

◆ 开发与分析 ◆

溶剂蒸发法制备辛酰溴苯腈微胶囊及其性能研究

陈元辉^{1,2}, 余海涛², 赵峰², 冀钦陇², 王玉灵², 胡冠芳², 李惠霞¹, 牛树君^{2*}, 刘永刚^{1,2*}

(1. 甘肃农业大学植物保护学院, 兰州 730070; 2. 甘肃省农业科学院植物保护研究所, 兰州 730070)

摘要:为开发出辛酰溴苯腈新剂型,提高其防治效果,降低施用量,本研究以聚羟基丁酸酯(PHB)为壁材,辛酰溴苯腈为芯材,三氯甲烷为溶剂,聚乙烯醇(PVA)为乳化剂,采用溶剂蒸发法制备微胶囊,通过单因素及 $L_9(3^4)$ 正交设计试验确定其最佳制备工艺,测定其载药量、包封率、粒径及分布、缓释性能和除草活性。试验结果表明,辛酰溴苯腈微胶囊最佳制备工艺条件为芯壁材质量比为1:5,油水体积比为1:5,PVA质量分数为2%,剪切速率为12 000 r/min,其制备的微胶囊中位粒径 D_{50} 值为24.82 μm ,分散均匀,载药量为18.38%,包封率达91.90%。该微胶囊释放性能良好,148 h累积释放率达83%;辛酰溴苯腈微胶囊有效成分360 g/hm²药后7 d对藜的株防效为95.83%,与商用乳油制剂有效成分450 g/hm²的株防效无显著差异。制备的辛酰溴苯腈微胶囊能有效减少辛酰溴苯腈使用量。

关键词:辛酰溴苯腈;微胶囊;制备工艺;缓释;除草活性

中图分类号:TQ 450 文献标志码:A doi:10.3969/j.issn.1671-5284.2023.02.009

Preparation and Performance of Bromoxynil Octanoate Microcapsules by Solvent Evaporation

CHEN Yuanhui^{1,2}, YU Haitao², ZHAO Feng², JI Qinlong², WANG Yuling², HU Guanfang², LI Huixia¹, NIU Shujun^{2*}, LIU Yonggang^{1,2*}

(1. College of Plant Protection, Gansu Agricultural University, Lanzhou 730070, China; 2. Institute of Plant Protection, Gansu Academy of Agricultural Sciences, Lanzhou 730070, China)

Abstract: In order to develop new formulations of bromoxynil octanoate, improve its control effect and reduce the application amount, bromoxynil octanoate microcapsules were prepared by solvent evaporation method with polyhydroxybutyrate (PHB) as wall material, bromoxynil octanoate as core material, chloroform as solvent, polyvinyl alcohol (PVA) as emulsifier and dispersant. The optimal preparation process was determined by single factor and $L_9(3^4)$ orthogonal design test. The drug loading, encapsulation rate, particle size and distribution, slow release performance and herbicidal activity were determined. The test results showed that when core wall material mass ratio, oil-water volume ratio, PVA mass fraction, shear rate of bromoxynil octanoate microcapsules were 1 : 5, 1 : 5, 2% and 12 000 r/min, respectively, the median particle size D_{50} value was 24.82 μm , the drug loading was 18.38%, and the encapsulation rate was 91.90%. The release performance of the microcapsules were good, and the accumulative release rate reached 83% after 148 h. The plant control efficiency of bromoxynil octanoate microcapsules with effective ingredient 360 g/hm² at 7 d was 95.83%, which was not significantly different from that of commercial emulsion preparation with effective ingredient 450 g/hm². The developed microcapsules could effectively reduce the amount of bromoxynil octanoate.

