

◆ 开发与分析 ◆

5%苯醚·咯菌腈悬浮种衣剂的制备及其 在半夏种子处理中的应用

文永超¹, 张海艳², 宋邦燕², 廖国会², 陈湘燕², 秦立新², 陈明贵², 何永福², 朱 峰^{2*}

(1. 贵阳市南明区农业农村事业发展服务中心, 贵阳 550002; 2. 贵州省农业科学院植物保护研究所, 贵州省农药风险监测中心, 贵阳 550006)

摘要:为探明成膜剂对悬浮种衣剂成膜效果的影响,采用湿法研磨法,对成膜剂进行筛选,研究5%苯醚·咯菌腈悬浮种衣剂配方的稳定性和对半夏种子安全性。确定5%苯醚·咯菌腈悬浮种衣剂的配方为:咯菌腈3%、苯醚甲环唑2%、脂肪醇聚氧乙烯醚1%、十二烷基苯磺酸钠1%、环氧大豆油1%、乙二醇1%、黄原胶0.5%、壳聚糖0.5%、碱性玫瑰精0.5%,水补足100%。所制悬浮种衣剂各项指标均符合产品质量标准的要求,成膜效果良好,对半夏种子发芽率无影响。

关键词:成膜剂;悬浮种衣剂;苯醚甲环唑;咯菌腈;半夏;发芽率

中图分类号:TQ 450.6 文献标志码:A doi:10.3969/j.issn.1671-5284.2024.02.009

Preparation of difenoconazole·fludioxonil 5% FS and its application on the seed treatment of *Pinellia ternata*

WEN Yongchao¹, ZHANG Haiyan², SONG Bangyan², LIAO Guohui², CHEN Xiangyan², QIN Lixin², CHEN minggui², HE Yongfu², ZHU Feng^{2*}

(1. Guiyang Nanming District Agricultural and Rural Development Service Center, Guiyang 550002, China; 2. Institute of Plant Protection, Guizhou Academy of Agricultural Sciences, Pesticide Risk Monitoring Center of Guizhou, Guiyang 550006, China)

Abstract: To investigate the effect of film former on film-forming property of difenoconazole·fludioxonil 5% FS, the film forming agents were screened by wet grinding method, and the stability and safety of the formulation of difenoconazole·fludioxonil 5% FS on *Pinellia ternata* were studied. The determined formula was as follows: fludioxonil 3%, difenoconazole 2%, JFC 1%, sodium dodecyl benzoate 1%, epoxidized soybean oil 1%, ethylene glycol 1%, xanthan gum 0.5%, chitosan 0.5%, basic rose essence 0.5%. All the indexes of the FS met the requirements of the quality standard. The FS had good film-forming property, and without adverse effects on *Pinellia ternata* seeds germination.

Key words: film former; FS; difenoconazole; fludioxonil; *Pinellia ternata*; germination rate

悬浮种衣剂在防治地下害虫及苗期病害等方面具有良好的效果,通常由农药原药、润湿剂、成膜剂等加工而成^[1]。悬浮种衣剂在土壤中遇到水膨胀透气而不被溶解,有效成分缓慢释放,对地下害虫及土传病害等具有良好的防治效果。悬浮种衣剂将

农药或植物生长调节剂等有效成分包裹在种子表面,在种子表面形成一层保护层,能够降低种子被病虫害危害的几率。同时,悬浮种衣剂直接作用于种子表面,可有效降低农药对天敌的负面作用^[2]。

