

文章编号:1673-9981(2018)02-0119-04

30% 氟吡呋喃酮·甲维盐悬浮剂的研制*

陈维洪, 黄雪萍, 蒋殿君, 范小英, 邓晓珊

广东省工业技术成果转化推广中心, 广东 广州 510650

摘要:通过对制备的氟吡呋喃酮·甲维盐悬浮剂的性能进行测试, 确定合适的分散剂、增稠剂和冷冻剂; 通过室内药效试验, 确定氟吡呋喃酮与甲氨基阿维菌素苯甲酸盐合适的质量比为5:1。以水为介质, 各组分的质量分数为甲氨基阿维菌素苯甲酸盐5%、甲醇8%、氟吡呋喃酮25%、L100乳化剂3%、B910悬浮助剂6.5%、YUS-FS7PG分散剂0.3%、黄原胶0.1%、乙二醇4%, 可制得30%氟吡呋喃酮·甲维盐悬浮剂。该制剂的共毒系数可达241.38, 增效作用明显, 其冷、热贮稳定性合格, 倾倒性、分散性等各项指标均符合要求。

关键词: 氟吡呋喃酮; 甲维盐; 配方

中图分类号: TQ457.2

文献标识码: A

氟吡呋喃酮作用于靶标害虫的中枢神经系统, 为昆虫烟碱乙酰胆碱受体(nAChR)激动剂。它的作用类似于天然神经传递素乙酰胆碱, 其键合到受体蛋白, 激活受体而产生生物反应, 诱导去极化离子流, 使神经细胞处于激动状态。氟吡呋喃酮对蜜蜂(包括成蜂和幼蜂)低毒, 只要按标注推荐的剂量用药, 其对觅食蜜蜂、幼蜂和蜂群发育、蜂巢、蜜蜂健康和越冬蜂群等无不良影响^[1]。

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐(以下简称甲维盐)是一种高效、广谱、无公害生物源杀虫剂, 农业生产中广泛应用于防治鳞翅目、缨翅目等害虫。甲维盐是一种被广泛应用于防治水稻稻纵卷叶螟, 果蔬小菜蛾、甜菜夜蛾和斜纹夜蛾, 棉花棉铃虫等农业害虫的优秀杀虫剂^[2]。

1 试验部分

1.1 仪器及试剂

仪器: 0.01 g 电子天平(美国双杰兄弟有限公司); 电子恒温培养箱(上海沪南科学仪器联营厂); 冰箱(美的制冷家电集团); 胶体磨(温州市龙湾丰业

机械设备厂); 砂磨机(上海标本模型厂)。

试剂: 75%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐药粉; 95%氟吡呋喃酮原药; 工业甲醇; 乙二醇; YUS-FS7PG; 植物油; D800; 黄原胶; 硅酸镁铝; 丙三醇; 尿素。自配的乳化剂L100、悬浮助剂B910。

1.2 产品的配制

先用甲醇把甲氨基阿维菌素苯甲酸盐药粉溶解后, 加入氟吡呋喃酮药粉, 再加入乳化剂L100, 用玻璃棒搅拌溶解。然后依次加入B910悬浮助剂、分散剂、增稠剂和防冻剂, 再加适量水, 用胶体磨研磨10 min, 最后用砂磨机磨20 min, 制得氟吡呋喃酮·甲维盐悬浮剂。

1.3 产品性能指标的检测

1.3.1 热贮稳定性

按照GB/T19136-2003农药热贮稳定性测定方法, 取一定量的制剂样品封存于试管中, 置于(54±2)℃恒温箱中贮存, 14 d后取出, 自然冷却至室温, 测其热贮稳定性。

1.3.2 冷贮稳定性

按照GB/T19137-2003农药低温稳定性测定方法, 取一定量的制剂样品封存于试管中, 置于(0±

收稿日期: 2018-04-20

* 基金项目: 广东省省级科技项目(2017A070701024)

作者简介: 陈维洪(1962-), 男, 广东广宁人, 高级工程师, 硕士。

2)℃冰箱中贮存 1 h,取出观察其外观变化,然后放回(0±2)℃冰箱中继续贮存 14 d,取出,观察其变化.

2 试验结果与分析

2.1 助剂的选择

2.1.1 分散剂的选择

在悬浮剂的实际生产中,药粉经过砂磨粉碎后,其颗粒表面积增大,使体系存在很大的界面能,受范德华引力的作用,使原本分散的颗粒出现聚结、絮凝、奥氏熟化等现象,从而破坏制剂的稳定性.

通过流点法对多种分散剂的流点进行测试,初步筛选出 YUS-FS7PG、植物油和 D800 三种类型的分散剂. 分别用这三种分散剂制备氟吡呋喃酮·甲维盐悬浮剂,并测其性能,试验结果列于表 1.

