

文章编号:1673-9981(2020)01-0047-04

6%多杀霉素·苏云金杆菌悬浮剂的研制*

彭静,黄雪萍,蒋殿君,陈维洪,梁丽丽,邓晓珊

广东省科学院产业技术育成中心,广东 广州 510650



摘要:为研制稳定的6%多杀霉素·苏云金杆菌悬浮剂,采用流点法对悬浮剂的润湿分散剂进行了初筛,利用黏度法和粒径法确定了润湿分散剂的最佳用量。6%多杀霉素·苏云金杆菌悬浮剂的最佳配方:多杀霉素含量为1%,苏云金杆菌含量为5%,YC-90含量为4%,乙二醇含量为5%,黄原胶含量为0.1%,硅酸镁铝含量为1%,有机硅消泡剂含量为0.3%,防腐剂含量为0.2%,剩余用水补足达到100%。经检测,该悬浮剂的各项性能指标均符合悬浮剂的标准要求。

关键词:多杀霉素;苏云金杆菌;悬浮剂;配方

中图分类号:TQ457.2

文献标识码:A

多杀霉素是在多刺甘蔗多孢菌发酵液中提取的一种大环内酯类无公害高效生物杀虫剂。它的作用机理被认为是烟酸乙酰胆碱受体的作用体,可以持续激活靶标昆虫乙酰胆碱烟碱型受体,但是其结合位点不同于烟碱和吡虫啉,可使害虫迅速麻痹、瘫痪,最后导致死亡。其杀虫速度可与化学农药相媲美,为低毒、高效、低残留的生物杀虫剂,且与目前常用杀虫剂无交互抗性,最适合无公害蔬菜、水果生产应用^[1-2]。

苏云金杆菌是包括许多变种的一类产品体的芽孢杆菌,是世界上应用最为广泛、用量最大的微生物低毒杀虫剂。该菌可产生两大类毒素,即内毒素(伴胞晶体)和外毒素,害虫取食后,在肠道碱性消化液作用下菌体释放毒素,害虫中毒并停止取食,最后害虫因饥饿和血液及神经中毒死亡。苏云金杆菌杀虫剂可用于防治直翅目、鞘翅目、双翅目、膜翅目,特别是鳞翅目的多种害虫^[3]。

生物源农药对人畜安全无毒、不污染环境、无残留,可应用于作物生长的任何时期,包括蔬菜成熟时发生的虫害,不影响蔬菜的上市。生物源农药具有很

强的专一性,只对靶标害虫作用,对害虫天敌及其他有益生物不产生影响,有利于保持生态平衡,将逐渐成为绿色农业发展的主力军。多杀霉素与苏云金杆菌均属于生物源农药,均有单一成分的悬浮剂产品登记,二者的复配剂型极少。本研究旨在研制一种多杀霉素与苏云金杆菌复配的悬浮剂,可扩大杀虫谱,降低农药使用成本,延缓抗药性产生,同时还可弥补苏云金杆菌速效性差、田间持效期短等缺点。

1 实验部分

1.1 试剂

原药:90%多杀霉素原药(美国陶氏益农公司),50000 IU/mg 苏云金杆菌原药(武汉科诺生物科技股份有限公司)。

润湿分散剂:NNO(上虞浙创化工有限公司),500LQ(阿克苏诺贝尔公司),Agrilan 788(阿克苏诺贝尔公司),SP-SC29(江苏擎宇化工科技有限公司),木质素磺酸钙(邢台蓝天精细化工股份有限公司),YC-90(广东省科学院产业技术育成中心)。

收稿日期:2019-11-12

* 基金项目:广东省省级科技项目(2017A070701024)