土传病害是制约中药材产业发展的重要因素,

收稿日期:2023-06-06;修回日期:2023-12-15

作者简介:文永超(1989—),男,贵州石阡人,农艺师,主要从事农业技术推广、农作物病虫害防治等工作。E-mail:376123221@qq.com

通信作者:朱峰(1986—),男,贵州织金人,博士,副研究员,主要从事农药使用安全风险评估及有害生物靶向防治技术研究。

E-mail:gzzbszf@163.com

种子包衣可以有效防治中药材土传病害,有效降低中药材病虫害发生,还能促进中药材的生长,提高中药材的品质与产量^[3-6]。半夏块茎腐烂病由多种病原菌复合侵染造成,对贵州省半夏产量造成严重影响^[7-8]。笔者前期研究发现,采用咯菌腈及苯醚甲环唑处理半夏种子可有效降低半夏块茎腐烂病的发生。悬浮种衣剂是目前我国使用广泛、用量大的种衣剂剂型,决定其作用效果最为关键的成分是成膜剂,成膜效果是评价衡量种衣剂质量的重要因素之一^[9-10]。成膜剂主要是具有黏结性和成膜性的高分子聚合物,常用的成膜剂有壳聚糖、淀粉、聚乙烯醇、羧甲基纤维素、阿拉伯胶、明胶、黄原胶等。本研究采用湿法研磨的方法,通过对成膜剂的筛选,制备了5%苯醚·咯菌腈悬浮种衣剂,并通过种子发芽试验,评价其在半夏种子上的包衣特性和对种子发芽的影响,为半夏种衣剂的研发提供理论依据。

1 材料与仪器

1.1 材料

1.1.1 仪器设备

高速剪切组织分散机、数显悬臂式搅拌器,艾卡(广州)仪器设备有限公司;立式恒温振荡器,美国精骐有限公司;超声波清洗机,宁波新芝生物科技股份有限公司;移液枪,芬兰百得实验室仪器公司;电子天平,梅特勒-托利多公司;具塞玻璃量筒,武汉杰恒达工贸有限公司;紫外可见分光光度计,龙尼柯上海仪器有限公司;液相色谱仪,安捷伦科技(中国)有限公司。

1.1.2 原药与助剂

98%咯菌腈原药,湖北康宝泰精细化工有限公司;95%苯醚甲环唑原药,兴农药业(中国)有限公司。乳化剂:脂肪醇聚氧乙烯醚(JFC),山东优索化工科技有限公司。分散剂:十二烷基苯磺酸钠,国药集团化学试剂有限公司。成膜剂:黄原胶、壳聚糖,浙江一诺生物科技有限公司;高分子助剂,禾大化学品有限公司。稳定剂:环氧大豆油,山东优索化工科技有限公司。着色剂:碱性玫瑰精,郑州金峰达化工产品有限公司。防冻剂:乙二醇、乙醇,天津市富宇精细化工有限公司。半夏种子,赫章县山地高效农业科技有限公司。

1.2 试验方法

1.2.1 5%苯醚·咯菌腈悬浮种衣剂的制备

对各种助剂进行筛选后,采用湿法砂磨进行制剂制备。将一定量的原药、乳化剂、分散剂、成膜剂、

稳定剂、水混合均匀,加入到高速剪切组织分散机中剪切,再将浆料移入砂磨机中进行砂磨,随后加入着色剂、成膜剂,搅拌均匀后制得5%苯醚·咯菌腈悬浮种衣剂。

1.2.2 5%苯醚·咯菌腈悬浮种衣剂的配方筛选

悬浮种衣剂的产品质量、作用效果与成膜剂密切相关,良好的成膜剂不会对种子萌发造成影响。本试验选择了黄原胶、壳聚糖、高分子成膜剂等为研究对象,设置3个不同质量分数(0.2%、0.3%、0.5%),按照排列组合的方式进行复配,并对其成膜时间、包衣均匀性、包衣脱落率等指标进行研究。5%苯醚·咯菌腈悬浮种衣剂其他成分见表1。

表 1 5%苯醚·咯菌腈悬浮种衣剂其他成分

成分	所占比例/%
咯菌腈	3.0
苯醚甲环唑	2.0
脂肪醇聚氧乙烯醚(JFC)	1.0
十二烷基苯磺酸钠	1.0
环氧大豆油	1.0
乙二醇	1.0
碱性玫瑰精	0.5

1.2.3 相关性能指标的测定

测定方法参照GB/T 17768—1999。

1.2.3.1 成膜性能的测定

成膜时间:在室温条件下,称取50 g(精确至1 g)半夏种子于干净的培养皿中,并在1 min内向其中加入1 mL试样,加盖摇振。5 min后,将完成包衣的种子均匀铺在白色的滤纸上,静置15 min,观察成膜效果。如果半夏种子表面的种衣剂已经固化,则判定成膜性能合格,记录成膜时间,试验结果取3次成膜时间的平均值。