表 1 分散剂的试验结果
Table 1 Experimental results of dispersant

分散剂种类	分散性	热贮析晶	热贮悬浮率
YUS-FS7PG	优	无	合格
植物油	良	有	合格
D800	差	无	不合格

由表 1 可知,用 YUS-FS7PG 作分散剂制备的悬浮剂,其分散性最好,无热贮析晶,热贮悬浮率合格. 故选择 YUS-FS7PG 作分散剂.

2.1.2 增稠剂的选择

分别用黄原胶、硅酸镁铝作增稠剂制备氟吡呋喃酮·甲维盐悬浮剂,并测其性能,试验结果列于表 2.

表 2 增稠剂的试验结果
Table 2 Experimental results of thickening agent

增稠剂种类	质量分数 w/%	热贮析 水率/%	倾倒性
黄原胶	0.1	1	合格
	0.3	1	不合格
硅酸镁铝	0.5	5	不合格
	1.0	3	合格

由表 2 可知,加入黄原胶和硅酸镁铝的质量分

数分别为 0.1%,1%时,所制备的悬浮剂的倾倒性合格,但用硅酸镁铝制备的悬浮剂的热贮析水率偏高. 故选择黄原胶作增稠剂,其添加质量分数为 0.1%.

2.1.3 防冻剂的选择

根据冷贮试验结果,选择防冻效果较佳的乙二醇、丙三醇和尿素作为防冻剂,分别用乙二醇、丙三醇和尿素制备氟吡呋喃酮·甲维盐悬浮剂,并测其性能,试验结果列于表 3.

表 3 防冻剂的试验结果
Table 3 Test results of antifreeze

防冻剂种类	添加质量 分数/%	析晶现象	冷贮悬浮率
乙二醇	4	无	合格
丙三醇	4	有	不合格
尿素	4	有	不合格

由表 3 可知,在三种防冻剂质量分数均为 4%时,只有用乙二醇制备的悬浮剂无析晶现象,且冷贮悬浮率合格. 故选择乙二醇作防冻剂.

2.2 室内药效试验

为考察所制备的氟吡呋喃酮·甲维盐悬浮剂对害虫的致死情况,通过室内毒力试验测定氟吡呋喃酮与甲氨基阿维菌素苯甲酸盐复配后的共毒系数(CTC). CTC<80 为拮抗作用,80≤CTC≤120 为相加作用,CTC>120 为增效作用^[3]. 试验时将制备的悬浮剂母液稀释成 5 个系列浓度,分别置于烧杯中备用. 采用先浸叶后接虫的方法,将未接触任何药剂的大小一致的叶片放在各药液中浸泡 5 s 后取出、自然晾干,放入养虫盒中,然后接上供试幼虫,在 25℃条件下饲养,每次所用的试虫数为 50 头,重复 3 次(计其平均值),同时设空白对照,于 72 h 检查死虫数,计算死亡率和校正死亡率,求得毒力回归方程,并计算 LC50 值. 若死亡率大于 10%,则视为无效试验. 计算公式如式(1)~(2).

$$\text{死亡率} = \frac{\text{药前活虫数} - \text{药后活虫数}}{\text{药前活虫数}} \times 100\% \quad (1)$$

$$\text{校正死亡率} = \frac{\text{处理组死亡率} - \text{对照组死亡率}}{100 - \text{对照组死亡率}} \times 100\% \quad (2)$$

将害虫校正死亡率换算成机率值(y),处理浓

度(ug/ml)转换成对数值(x),以最小二乘法得出毒力回归方程,并由此计算出每种药剂的毒力指数.按照孙云沛公式法计算出共毒系数 CTC^[4].以氟吡呋喃酮为标准药剂,其毒力指数为 100,计算公式如式(3)~(4).

$$\text{甲维盐的毒力指数(TI)} = \frac{\text{氟吡呋喃酮的 LC}_{50}}{\text{甲维盐的 LC}_{50}} \times 100\%.$$

(3)

$$M \text{ 的毒力指数(ATI)} = \frac{\text{氟吡呋喃酮的 LC}_{50}}{M \text{ 的 LC}_{50}} \times 100\%.$$

(4)

$$M \text{ 的理论毒力指数(TTI)} = \text{氟吡呋喃酮的 TI} \times P_{\text{氟吡呋喃酮}} + \text{甲维盐的 TI} \times P_{\text{甲维盐}}.$$

(5)

$$\text{共毒系数(CTC)} = \frac{M \text{ 的 ATI}}{M \text{ 的 TTI}} \times 100\%.$$

(6)

式(5)中: M 为不同配比的混合物; $P_{\text{甲维盐}}$ 为甲维盐在组合物中所占的比例; $P_{\text{氟吡呋喃酮}}$ 为氟吡呋喃酮在组合物中所占的比例.