作者简介:彭静(1989-),女,湖南长沙人,硕士,工程师,主要从事表面活性剂的研究。

其它试剂:增稠剂,黄原胶和硅酸镁铝;防冻剂,乙二醇、尿素和丙二醇;有机硅消泡剂及防腐剂;水为去离子水。

1.2 实验方法

将润湿分散剂、增稠剂、防冻剂、防腐剂及消泡剂按一定比例投入水中,然后加入多杀霉素原药、苏云金杆菌原药,用胶体磨预分散,然后用立式砂磨机研磨至粒径 $1\sim 5\ \mu\text{m}$,过滤后即得悬浮剂产品。

1.3 仪器

仪器:JJ200 电子天平(常熟市双杰测试仪器厂),T1000 电子天平(常熟市双杰测试仪器厂);JM-L65 胶体磨(温州市龙湾丰业机械设备厂),CY-500 立式砂磨机(上海持盈化工仪器科技有限公司);NDJ-8S 数字粘度计(上海精晖仪器设备有限公司),HH-4 数显恒温水浴锅(常州澳华仪器有限公司),海尔冰箱,BT-9300S 激光粒度分布仪(丹东百特仪器有限公司)。

1.4 性能指标的测定

按照 NY/T 1860.3-2016 方法,测定悬浮剂的外观。按照 GB/T 31737-2015 方法,测定悬浮剂的倾倒性。按 GB/T 14825-2006 方法,测定悬浮剂的悬浮率。按照 NY/T 1860.32-2016 方法,用激光粒度分布仪测定悬浮剂颗粒的粒径。按照 NY/T 1860.21-2016 方法,用旋转粘度计测定悬浮剂的黏度。值按照 NY/T 1860.1-2016 方法,测定悬浮剂的 pH 值。按照 GB/T 16150-1995 方法,进行湿筛试验。按照 GB/T 28137-2011 方法,测定悬浮剂的持久起泡性。按照 GB/T 19136-2003 方法,测定悬浮剂的热贮稳定性。按照 GB/T 19137-2003 方法,测定悬浮剂的低温稳定性。

2 结果与分析

2.1 润湿分散剂的筛选

2.1.1 润湿分散剂初筛

用流点法对不同类型的润湿分散剂的流点进行测试^[4-5]。首先将润湿分散剂分别配制成 5% 的水溶液,分别称取 5 g 粉碎到一定细度的原药(多杀霉素:苏云金杆菌=1:5)于 50 mL 烧杯中(与玻璃棒一起称重),然后用滴管将 5% 的润湿分散剂水溶

液缓慢滴加到烧杯中,用玻璃棒不断搅拌,直至浆状物可以从玻璃棒上自由滴下为止。记录滴加水溶液的质量,滴加水溶液质量除以原药质量即为该润湿分散剂对原药的流点,重复 3 次取平均值。不同润湿分散剂的流点列于表 1。

表 1 不同润湿分散剂的流点

Table 1 Flow points of different wetting dispersants

润湿分散剂	流点/(g·g ⁻¹)
NNO	0.6328
500LQ	0.5189
Agriplan 788	0.4635
SP-SC29	0.4686
木质素磺酸钙	0.7865
YC-90	0.4537

当原药细度相同时,润湿分散剂对原药的活性越高,流点越低^[6]。由表 1 结果可知,分散剂 Agriplan 788,SP-SC29 和 YC-90 对原药的流点均较低,可作为进一步优化实验的润湿分散剂。

2.1.2 润湿分散剂优化

将原药(多杀霉素:苏云金杆菌=1:5)与润湿分散剂、防冻剂、水一起进行研磨制成悬浮剂,具体试验方法如下:按比例称量原药,加入 5% 的润湿分散剂、5% 的乙二醇、1% 的硅酸镁铝、0.1% 的黄原胶、0.2% 的防腐剂及 0.3% 的消泡剂,去离子水补足,用砂磨机研磨 1 h,过滤后即得样品。取适量悬浮剂装入具塞比色管中,置于 $54\pm 2\ ^\circ\text{C}$ 恒温水浴锅中热贮 14 d,通过测定分散性、热贮稳定性等指标确定润湿分散剂的种类。表 2 为润湿分散剂的筛选结果。