Key words: bromoxynil octanoate; microcapsule; preparation technology; slowly release; weed control activity

收稿日期:2022-12-02

基金项目:国家特色油料产业技术体系(CARS-14-1-22);甘肃省农业科学院科技成果转化项目(2022GAAS-CGZH07);甘肃省农业科学院重点研发计划(2022GAAS15)

作者简介:陈元辉(1996—),男,河南信阳人,硕士研究生,研究方向为农药学。E-mail:chenyuanhui815@163.com

通信作者:刘永刚(1972—),男,甘肃临洮人,博士,研究员,主要从事农药剂型研究。E-mail:liuyg@gsagr.ac.cn

共同通信作者:牛树君(1980—),男,甘肃靖远人,硕士,副研究员,主要从事农田杂草防控及农药制剂研究。E-mail:niu.shujun@163.com

辛酰溴苯腈(Bromoxynil octanoate)是一种广谱、选择性苗后茎叶处理触杀型除草剂,由于该产品具有显著的除草性能,可用于防除一年生和多年生阔叶杂草,被广泛运用于防治玉米、小麦、大蒜、胡麻等作物田阔叶类杂草^[1-2]。我国辛酰溴苯腈登记的剂型主要为乳油及可分散油悬浮剂等,传统剂型具有释放迅速、持效期短等缺点,在田间实际应用中常常会增加用量和施用频率,这会导致防治成本增加,限制其进一步发展和应用^[3-4]。通过微胶囊化技术将农药活性物质包覆在特定的天然或合成高分子材料中形成微胶囊,能够有效保护农药活性物质,降低环境因素的影响;降低农药对非靶标生物的毒害风险,提高对人、畜、作物等的安全性;延长有效期,减少施药次数^[5-7],因此受到农药生产企业及科学家的广泛关注。目前,农药微胶囊领域常用的制备方法有溶剂蒸发法、界面聚合法、原位聚合法、复凝聚法等^[8-9]。其中溶剂蒸发法因反应条件温和,工艺简便,不需要特殊试剂和设备等优点而被广泛用于农药微胶囊的制备^[10]。

目前辛酰溴苯腈微胶囊化剂型鲜有报道,本研究以聚羟基丁酸酯(PHB)为壁材,辛酰溴苯腈为芯材,通过溶剂蒸发法制备辛酰溴苯腈微胶囊,筛选最佳制备工艺,测定目标产物释放性能及生物活性,以达到减少辛酰溴苯腈使用量,提高利用率的目的。

1 材料与方法

1.1 试剂

97%辛酰溴苯腈原药,江苏禾本生化有限公司;聚乙烯醇(PVA)、聚羟基丁酸酯(PHB),上海麦克林生化科技有限公司;三氯甲烷、透析袋,北京索莱宝科技有限公司;无水乙醇(AR),天津市富宇精细化工有限公司;30%辛酰溴苯腈乳油,浙江禾本科技有限公司;吐温-80(Tween-80),麦克林试剂公司。

1.2 仪器

CPA 224S 电子天平,德国 Sartorius 公司;KQ-500DE型数控超声波清洗器,昆山舒美超声仪器有限公司;RCT basic磁力搅拌器,德国IKA公司;SAII-2-X高剪切乳化机,上海壹维机电设备有限公司;BX53正置显微镜,奥林巴斯工业有限公司;Betttersize 2000激光粒度仪,丹东百特仪器有限公司;UV-4800型紫外可见分光光度计,上海优尼科仪器有限公司;FD-1A-50真空冷冻干燥机,博医康(北京)仪器有限公司。

1.3 试验方法

1.3.1 辛酰溴苯腈微胶囊的制备

准确称取0.500 g的辛酰溴苯腈原药和2.500 g PHB,分别用三氯甲烷溶解,并按芯壁比为1:5的比例混合为油相;准确称取20.0 g PVA于去离子水中加热溶解,待其冷却后配制成2% PVA水溶液作为水相。按油水相比1:5的比例将油相和水相混合倒入烧杯中,高速剪切5 min得均质乳液;将乳液加热搅拌挥发有机溶剂,待溶剂蒸发完全,离心洗涤并冷冻干燥,即得辛酰溴苯腈微胶囊粉末,干燥储存。

1.3.2 单因素试验设计

以载药量、包封率和粒径大小为微胶囊性能指标,通过单因素试验来探究微胶囊制备过程中芯壁比、油水比、乳化剂质量分数以及剪切速率等因素对微胶囊性能的影响(表1)。以芯壁材质量比1:5、油水体积比1:5、乳化剂PVA质量分数1%和剪切速率12 000 r/min为基准,确定单个因素对微胶囊性能的影响。