试验中选甘蓝小菜蛾为供试害虫,对氟吡呋喃酮与甲氨基阿维菌素苯甲酸盐原药的配比进行试验,以确定制剂的有效致死浓度范围.氟吡呋喃酮和甲维盐的 LC_{50} 分别为 0.63,0.28 ug/mL,毒力测定结果列于表 4.

表 4 氟吡呋喃酮与甲维盐的比对甘蓝小菜蛾毒力的影响

Table 4 Effects of the ratio of flupirfurone and methylene salt on virulence of diamondback moth, brassica oleracea

$m_{\text{氟吡呋喃酮}} : m_{\text{甲维盐}}$	$\text{LC}_{50} / (\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	共毒系数(CTC)
10 : 1	0.249	227.19
8 : 1	0.235	235.39
5 : 1	0.216	241.38
2 : 1	0.187	237.81
1 : 1	0.171	226.72
1 : 4	0.146	215.75
1 : 10	0.142	207.67

由表 4 可知,氟吡呋喃酮与甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的质量比为 1 : 4 与 10 : 1 之间范围时,增效作用突出,共毒系数均大于 215.当质量比为 5 : 1 时,共毒系数最大,增效作用最明显.通过室内毒力测定,确定氟吡呋喃酮与甲氨基阿维菌素苯甲酸盐合适的质量比为 5 : 1.

2.3 最优配方技术指标

根据以上试验,确定了制备 30%氟吡呋喃酮·甲维盐悬浮剂的最佳配方.以水为介质,各成分的质量分数为甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 5%、甲醇 8%、氟吡呋喃酮 25%、L100 乳化剂 3%、B910 悬浮助剂 6.5%、YUS-FS7PG 分散剂 0.3%、黄原胶 0.1%、乙二醇 4%.制得的 30%氟吡呋喃酮·甲维盐悬浮剂的各项性能指标列于表 5.

表 5 30%氟吡呋喃酮·甲维盐悬浮剂的性能指标

Table 5 30% performance index of flupirfurone and methylene salt suspension concentrate

项 目	指 标
外 观	白色可流动液体
分散性	优
热贮稳定性	合 格
倾倒性	合 格
冷贮稳定性	合 格
热贮分解率	≤3%
pH 值	5.0~7.0

3 结 论

以水为介质,各成分的质量分数为甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 5%、甲醇 8%、氟吡呋喃酮 25%、L100 乳化剂 3%、B910 悬浮助剂 6.5%、YUS-FS7PG 分散剂 0.3%、黄原胶 0.1%、乙二醇 4%,可制得 30%氟吡呋喃酮·甲维盐悬浮剂.该制剂的共毒系数可达 241.38,增效作用明显,其冷、热贮稳定性合格,倾倒性、分散性等各项指标均符合要求.

参考文献:

[1] 张志伟,王礼文,朱刚,等.含有氟吡呋喃酮和氟啉虫脒的杀虫组合物:中国,201510375115.3 [P]. 2015-10-07.

[2] 伍翔,张登科.3%甲维盐悬浮剂(SC)的开发暨羧酸盐分散剂 GY_D09 的应用[J]. 农药,2015,54(1):31-33.

[3] 张伟.一种含氟吡呋喃酮与生物源类的农药组合物:中国,201210350083.8[P]. 2014-03-26.

[4] 董立峰,李树柏,邵彦坡,等.40%吡唑醚菌酯·甲基硫菌灵悬浮剂增效配方的研制[J]. 农药,2017, 56(5): 328-330.

Preparation of 30% flupifurofuranone-methylene salt suspension

CHEN Weihong, HUANG Xueping, JIANG Dianjun, FAN Xiaoying, DENG Xiaoshan

Guangdong Industrial Technology Achievements Transformation and Promotion Center, Guangzhou 510650, China

Abstract: The suitable dispersant, thickener and refrigerant were determined by testing the performance of the prepared flupyfuranone ketone methyl methazine suspension. The mass suitable ratio of flupyrefuranone and methamimamin benzoate was determined to be 5 : 1 by the laboratory efficacy test. With water as the medium, the mass fraction of each component is methylamino abymectin benzoate 5%, methanol 8%, fluopyridone 25%, L100 emulsifier 3%, B910 suspension auxiliaries 6.5%, YUS-FS7PG dispersant 0.3%, xanthan gum 0.1%, ethylene glycol 4%, and can be prepared with 30% fluoropyridone methyl methylene suspension floating agent. The CO toxicity coefficient of this preparation is up to 241.38, and its synergistic effect is obvious. Its cold and heat storage stability is qualified, and all indexes such as dumping and dispersion are in line with the requirements.

Key words: flupifurofuranone; methylene salt; formulation