

30% 矮壮素·多效唑悬浮剂的研制

郭恒¹, 郑先福^{2*}, 万翠¹, 郑昊¹, 刘彦涛¹, 姚凤娜¹

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

摘要 [目的]探讨 30% 矮壮素·多效唑悬浮剂的研制配方。[方法]为避免或减少多效唑对植物产生药害, 增强调节作用和提高药效, 进行了研究。通过对润湿分散剂、增稠剂、防冻剂、消泡剂等的筛选以及冷、热贮试验, 研究矮壮素和多效唑复配悬浮剂的最佳配方。[结果]30% 矮壮素·多效唑悬浮剂更佳配方为: 20% 矮壮素、10% 多效唑、2% GY-WS03、4% DS-505、0.15% 黄原胶、1.0% 硅酸镁铝、3% 乙二醇、0.5% DF-1550 消泡剂、0.1% 卡松, 去离子水补足 100%。对所得悬浮剂进行质量指标测定, 结果符合悬浮剂国家标准。[结论]试验所得 30% 矮壮素·多效唑悬浮剂配方可行。

关键词 矮壮素; 多效唑; 悬浮剂中图分类号 S482.8⁺92 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2018)02-0124-03**Formula of 30% Chlormequat and Paclobutrazol SC**GUO Heng¹, ZHENG Xian-fu², WAN Cui¹ et al (1. Zhengzhou Zheng Shi Chemical Co., Ltd., Zhengzhou, Henan 450000; 2. Henan Agricultural University, Zhengzhou, Henan 450000)

Abstract [Objective] The aim was to explore the formula of 30% chlormequat and paclobutrazol SC. [Method] We studied the formula of chlormequat and paclobutrazol SC through the screening of wetting dispersants, thickening agents, antifreeze agents and anti-foaming agents as well as cold and heat storage tests. [Result] The best formula for 30% chlormequat and paclobutrazol SC was as followed: chlormequat TC 20%, paclobutrazol TC 10%, GY-WS03 2%, DS-505 4%, xanthan gum 0.2%, defoaming agent DF-1550 0.5%, magnesium silicate aluminum 1.0%, ethylene glycol 3%, preservatives 0.1%, and deionized water making up to 100%. All specifications of 30% chlormequat and paclobutrazol SC conformed to the requirements of SC. [Conclusion] The best formula for 30% chlormequat and paclobutrazol SC is feasible.

Key words Chlormequat; Paclobutrazol; Suspension

矮壮素是目前使用非常普遍的植物生长延缓剂, 能使植株变矮、茎秆变粗、叶色变绿, 增强作物耐旱、耐涝能力, 并能使作物抗倒伏、抗盐碱。矮壮素主要用于棉花、番茄、玉米和马铃薯等, 通过喷施, 矮化植株或促进块茎生长, 增加产量^[1-4]。矮壮素在土壤中很容易被酶作用降解, 对后茬作物无不良影响^[5]。

多效唑是 20 世纪 80 年代研制成功的三唑类植物生长调节剂, 具有延缓植物生长、抑制茎秆伸长、缩短节间、促进植物分蘖、促进花芽分化、增加植物抗逆性能、提高产量等效果。多效唑残留时间较长, 在土壤中的半衰期为 6~12 个月。过量使用多效唑或使用不当, 会对下茬作物产生药害, 所以目前常与其他植物生长调节剂复配或交替使用, 以减少和避免对敏感作物产生药害^[6]。将矮壮素与多效唑复配, 可以减少或避免多效唑对敏感植物的药害, 提高药效, 减少两者的用量, 降低使用成本, 提高安全性。

悬浮剂是指将原料与助剂经过研磨, 达到 5 μm 以下的微粒均匀分散于水中的制剂, 不用有机溶剂, 成本低, 对人畜安全, 对环境友好, 是今后农药制剂发展的一个趋势。将矮壮素和多效唑复配制成悬浮剂有一定的经济和社会意义。笔者探讨了 30% 矮壮素·多效唑悬浮剂的研制配方, 旨在为植物生长调节剂的研究提供参考。