表1 辛酰溴苯腈微胶囊制备单因素试验水平表

| 水平 | 芯壁材质量比 | 油水体积比 | PVA质量分数/% | 剪切速率/(r·min ⁻¹) |
|----|--------|-------|-----------|-----------------------------|
| 1 | 1:5 | 1:5 | 0.5 | 6 000 |
| 2 | 1:10 | 1:10 | 1 | 8 000 |
| 3 | 1:15 | 1:15 | 1.5 | 10 000 |
| 4 | | 1:20 | 2 | 12 000 |

1.3.3 正交试验筛选最佳制备工艺

在单因素试验基础上,采用正交试验设计,确定辛酰溴苯腈微胶囊制备最佳工艺,具体包括芯壁质量比、油水体积比、PVA质量分数和剪切速率4个因素作为考察对象,每因素设置3个水平(表2),采用L₉(3⁴)正交表,实施方案见表3。以载药量和粒径为考察辛酰溴苯腈配方的评价指标。使用极差分析法对正交试验因素进行分析,通过SPSS计算总响应值(\bar{K})和平均响应值(\bar{K}),并根据平均响应值求因素极差值(R),依据 R 值的大小判断因素的优劣情况和某因素的最佳水平情况,从而得到最佳组合^[11]。

表2 辛酰溴苯腈微胶囊制备正交试验因素和水平

| 水平 | 因素 | | | |
|----|------|------|-----|--------------------------|
| | A | B | C/% | D/(r·min ⁻¹) |
| 1 | 1:15 | 1:15 | 0.5 | 8 000 |
| 2 | 1:10 | 1:10 | 1 | 10 000 |
| 3 | 1:5 | 1:5 | 2 | 12 000 |

注:A为芯壁材质量比;B为油水体积比;C为PVA质量分数;D为剪切速率,下表同。

表3 辛酰溴苯腈微胶囊制备正交试验设计结果表

| 编号 | A | B | C/% | D/(r·min ⁻¹) |
|----|------|------|-----|--------------------------|
| 1 | 1:15 | 1:15 | 0.5 | 8 000 |
| 2 | 1:15 | 1:10 | 1 | 10 000 |
| 3 | 1:15 | 1:5 | 2 | 12 000 |
| 4 | 1:10 | 1:15 | 1 | 12 000 |
| 5 | 1:10 | 1:10 | 2 | 8 000 |
| 6 | 1:10 | 1:5 | 0.5 | 10 000 |
| 7 | 1:5 | 1:15 | 2 | 10 000 |
| 8 | 1:5 | 1:10 | 1 | 12 000 |
| 9 | 1:5 | 1:5 | 0.5 | 8 000 |

1.4 微胶囊理化性能表征

1.4.1 微胶囊形貌表征

称取0.020 g微胶囊干粉加入盛有40 mL蒸馏水的烧杯中,超声后在光学显微镜下选取典型区域拍照。

1.4.2 平均粒径测定

使用激光粒度分布仪对微胶囊粒度进行测定,3次重复,取其平均值。

1.4.3 包封率和载药量的测定

准确称取0.020 g的微胶囊干粉,置于50 mL的容量瓶中,用无水乙醇溶解并定容至50 mL,室温下超声破碎,使其中所包封的辛酰溴苯腈完全溶于无水乙醇中,在10 000 r/min离心5 min,得到上清液,用紫外分光光度计测量上清液的吸光值,根据辛酰溴苯腈标准曲线求出微胶囊辛酰溴苯腈的质量。按式(1)(2)分别计算包封率和载药率。

$$EE/\% = \frac{M_a}{M_1} \times 100 \quad (1)$$

$$L_c/\% = \frac{M_a}{M_2} \times 100 \quad (2)$$

式中:EE为包封率,%;L_c为载药率,%;M_a为微胶囊中辛酰溴苯腈的质量,g;M₁为制备微胶囊时投入的辛酰溴苯腈的总质量,g;M₂为辛酰溴苯腈微胶囊干粉的总质量,g。