根据斯托克斯定律,粒径较小、粒谱较窄的悬浮剂体系较稳定,且表观上析水率较低时表明制剂稳定性较好。由表 2 可知,YC-90 润湿分散剂的稳定性较好。最终确定 YC-90 为 6% 多杀霉素·苏云金杆菌悬浮剂的最佳润湿分散剂。在此基础上,进一步优化润湿分散剂的用量。

2.1.3 用量筛选

固定配方中其他组分,调整润湿分散剂的用量,通过测定制剂的黏度及粒径来确定润湿分散剂的用量。筛选结果如图 1 所示。

表 2 润湿分散剂的筛选
Table 2 The choice of wetting dispersants

序号	润湿分散剂	分散性	$D_{50}/\mu\text{m}$	倾倒性	热贮现象
1	Agrilan 788	优	2.04	合格	析水 18%,流动正常
2	SP-SC29	良	4.28	不合格	析水 31%,膏化
3	YC-90	良	2.79	合格	析水 6.5%,流动正常

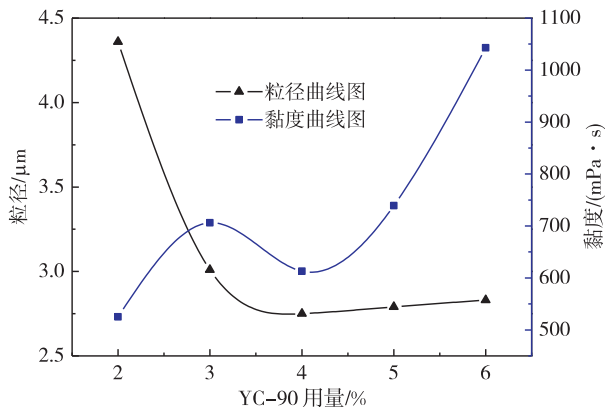


图 1 润湿分散剂的用量筛选

Fig. 1 The choice of wetting dispersant dosage

从图 1 可见:随着润湿分散剂 YC-90 用量增加,悬浮剂的粒径逐渐减小,当 YC-90 用量达到 4% 以后,粒径基本保持不变;随着 YC-90 用量增加,悬浮剂的黏度先增加后减小,然后增加.结合粒径和黏度的变化情况,确定 YC-90 润湿分散剂的最佳用量为 4%.

2.2 增稠剂的筛选

增稠剂主要用于调整制剂的黏度,提高制剂的稳定性.本次试验选取常用的黄原胶和硅酸镁铝进行筛选,固定润湿剂用量为 4%,其它组分不变,结果列于表 3.

表 3 增稠剂的筛选
Table 3 The choice of thickening agent

序号	增稠剂	用量/%	分散性	热贮现象
1	黄原胶	0.1	良	析水 18%,流动正常
2	硅酸镁铝	1.0	优	析水 31%,膏化
3	黄原胶+硅酸镁铝	0.1+1.0	良	析水 6.0%,流动正常

由表 3 可知,黄原胶+硅酸镁铝(0.1%+1%)组合使用效果最佳,制剂最稳定,且分散性良好.

2.3 防冻剂的筛选

为防止制剂低温结冻,需加入适量的防冻剂.选取常用防冻剂乙二醇、尿素和丙二醇进行筛选,结果

列于表 4.

由表 4 可知,乙二醇、丙二醇均适用作本制剂的防冻剂.从经济方面考虑,选用乙二醇作防冻剂,用量为 5%.