1 材料与方**1.1 材料****1.1.1 药剂与试剂。**98% 矮壮素原药(四川国光农化股份

有限公司); 多效唑(山东潍坊润丰化工股份有限公司); 润湿分散剂 GY-W04、聚羧酸盐分散剂 GY-D07、润湿剂 GY-WS03 均为北京广源益农化学有限责任公司产品, 润湿分散剂 DS-505(广州方中化工有限公司), AEO-7[脂肪醇聚氧乙烯(7)醚]。增稠剂: 黄原胶(健隆生物科技股份有限公司)、硅酸镁铝(河南郑州丰跃化工产品有限公司)、有机膨润土(温县绿洋耐材磨料有限公司)。防冻剂: 尿素(河南心连心化肥有限公司)、乙二醇(郑州统麒化工有限公司)、甘油(河北惠翔化工有限公司)。消泡剂: DF-1550(广州佰谦化工有限公司)、有机硅消泡剂。防腐剂: 卡松、苯甲酸钠。

1.1.2 主要仪器。MXD-D 型立式砂磨机(上海沐轩实业有限公司); 101-1 型恒温干燥箱(绍兴市飞翼仪器设备有限公司); HT-1200SH 电子天平(上海亚津电子科技有限公司); LS-POP 激光粒度分析仪(珠海欧美克仪器有限公司); pHs-3C 精密 pH 计(上海雷兹仪器厂); NDJ-5S 数字黏度计(东莞市力川仪器有限公司); Waters2690 高效液相色谱仪。

1.2 配方的筛选

1.2.1 润湿分散剂的筛选。润湿分散剂能够降低液/固之间的界面张力, 可提高原料的分散效率, 缩短研磨时间。合适的润湿分散剂可以形成空间位阻效应, 使悬浮体系处于稳定状态。该试验通过对几种不同类型的性能较优的润湿分散剂进行筛选, 将 5 种单一润湿分散剂与原药进行混合剪切, 砂磨 90 min 后过滤, 将所得样品置于 (54 ± 2) °C 热贮 14 d, 分别测定其各项性能指标。

1.2.2 增稠剂的筛选。增稠剂是一种流变助剂, 能赋予悬浮剂一定的贮存稳定性。对增稠剂黄原胶、硅酸镁铝和有机膨润土以及黄原胶与硅酸镁铝复配进行筛选试验。

1.2.3 防冻剂的筛选。防冻剂能使悬浮剂在一定温度范围

作者简介 郭恒(1982—), 男, 河南辉县人, 工程师, 硕士, 从事农药剂型加工及乳化剂复配研究。* 通讯作者, 教授, 硕士, 从事植物生长调节剂合成与应用研究。

收稿日期 2017-09-30

内保持不冻结,试验对甘油、乙二醇、尿素进行筛选。对配方添加不同含量的防冻剂,测定析水率并观察冷贮现象。

1.2.4 消泡剂的筛选。按常规用量 0.50% 的添加量对消泡剂 DF-1550 和有机硅消泡剂进行筛选。

1.2.5 防腐剂的筛选。按 0.1% 的添加量对卡松、苯甲酸钠进行筛选,热贮 14 d 后观察结果。

1.2.6 最佳配方确定与质量指标测定。按上述筛选试验结果,将 20% 矮壮素、10% 多效唑、2% GY-WS03、4% DS-505、0.15% 黄原胶、1.0% 硅酸镁铝、3% 乙二醇、0.5% DF-1550 消泡剂、0.1% 卡松和适量去离子水混合剪切均匀,在立式砂磨机中砂磨 90 min,得到 30% 矮壮素·多效唑悬浮剂更佳配方,对其质量指标进行检测。

1.3 主要性能指标的测定

1.3.1 pH。按照 GB/T 1601 农药 pH 的测定方法进行测定。

1.3.2 热贮稳定性。按照 GB/T 19136—2003 的测定方法,

将试样密闭置于 $(54 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的恒温箱 14 d 后取出,测定性能指标。

1.3.3 冷贮稳定性。按照 GB/T 19137—2003 的测定方法,将试样密闭贮存在 $(0 \pm 2)^\circ\text{C}$ 冰箱中 7 d,测定理化指标。