1.4.4 微胶囊缓释性能

采用透析袋法^[12]研究辛酰溴苯腈原药与辛酰溴苯腈微胶囊的释放性能。准确称取0.024 g原药和0.100 g微胶囊样品分别浸入含200 mL 50%无水乙醇溶液的密封容器中,室温以转速200 r/min振荡,每隔一段时间取1 mL上清液,每次取样后立即补充相同体积50%无水乙醇溶液,通过紫外可见分光光度计测定辛酰溴苯腈的释放量。按公式(3)计算辛酰溴苯腈累积释放量并绘制累积释放曲线。

$$Q/\% = \frac{V \sum_{i=0}^{n-1} C_i + V_0 C_n}{m} \times 100 \quad (3)$$

式中:Q为累积释放百分率,%;C_n为释放时间下释放介质中药物的质量浓度,mg/mL;V₀为释放介质的体积,mL;C_i为第i个取样时间点中释放介质中的药物质量浓度,mg/mL;V为每次取样的释放介质的体积,mL;m为微胶囊中药物的质量,mg。

1.5 除草活性测定

采用茎叶喷雾法^[12]测试辛酰溴苯腈微胶囊的除草活性,对照药剂为97%辛酰溴苯腈原药和30%辛酰溴苯腈乳油,于藜2~4叶期进行施药处理,详情见表4。使用小型喷壶按照顺序依次施药,待到药液风干后,移入温室常规培养。药剂处理后每天观察藜的生长状态,14 d后通过目测法以及绝对值(数测)调查法调查藜存活株数,根据公式(4)计算株防效。

$$\text{株防效}/\% = \frac{\text{对照处理杂草株数} - \text{施药处理杂草株数}}{\text{对照处理杂草株数}} \times 100 \quad (4)$$

表4 辛酰溴苯腈除草活性测定试验设计

| 编号 | 药剂名称 | 施药量/(g·hm ⁻²) |
|----------------|------------|---------------------------|
| Y | 97%辛酰溴苯腈原药 | 450 |
| R | 30%辛酰溴苯腈乳油 | 450 |
| W ₁ | | 225 |
| W ₂ | 辛酰溴苯腈微胶囊 | 360 |
| W ₃ | | 450 |
| CK | 清水 | 0 |

2 试验结果

2.1 单因素试验结果

2.1.1 芯壁材质量比对辛酰溴苯腈微胶囊性能的影响

从表5可以看出,当芯壁材质量比从1:5减小到1:15,微胶囊的载药量从14.73%减小到6.20%,包封率从73.68%增加到93.01%,粒径在29.16~37.98 μm之间,由单因素方差分析可以得知,芯壁材质量比对载药量和粒径具有显著影响,对包封率的影响不显著。

表5 芯壁材质量比对辛酰溴苯腈微胶囊性能的影响

| 壁材质量比 | 载药量/% | 包封率/% | 粒径/μm |
|-------|----------------|----------------|----------------|
| 1:5 | 14.73 ± 0.59 a | 73.68 ± 7.28 a | 30.37 ± 0.67 b |
| 1:10 | 9.19 ± 0.63 b | 91.88 ± 6.31 a | 37.98 ± 1.83 a |
| 1:15 | 6.20 ± 0.12 c | 93.01 ± 1.76 a | 29.16 ± 0.77 b |

注:同列不同小写字母表示经Duncan氏新复极差法检验在0.05水平差异显著,下同。

2.1.2 油水体积比对辛酰溴苯腈微胶囊性能的影响

从表6可知,油水体积比从1:5减小到1:20,微胶囊载药量为14.74%~16.57%,包封率为73.68%~82.84%,粒径从30.37 μm减至26.80 μm。方差分析可知,不同油水体积比的微胶囊粒径间具有显著性差异。

表 6 油水体积比对辛酰溴苯腈微胶囊性能的影响

| 油水体积比 | 载药量/% | 包封率/% | 粒径/μm |
|-------|--------------|--------------|---------------|
| 1:5 | 14.74±0.59 a | 73.68±2.95 a | 30.37±0.67 a |
| 1:10 | 14.99±1.15 a | 74.98±5.75 a | 29.88±0.54 a |
| 1:15 | 16.57±0.93 a | 82.84±4.64 a | 28.60±0.26 ab |
| 1:20 | 14.98±0.43 a | 74.90±2.12 a | 26.80±1.21 b |

2.1.3 PVA质量分数对辛酰溴苯腈微胶囊性能的影响

由表7可知,当PVA质量分数从0.5%增加到2%时,微胶囊载药量从12.47%增加至17.12%;微胶囊包封率从62.35%提高到80.62%;而粒径则由51.88 μm减至30.37 μm。由单因素方差分析可以得知,PVA质量分数对微胶囊包封率、载药量、粒径大小具有显著影响。