种子包衣耐水性能的测定:取包衣处理后的种子25 g于培养皿中,加水至种子被完全浸泡,分别于3 h、5 h、7 h、12 h、24 h观察水的颜色变化。通过颜色的深浅来判断种子包衣的耐水性,颜色浅说明耐水性能良好。

种子流动性的测定:称取50 g包衣种子至250 mL具塞玻璃量筒中,盖上塞子,将量筒上下颠倒,观察种子能否上下流动自如。如果没有种子粘黏的现象,判定为具有良好的流动性。

包衣均匀性的测定:随机取4粒包衣种子到10 mL离心管中,准确加入2.0~5.0 mL(吸光度在线性范围内)乙醇,加盖,浸泡1 h,摇振15 min,静置、离心得到澄清的红色液体,设置25个重复。以乙醇

作参比,在550 nm波长下,测定其吸光度 A (550 nm是以罗丹明B为染色剂时的检测波长),计算平均吸光度值 A_a ,试样包衣均匀度 $x(\%)$ 按式(1)计算。

$$x/\% = \frac{n}{25} \times 100 \quad (1)$$

式中: n 为吸光度在0.7~1.3 A_a 的离心管数。

1.2.3.2 包衣脱落率的测定

分别称取10 g(精确至0.001 g)包衣种子2份,置于三角瓶中。一份加入100 mL乙醇,盖上塞子,浸泡1 h,超声振荡10 min,使种子外表的种衣剂充分溶解,然后取出静置10 min,取10.0 mL上清液加入到50 mL容量瓶中,用乙醇定容至刻度,摇匀,得溶液A。另一份置于振荡器,振荡10 min后,将种子取出转移到另一个三角瓶中,按溶液A的处理方法进行,得溶液B。以乙醇为参照,在550 nm波长下测定其吸光度。包衣脱落率 $x(\%)$ 按式(2)计算。

$$x/\% = \frac{A_0/m_0 - A_1/m_1}{A_0/m_0} \times 100 \quad (2)$$

式中: m_0 ,配制溶液A时所称取包衣种子的质量,g; m_1 ,配制溶液B时所称取包衣种子的质量,g; A_0 、 A_1 分别为溶液A和B的吸光度。

1.2.3.3 低温稳定性试验

取80 mL试样置于具塞三角瓶中,在 $(0 \pm 1)^\circ\text{C}$ 下保持1 h,每隔15 min搅拌1次,搅拌15 s,观察其外观变化。将三角瓶在 $(0 \pm 1)^\circ\text{C}$ 条件下放置7 d后取出,恢复至室温后对黏度指标进行测试。

1.2.3.4 热贮稳定性试验

将30 mL试样注入洁净的安瓿瓶中,加样过程中应避免试样接触瓶颈,后用高温火焰封口,设置3个平行。将封好的安瓿瓶置于金属容器内,于 $(54 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的恒温水浴中贮存14 d后取出,对安瓿瓶分别称重。质量未发生变化的试样,24 h内对苯醚甲环唑、咯菌腈含量及悬浮率进行检测。苯醚甲环唑和咯菌腈相对分解率 $<5\%$,悬浮率 $\geq 80\%$,则热贮稳定性合格。

1.2.4 种子发芽试验

以未包衣的种子作为对照,种子萌发试验采用恒温光照培养箱进行培养。选取包衣种子(药种质量比1:50)及未包衣种子各10粒,等距排列在放有滤纸的培养皿内,加入适量的水,注明编号,设2次重复。放入 25°C 培养箱中进行培养,试验开始后逐日观察,记录发芽情况,并通风加水,分别在处理后4 d和7 d记录发芽种子数,计算发芽率。连续7 d测量株高,并分析5%苯醚·咯菌腈悬浮种衣剂对株高的

影响。如果包衣后的种子和未包衣的种子发芽情况相同,表明成膜剂对于种子发芽没有负面影响。

2 结果与分析

2.1 成膜剂的物化指标

测试结果表明:以0.5%黄原胶、0.5%壳聚糖为成膜剂的悬浮种衣剂外观良好,为白色乳液,pH为7.00,黏度为81 mPa·s,包衣均匀度为91%,脱落率为5.7%。低温和热贮稳定性试验结果显示,其外观无明显变化,表明所筛选成膜剂稳定性良好。