1.3.4 持久起泡性。按照 GB/T 28137—2003 农药起泡性测定方法。

1.3.5 黏度。按照 NY/T 1860.21—2010 的测定方法进行测定。

1.3.6 悬浮率。按照 GB/T 14825—2006 的测定方法进行测定。

2 结果与分析

2.1 润湿分散剂的筛选结果 由表 1 可知,单一润湿分散剂中,GY-WS03 和 DS-505 热贮后悬浮率高,分解率低,且倾倒性合格。一般单一润湿分散剂很难起到理想效果,通常会将 2 种及 2 种以上复配使用,已达到更佳性能。继续将 GY-WS03 和 DS-505 按不同比例进行复配筛选。

表 1 润湿分散剂单一性能筛选

Table 1 The selection test results of wetting-dispersing agent

润湿分散剂种类 Kind of wetting-dispersing agent	悬浮率 Floating rate//%		絮凝现象 Flocculation phenomenon	析水率 Drainage rate//%	分解率 Decomposition rate//%	倾倒性 The dumping
	矮壮素 Chlormequat	多效唑 Paclobutrazol				
GY-W04	85.0	82.0	无	13	10.8	合格
GY-D07	70.0	63.8	有	19	9.7	不合格
GY-WS03	90.3	91.0	无	7	5.2	合格
DS-505	93.0	90.5	无	5	4.6	合格
AEO-7	88.4	81.0	无	11	8.1	合格

由表 2 可知,不同比例复配倾倒性和析水率都合格,并且随着 DS-505 含量递增,制剂悬浮率明显提高,析水率更低,但

当 DS-505 含量超过 1:2 时却有下降趋势。因此,二者最佳复配比例为 1:2,即 GY-WS03 用量为 2%,DS-505 用量为 4%。

表 2 润湿分散剂复配优化

Table 2 The optimal combination of wetting-dispersing agent

GY-WS03: DS-505	悬浮率 Floating rate//%		絮凝现象 Flocculation phenomenon	析水率 Drainage rate//%	分解率 Decomposition rate//%	倾倒性 The dumping
	矮壮素 Chlormequat	多效唑 Paclobutrazol				
3:1	90.6	92.0	无	8	7.3	合格
2:1	88.9	90.0	无	8	5.9	合格
1:2	96.7	96.2	无	3	2.8	合格
1:3	93.5	94.9	无	5	4.2	合格

2.2 增稠剂的筛选结果 由表 3 可知,当黄原胶和硅酸镁铝复配时,析水率最低,倾倒性合格。因此,增稠剂较佳配比是黄原胶 0.15%、硅酸镁铝 1.00%。

2.3 防冻剂的筛选结果 由表 4 可知,甘油和尿素不合适,乙二醇的防冻效果和析水率均较好。从成本上考虑,防冻剂以 3% 乙二醇为宜。

2.4 消泡剂的筛选结果 由表 5 可知,消泡剂 DF-1550 的用量为 0.50% 时,消泡效果更突出。

2.5 防腐剂的筛选结果 热贮 14 d 后观察,样品均未变质,但添加苯甲酸钠的样品黏度有所增加,会影响制剂稳定性。因此,选用 0.1% 卡松作防腐剂。

2.6 最佳配方与质量指标 30% 矮壮素·多效唑悬浮剂更佳配方为:20% 矮壮素、10% 多效唑、2% GY-WS03、4% DS-505、0.15% 黄原胶、1.0% 硅酸镁铝、3% 乙二醇、0.5% DF

-1550 消泡剂、0.1% 卡松,去离子水补足 100%。其质量指标检测结果见表 6、7。

表 3 增稠剂的筛选

Table 3 The selection test result of thickening agent

增稠剂种类 Kind of thickening agent	用量 Dosage %	析水率 Drainage rate//%	倾倒性 The dumping
黄原胶 Xanthan gum	0.10	7	合格
	0.15	2	合格
	0.20	0	不合格
硅酸镁铝 Magnesium silicate	0.50	8	合格
	1.00	6	合格
aluminum	1.50	3	合格
有机膨润土 Organic bentonite	0.80	11	不合格
	1.20	9	合格
	2.00	5	合格
黄原胶 + 硅酸镁铝 Xanthan gum + magnesium silicate	0.15 + 0.50	1	合格
aluminum	0.15 + 1.00	0	合格
	0.15 + 1.50	0	不合格