表 7 PVA质量分数对辛酰溴苯腈微胶囊性能的影响

| PVA质量分数/% | 载药量/% | 包封率/% | 粒径/μm |
|-----------|---------------|---------------|--------------|
| 0.5 | 12.47±0.37 a | 62.35±1.86 a | 51.88±1.85 a |
| 1.0 | 14.74±0.59 a | 73.68±2.95 a | 37.71±1.97 b |
| 1.5 | 14.18±0.72 ab | 70.91±3.58 ab | 30.80±0.67 c |
| 2.0 | 17.12±1.30 b | 80.62±6.51 b | 30.37±2.49 c |

2.1.4 剪切速率对微胶囊性能的影响

由表8可以得知,当剪切速度从6 000 r/min增大为12 000 r/min时,微胶囊的载药量为14.49%~15.46%;包封率由72.49%增至73.68%;粒径从49.07 μm减至30.37 μm。通过单因素方差分析可知,剪切速度对微胶囊载药量和包封率的影响不显著,对微胶囊的粒径影响显著。

表 8 剪切速率对辛酰溴苯腈微胶囊性能的影响

| 剪切速率/(r·min ⁻¹) | 载药量/% | 包封率/% | 粒径/μm |
|-----------------------------|--------------|--------------|--------------|
| 6 000 | 14.49±1.23 a | 72.49±6.15 a | 49.07±0.14 a |
| 8 000 | 15.02±0.38 a | 72.68±1.05 a | 45.16±0.70 b |
| 10 000 | 15.46±0.51 a | 73.12±2.82 a | 42.82±1.13 b |
| 12 000 | 14.74±0.59 a | 73.68±2.95 a | 30.37±0.67 c |

2.2 正交试验结果

正交试验法适用于多因素多水平的农药制剂配方筛选。本试验采用L₉(3⁴)正交试验设计,而后通

过极差法和综合平衡法对试验数据进行分析,正交试验结果见表9,综合载药量和粒径2项关键指标确定最佳制备工艺。

表 9 辛酰溴苯腈微胶囊制备正交试验结果

| 试验编号 | A | B | C/% | D/(r·min ⁻¹) | 载药量/% | 粒径/μm |
|------|------|------|-----|--------------------------|-------|-------|
| 1 | 1:15 | 1:15 | 0.5 | 8 000 | 7.15 | 31.89 |
| 2 | 1:15 | 1:10 | 1 | 10 000 | 6.57 | 36.80 |
| 3 | 1:15 | 1:5 | 2 | 12 000 | 7.57 | 34.30 |
| 4 | 1:10 | 1:15 | 1 | 12 000 | 9.89 | 27.10 |
| 5 | 1:10 | 1:10 | 2 | 8 000 | 8.32 | 54.88 |
| 6 | 1:10 | 1:5 | 0.5 | 10 000 | 8.71 | 47.60 |
| 7 | 1:5 | 1:15 | 2 | 10 000 | 15.21 | 32.35 |
| 8 | 1:5 | 1:10 | 1 | 12 000 | 14.30 | 32.58 |
| 9 | 1:5 | 1:5 | 0.5 | 8 000 | 13.96 | 42.66 |

通过比较表10极差R可知,各因素对辛酰溴苯腈微胶囊载药量的影响程度依次为芯壁材质量比>油水体积比>剪切速率>PVA质量分数;根据表11中极R可知,对微胶囊粒径影响大小为剪切速率>油水体积比>芯壁材质量比>PVA质量分数。结合载药量最大和粒径最小2项标准确定辛酰溴苯腈微胶囊最佳制备工艺条件为A₃B₃C₃D₃,即芯壁材质量比为1:5,油水体积比为1:5,PVA质量分数为2%,剪切速率为12 000 r/min。

表 10 基于辛酰溴苯腈微胶囊载药量的正交试验极差分析

| 效应值 | 因素 | | | |
|----------------|-------|-------|-------|-------|
| | A | B | C | D |
| K ₁ | 21.29 | 32.25 | 30.16 | 29.43 |
| K ₂ | 26.92 | 29.19 | 30.24 | 30.49 |
| K ₃ | 43.47 | 30.24 | 31.10 | 31.76 |
| \bar{K}_1 | 7.10 | 10.75 | 10.05 | 9.81 |
| \bar{K}_2 | 8.97 | 9.73 | 10.14 | 10.16 |
| \bar{K}_3 | 14.49 | 10.08 | 10.37 | 10.59 |
| 极差R | 7.39 | 1.02 | 0.31 | 0.78 |