表 4 防冻剂的筛选
Table 4 The choice of antifreezes

序号	防冻剂	用量/%	热贮现象	冷贮现象
1	乙二醇	5	析水 6.0%,流动正常	合格
2	尿素	5	析水 5.9%,膏化	底部有沉淀
3	丙二醇	5	析水 6.9%,流动正常	合格

2.4 产品最佳配方及技术指标

实验得到 6%多杀霉素·苏云金杆菌悬浮剂的

最佳配方组成为:多杀霉素用量为 1%,苏云金杆菌用量为 5%,YC-90 用量为 4%,乙二醇用量为 5%,

黄原胶用量为 0.1%，硅酸镁铝用量为 1%，有机硅消泡剂用量为 0.3%，防腐剂用量为 0.2%，水补足 100%。6%多杀霉素·苏云金杆菌悬浮剂的质量性

能指标列于表 5。由表 5 可知，该配方各项性能指标均符合悬浮剂的标准要求。

表 5 6%多杀霉素·苏云金杆菌悬浮剂的质量性能指标

Table 5 The specifications of 6% spinosad·bacillus thuringiensis suspension

项目	指标	项目	指标
外观	棕黄色易流动液体	悬浮率(多杀霉素)	98.1%
分散性	良	悬浮率(苏云金杆菌)	98.0%
pH 值	4.5~5.5	筛析(通过 75 μm 试验筛)/%	$\geq 99\%$
黏度/($\text{mPa}\cdot\text{s}$)	613	热贮稳定性($54\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$, 14 d)	合格
粒径(1~5 μm)	$\geq 90\%$	冷贮稳定性($0\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$, 7 d)	合格
倾倒性	合格	持久起泡性/mL	10

3 结论

采用流点法对润湿分散剂进行了初筛,选用润湿分散剂 YC-90 研制 6%多杀霉素·苏云金杆菌悬浮剂,通过黏度法和粒径法确定润湿分散剂的最佳用量,并对增稠剂、防冻剂进行了筛选,获得了较稳定的 6%多杀霉素·苏云金杆菌悬浮剂配方:多杀霉素为 1%,苏云金杆菌为 5%,YC-90 为 4%,乙二醇为 5%,黄原胶为 0.1%,硅酸镁铝为 1%,有机硅消泡剂为 0.3%,防腐剂为 0.2%,水补足 100%。该配方各项性能指标均符合悬浮剂的标准要求。

参考文献:

- [1] 李慧明,杨利,王智,等. 2.5%多杀菌素悬浮剂配方的研制[J]. 山东农业科学, 2014,46(3): 88-92.
- [2] 王爱东,江新林. 多杀霉素 5%悬浮剂防治花椰菜小菜蛾药效试验[J]. 农药科学与管理, 2015,36(4): 51-53.
- [3] 张爱华. 一种含多杀菌素和苏云金杆菌的杀虫剂组合物及其应用[J]. 现代农业科技, 2017(22): 103-104.
- [4] 马超,张力卜,李佳浩,等. 38%吡啶醚菌酯·啶酰菌胺悬浮剂的研制[J]. 农药, 2019,58(5): 332-335.
- [5] 孙才权,张登科. 苯醚甲环唑+20%苯醚菌酯悬浮剂配方研制[J]. 生物化工, 2018,4(3): 93-96.
- [6] 李钊,周平,乔利东,等. 20%异(噁)唑草酮悬浮剂的研制[J]. 农药, 2018,57(7): 488-491, 496.

Development of 6% spinosad·bacillus thuringiensis suspension

PENG Jing, HUANG Xueping, JIANG Dianjun, CHEN Weihong, LIANG Lili, DENG Xiaoshan, FAN Xiaoying
Industrial Technology Incubation Center, Guangdong Academy of Sciences, Guangzhou 510650, China

Abstract: In order to develop a stable 6% spinosad·bacillus thuringiensis suspension, the components of wetting and dispersing agent of the suspension agent were screened by the flowing point method, and the optimum amount of wetting and dispersing agent was determined by the particle size and viscosity method. The optimum formula was as follow: 1% spinosad, 5% Bacillus thuringiensis, 4% YC-90, 5% ethylene glycol, 0.1% xanthan gum, 1% magnesium aluminum silicate, 0.3% silicone defoamer, 0.2% antiseptic, and deionized water was added up to 100%. The physical and chemical properties of preparation meet the standard requirements of the suspending agent.

Key words: spinosad; bacillus thuringiensis; suspension concentrate; preparation