表4 防冻剂的筛选

Table 4 The selection test result of antifreeze

防冻剂种类 Kind of antifreeze	用量 Dosage %	析水率 Drainage rate//%	冷贮稳定性 Cold storage stability
甘油 Glycerin	3	2	稠度高
	5	5	倾倒性不合格
尿素 Urea	3	1	合格
	5	0	流动性差
乙二醇 Ethylene glycol	3	0	合格
	5	0	合格

表5 消泡剂的筛选

Table 5 The selection test result of defoaming agent

消泡剂种类 Kind of defoaming agent	用量 Dosage %	析水率 Drainage rate//%	絮凝现象 Flocculation phenomenon	倾倒性 The dumping
DF-1550	0.50	0	无	合格
有机硅消泡剂 Organic silicon defoaming agent	0.50	1	无	合格

表6 30%矮壮素·多效唑悬浮剂的质量性能指标

Table 6 The quality and the technical indexes of 30% chlormequat and paclobutrazol SC

序号 No.	项目 Projects	指标 Indexes	实测 Actual determination
1	矮壮素质量分数//%	20.0 ± 1.2	20.67
2	多效唑质量分数//%	10.0 ± 1.0	10.53
3	pH	5.0 ~ 9.0	7.88
4	悬浮率//%	≥90.0	96.8
5	倾倒性//%	倾倒后残余物 ≤5.0	2.0
		洗涤后残余物 ≤0.5	0.2
6	筛析(通过45 μm孔径标准筛)//%	≥96.0	99
7	持久起泡性(1 min后)//mL	≤25.0	8.0
8	低温稳定性	合格	合格
9	热贮稳定性	合格	合格

表7 30%矮壮素·多效唑悬浮剂冷、热贮稳定性

Table 7 The results of cold and heat storage tests of 30% chlormequat and paclobutrazol SC

项目 Projects	粒径 Particle size//μm	悬浮率 Floating rate//%	含量 Content//%		pH	黏度 Viscosity mPa·s	倾倒性 The dumping
			矮壮素 Chlormequat	多效唑 Paclobutrazol			
贮前 Before storage	2.89	96.8	20.67	10.53	7.88	458	合格
冷贮后 After cold storage	3.01	95.9	20.32	10.25	7.67	455	合格
热贮后 After heat storage	3.55	95.2	20.06	10.14	7.59	469	合格

3 结论

通过试验得出,30%矮壮素·多效唑悬浮剂更佳配方为:20%矮壮素、10%多效唑、2%GY-WS03、4%DS-505、0.15%黄原胶、1.0%硅酸镁铝、3%乙二醇、0.5%DF-1550消泡剂、0.1%卡松,去离子水补足100%。该悬浮剂主要以水为载体,无添加有机溶剂,成本低,对环境友好,并且在生产过程中无粉尘飘移,对操作人员安全,具有一定的社会效益,值得推广。

参考文献

[1] 翟宇瑶,郭宝林,程明.植物生长延缓剂在药用植物栽培中的应用[J].

中国中药杂志,2013,38(17):2739-2744.

- [2] 徐玉京.分析植物生长延缓剂在药用植物栽培中的应用[J].农业与技术,2014(9):93.
- [3] 刘海娇,李凯明,杨小玉,等.植物生长调节剂在中药材栽培上的应用[J].中国农学通报,2017,33(10):100-105.
- [4] 张宗俭,李斌.世界农药大全:植物生长调节剂卷[M].北京:化学工业出版社,2011.
- [5] 朱蕙香,张宗俭,陈虎保,等.常用植物生长调节剂应用指南[M].北京:化学工业出版社,2010.
- [6] 段留生,田晓莉.作物化学控制原理与技术[M].北京:中国农业大学出版社,2011:180.

科技论文写作规范——作者

论文署名一般不超过5个。中国人姓名的英文名采用汉语拼音拼写,姓氏字母与名字的首字母分别大写;外国人姓名、名字缩写可不加缩写点。