注:K₁、K₂、K₃分别为1、2、3水平下总响应值, \bar{K}_1 ~ \bar{K}_3 为其对应的平均值。下表同。

表 11 基于辛酰溴苯腈微胶囊粒径的正交试验极差分析

| 效应值 | 因素 | | | |
|----------------|--------|--------|--------|--------|
| | A | B | C | D |
| K ₁ | 102.99 | 91.34 | 112.07 | 129.43 |
| K ₂ | 129.58 | 124.26 | 106.56 | 116.75 |
| K ₃ | 107.59 | 124.56 | 121.53 | 93.98 |
| \bar{K}_1 | 34.33 | 30.45 | 37.36 | 43.14 |
| \bar{K}_2 | 43.19 | 41.42 | 35.52 | 38.92 |
| \bar{K}_3 | 35.86 | 41.52 | 40.51 | 31.33 |
| 极差R | 8.86 | 11.07 | 4.99 | 11.82 |

2.3 微胶囊形貌观察

通过光学显微镜对最佳工艺条件下(芯壁材质量比1:5,油水体积比1:5,PVA质量分数2%,转速12 000 r/min)制备的辛酰溴苯腈微胶囊进行观察。由图1可以看出,淡黄色的辛酰溴苯腈原药被包裹在微胶囊之中,且微胶囊形态大小比较均匀,分散较好,有利于微胶囊在靶标植物表面均匀沉积。

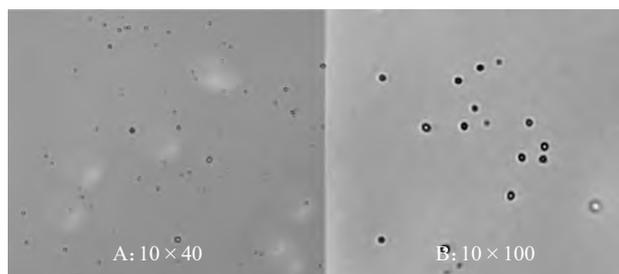


图1 辛酰溴苯腈微胶囊光学显微镜照片

2.4 微胶囊粒径及其分布

采用激光粒度分布仪测定最优工艺条件下制备的辛酰溴苯腈微胶囊粒径大小及其分布情况,测定胶囊粒径 D_{50} 值为 $24.82\ \mu\text{m}$,跨度为3.307,微胶囊粒主要分布在 $1\sim 100\ \mu\text{m}$ 之间(图2)。

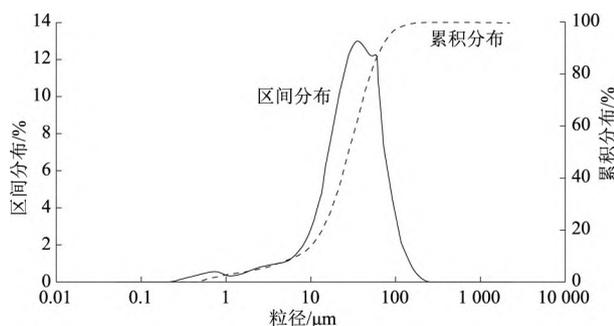


图2 辛酰溴苯腈微胶囊粒径分布图

2.5 微胶囊包封率和载药量

在最佳工艺条件下制备3次辛酰溴苯腈微胶囊,对其包封率和载药量进行了测定,其平均包封率为91.90%,载药量为18.38%。

2.6 微胶囊的释放性能

图3为辛酰溴苯腈微胶囊和原药在50%乙醇中的释放曲线,由此可以看出,辛酰溴苯腈原药在24 h后释放完全,而辛酰溴苯腈微胶囊释放则分为2个部分,前48 h内快速释放,之后缓慢释放,释放时长超过148 h,累积释放率达83%。微胶囊前期释放为快速释放,该释放方式能快速发挥防治效果,释放后期为缓慢释放,这种释放方式能保证辛酰溴苯腈药效的持效期。

