻剂的选择试验

防冻剂	用量/%	析水率/%	冷贮稳定性
尿素	5	6	合格
丙三醇	5	3	不合格
	3	0	合格
乙二醇	5	0	合格
	8	1	合格

由表4可知,乙二醇效果较好,尿素析水率较高,丙三醇冷贮不合格,对乙二醇用量再筛选,最终确定了乙二醇为防冻剂,用量为5%。

### 2.4 消泡剂的筛选

对有机硅消泡剂502和聚脂消泡剂进行了筛选。结果表明,有机硅消泡剂502对制剂的消泡效果更好,热贮后合格,并确定最佳用量为0.5%。

### 2.5 防腐剂的筛选

对卡松和苯甲酸钠进行了筛选,经热贮14 d后,含苯甲酸钠的制剂出现颜色变深现象,并且出现析水现象,而以卡松为防腐剂的制剂各项指标均符合要求,因此防腐剂选用卡松,用量为0.1%。

### 2.6 各项质量指标测定及最优配方

通过对润湿分散剂、防冻剂等助剂进行筛选,确定10%芳甲酰氨基环丙酸悬浮剂最佳配方为芳甲酰氨基环丙酸10%、农乳705# 2%、DS-539 3%、乙二醇5%、黄原胶0.2%、硅酸镁铝0.5%、有机硅消泡剂502 0.5%、卡松0.1%,去离子水补至100%,结果见表5。

表5 10%芳甲酰氨基环丙酸悬浮剂指标检测结果

项目	指标	检测结果
芳甲酰氨基环丙酸质量分数/%	≥10	10.3
悬浮率/%	≥90	96.5
湿筛试验/%	≥98	99.0
pH值	5.0~8.0	5.26
倾倒性/%	倾倒后残余物	≤5.0
	洗涤后残余物	≤0.5
冷贮稳定性	合格	合格
热贮稳定性	合格	合格

## 3 抗逆活性试验

试验采用室内盆栽法,番茄在育苗盘育苗,长至2片真叶时,移栽,1周后开始试验。培养条件为人

工气候箱,光周期为12/12 h(光照/黑暗),培养温度为28/25℃(昼/夜),光照强度为400 lx,相对湿度为60%。试验设置5个处理:处理① 17.5% PEG-6000水溶液(模拟干旱);处理② 17.5% PEG-6000水溶液(模拟干旱)+10%芳甲酰氨基环丙酸悬浮剂0.003 mg/L;处理③ 17.5% PEG-6000水溶液(模拟干旱)+10%芳甲酰氨基环丙酸悬浮剂0.03 mg/L;处理④ 17.5% PEG-6000水溶液(模拟干旱)+10%芳甲酰氨基环丙酸悬浮剂0.3 mg/L;处理⑤ 清水对照。每处理重复4次,每盆2株番茄苗。番茄幼苗用17.5% PEG-6000水溶液浇灌,模拟干旱24 h后用不同浓度10%芳甲酰氨基环丙酸悬浮剂灌根处理,培养15 d后取样测定<sup>[2-3]</sup>。取长势一致的番茄幼苗测量株高、根长、鲜重指标,结果见表6。

表6 各处理对番茄幼苗生物量的影响

处理	株高/cm	根长/cm	鲜重/g
①	4.57±0.23 a	3.40±0.21 a	0.60
②	5.67±0.33 a	6.33±1.48 b	1.20
③	4.90±0.21 a	6.17±0.61 b	1.28
④	5.50±0.58 ab	7.07±0.35 b	1.80
⑤	7.17±0.44 b	6.17±0.17 b	1.64

注:同列不同小写字母表示在5%水平下差异显著。

由表6可以看出,与空白对照相比,干旱胁迫在一定程度上影响了番茄幼苗的生长,10%芳甲酰氨基环丙酸悬浮剂对幼苗的生物积累量无显著影响,但是能够延缓干旱胁迫条件下幼苗株高和鲜重的降低。干旱胁迫条件下,处理②的根长显著优于其他处理,其鲜重比处理①增加了66.7%。结果表明在逆境条件下10%芳甲酰氨基环丙酸悬浮剂能增强番茄生长能力,具有一定的生物活性。

## 4 结论

通过对润湿分散剂、防冻剂、增稠剂等进行筛选,确定10%芳甲酰氨基环丙酸悬浮剂的优化配方。按照该配方所制备的样品各项指标合格,质量稳定,还可增强番茄在干旱环境下的生长能力,具有一定的生物活性。

### 参考文献

- [1] 段留生,周繁,李召虎,等.芳甲酰氨基环丙酸的制备和活性:CN,201110296348.6[P].2011-09-27.
- [2] 黄义春,李建民,段留生,等.甜菜碱对玉米幼苗抗旱性的诱导效应[J].玉米科学,2011,19(1):95-100.
- [3] 高伟,张明才,段留生.冠菌素诱导水稻幼苗抗旱性的生理效应[J].农药学报,2012,14(4):405-411. (责任编辑:石凌波)