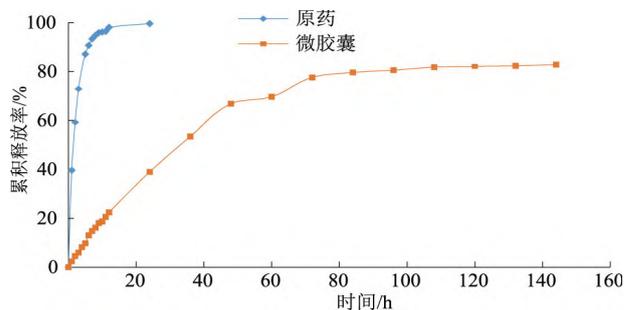


图3 辛酰溴苯腈微胶囊和原药释放曲线

2.7 微胶囊除草性能

本研究采用除草剂室内生物测定试验——茎叶喷雾法,测定辛酰溴苯腈微胶囊化后的除草活性。施药7 d后,97%辛酰溴苯腈原药及30%辛酰溴苯腈乳油用药量为 $450\ \text{g}/\text{hm}^2$ 时,对藜的株防效分别为92.50%、95.00%;辛酰溴苯腈微胶囊的施药量在225、360 g/hm^2 和 $450\ \text{g}/\text{hm}^2$ 情况下株防效分别为91.67%、95.83%和98.33%(表12)。方差分析结果表明,97%辛酰溴苯腈原药 $450\ \text{g}/\text{hm}^2$ 、30%辛酰溴苯腈乳油 $450\ \text{g}/\text{hm}^2$ 、辛酰溴苯腈微胶囊 $360\ \text{g}/\text{hm}^2$ 和 $450\ \text{g}/\text{hm}^2$ 之间的株防效无显著差异(图4),结合用药成本以及对环境影响考量,选用 $360\ \text{g}/\text{hm}^2$ 辛酰溴苯腈微胶囊,能达到和商用乳油制剂相当的除草效果,微胶囊制剂较常规剂型乳油药量减少了20%,此时辛酰溴苯腈微胶囊能起到减少施药量,提高利用率的作用。

表12 辛酰溴苯腈原药、乳油及微胶囊制剂药后7 d对藜的除草效果

| 编号 | 施药量/($\text{g}\cdot\text{hm}^{-2}$) | 株防效/% |
|----------------|---------------------------------------|-----------------------------|
| Y | 450 | $92.50 \pm 1.44\ \text{ab}$ |
| R | 450 | $95.00 \pm 2.50\ \text{ab}$ |
| W ₁ | 225 | $91.67 \pm 0.83\ \text{b}$ |
| W ₂ | 360 | $95.83 \pm 2.20\ \text{ab}$ |
| W ₃ | 450 | $98.33 \pm 1.67\ \text{a}$ |



图4 辛酰溴苯腈原药、乳油及微胶囊不同处理7 d后藜的生长情况

3 讨论与结论

农药微胶囊的制备工艺会影响农药产品载药量、包封率、粒径、形貌和缓释效果等,本研究以PHB为壁材,辛酰溴苯腈为芯材,通过溶剂蒸发法制备了辛酰溴苯腈微胶囊。通过单因素试验探讨了芯壁比、油水比、乳化剂质量分数以及剪切速率等因素对微胶囊性能的影响。通过方差分析可知,芯壁材质量比对载药量和粒径的影响显著,对包封率的影响不显著;油水比对微胶囊粒径的影响显著,油水体积比主要影响制备过程中乳液的稳定性,当油水比过小,乳液不稳定,蒸发时会导致微胶囊容易发生团聚^[14];PVA质量分数对微胶囊包封率、载药量、粒径大小的影响都显著,PVA既可作为稳定剂也可作为乳化剂提升水相黏度,稳定体系,提高微胶囊的包封率,当PVA的含量较低时,乳液体系稳定性会降低,因此导致微胶囊成囊率下降^[15];剪切速度对微胶囊载药量和包封率的影响不显著,对微胶囊的粒径影响显著,剪切速度对微胶囊性能影响主要体现在微胶囊的粒径上,这与他人研究结果相符^[16]。

在单因素试验基础上,通过正交试验优化确定了最佳制备工艺条件为芯壁材质量比为1:5,油水体积比为1:5,PVA质量分数为2%,剪切速率为12 000 r/min,此条件下制备的微胶囊载药量为18.38%,包封率为91.90%,中位粒径 D_{50} 值为24.82 μm 。

通过透析袋法测定表明,微胶囊具有良好的缓释性能。以藜为靶标进行生物活性试验结果表明,与商用乳油制剂相比,辛酰溴苯腈微胶囊能够有效减少辛酰溴苯腈使用量,提高其利用率,因而具有一定应用前景。

参考文献

[1] 陈柏. 24%辛·烟·氯氟吡OD在玉米及其土壤中的消解动态与残留[J]. 现代农药, 2015, 14(4): 35-36; 45.

- [2] 徐妍,王金芳,王佳,等. 20%硝·烟·辛酰溴可分散油悬浮剂高效液相色谱分析[J]. 现代农药, 2017, 16(3): 27-29; 32.
- [3] 程敬丽,张家栋,梁敏敏,等. 吡丙醚乙基纤维素微胶囊的制备及其性能研究[J]. 农药, 2021, 60(12): 882-886.
- [4] 刘村平,李玉晓,神兴明,等. 低挥发性茉莉酸甲酯微胶囊悬浮剂的研制[J]. 农药, 2022, 61(7): 488-492; 499.
- [5] 刘亚静,曹立冬,张嘉坤,等. 氟乐灵微胶囊的制备、表征及其光稳定性研究[J]. 农药学报, 2015, 17(3): 341-347.
- [6] 朱峰,许春丽,曹立冬,等. 农药微囊剂及其制备技术研究进展[J]. 现代农药, 2018, 17(2): 12-16; 33.
- [7] 李静,范腾飞,冯建国,等. 阿维菌素微胶囊悬浮剂的制备及释行为研究[J]. 现代农药, 2013, 12(1): 20-25.
- [8] 钟玲,张世玲,任华,等. 高含量阿维菌素微胶囊悬浮剂的制备[J]. 现代农药, 2019, 18(5): 15-17.
- [9] 李北兴,张大侠,张灿光,等. 微囊化技术研究进展及其在农药领域的应用[J]. 农药学报, 2014, 16(5): 483-496.
- [10] 冯建国,孙陈铖,钱坤,等. 溶剂蒸发法制备高效氯氟氰菊酯微胶囊及性能[J]. 精细化工, 2018, 35(8): 1271-1277.
- [11] 刘瑞江,张业旺,闻崇炜,等. 正交试验设计和分析方法研究[J]. 实验技术与管理, 2010, 27(9): 52-55.
- [12] ASRAR J, DING Y, MONICA R E L, et al. Controlled release of tebuconazole from a polymer matrix microparticle: release kinetics and length of efficacy[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2004, 52(15): 4814-4820.
- [13] 中华人民共和国农业部. NY/T 1155.4—2006 农药室内生物测定试验准则 除草剂 第4部分: 活性测定试验 茎叶喷雾法[S]. 北京: 中国农业出版社, 2006.
- [14] 陈歌,曹立冬,许春丽,等. 溶剂蒸发法制备丙硫菌唑微胶囊及其性能研究[J]. 中国农业科学, 2021, 54(4): 754-767.
- [15] 冯建国,徐妍,罗湘仁,等. 浅谈溶剂蒸发法制备微胶囊与农药微胶囊的开发[J]. 农药学报, 2011, 13(6): 568-575.
- [16] 张省委,陈志洋,王荣,等. 溶剂蒸发法制备甲维盐微胶囊及其性能表征[J]. 农药, 2019, 58(7): 487-490; 514.

(责任编辑:金兰)

(上接第52页)

界卫生组织的防控要求,也鉴于亚太各成员国的疫情发生状况和各国管控政策差异比较大的实际情况,FAO亚太植物保护委员会秘书处建议我国承办APPPC第33届会议。按往届惯例,我国需要制作一个简短的宣传片,重点介绍中国种植业发展、植保

植检工作进展和拟承办城市概况等。同时,按照国际惯例,中国政府需为第33届会议安排配套部分资金。考虑到不同城市办会成本差异比较大,有必要尽早确定会议地点,测算缺口资金,并将其列入我国中央财政预算。

(责任编辑:徐娟)