2.2 成膜性

2.2.1 成膜时间

试验结果表明,5%苯醚·咯菌腈悬浮种衣剂配方中成膜剂为0.5%黄原胶和0.5%壳聚糖时,成膜效果最好(图1)。3次平行试验测得,当成膜时间为5.6~7.0 min时,半夏种子表面种衣剂固化成膜,表明其具有良好的成膜性。



图1 种衣剂成膜性能

2.2.2 包衣耐水性

包衣处理过的种子必须要具备良好的耐水性,以防止包衣种子的有效成分在其生长发育过程中流失。试验结果显示,成膜剂为0.5%黄原胶、0.5%壳聚糖的5%苯醚·咯菌腈悬浮种衣剂包衣处理的种子耐水性最为理想(图2)。用水浸泡24 h后,水色无明显变化,表明其耐水性良好,符合相关标准要求。



图2 种衣剂耐水性

2.2.3 种子流动性

包衣处理过的种子必须要具备良好的流动性,若包衣种子的流动性差,则会因黏种等原因导致多粒播种的情况发生,从而影响播种的效率和经济效益。通过试验观察,所制5%苯醚·咯菌腈悬浮种衣剂包衣后种子流动性良好,如图3所示。

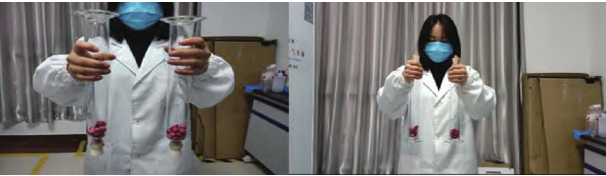


图 3 包衣种子流动性测试

2.2.4 包衣均匀度

包衣均匀度是评价种子包衣质量的关键指标之一。包衣均匀度高,可以更好地保护种子,降低发生病害和虫害的风险,并且能够提升种子的品相,从而提高其商品价值。以0.5%黄原胶、0.5%壳聚糖为成膜剂,所制悬浮种衣剂的包衣均匀度为91%,符合相关标准要求。

2.2.5 包衣脱落率

包衣脱落率是评价种子包衣质量的另一个关键指标,脱落率高不仅会降低药效,同时会增加安全风险。试验测得以0.5%黄原胶、0.5%壳聚糖为成膜剂,所制5%苯醚·咯菌腈悬浮种衣剂的包衣脱落率为5.7%,符合相关标准要求。

2.2.6 低温稳定性

通过黏度和筛析等指标测试来评价种衣剂的低温稳定性,测试结果符合指标要求即为合格。试验结果显示,5%苯醚·咯菌腈悬浮种衣剂的筛析结果为99.98%,黏度为81 mPa·s,符合指标要求,即低温稳定性合格。

2.2.7 热贮稳定性

试验结果显示,5%苯醚·咯菌腈悬浮种衣剂的悬浮率为82.15%,热贮稳定性合格。

2.3 5%苯醚·咯菌腈悬浮种衣剂对半夏种子发芽和株高的影响

2.3.1 发芽率

用5%苯醚·咯菌腈悬浮种衣剂处理半夏,以黄原胶0.5%、壳聚糖0.5%为成膜剂时,种子的发芽率为90%;以黄原胶0.3%、壳聚糖0.5%为成膜剂时,种子的发芽率为90%(见表2)。处理后4 d和7 d,5%苯醚·咯菌腈悬浮种衣剂处理半夏的发芽情况与空白对照相同,说明5%苯醚·咯菌腈悬浮种衣剂对作物

的发芽无影响,见图4。

表 2 5%苯醚·咯菌腈悬浮种衣剂对半夏种子萌发的影响

处理	4 d发芽率/%	7 d发芽率/%
黄原胶 0.5%+壳聚糖 0.5%	90	90
黄原胶 0.3%+壳聚糖 0.5%	90	90
对照 (CK)	90	90



图 4 5%苯醚·咯菌腈悬浮种衣剂包衣对半夏发芽的影响

2.3.2 株高

从图5看出,5%苯醚·咯菌腈悬浮种衣剂处理与对照组比较,5%苯醚·咯菌腈悬浮种衣剂能显著提高半夏的株高。

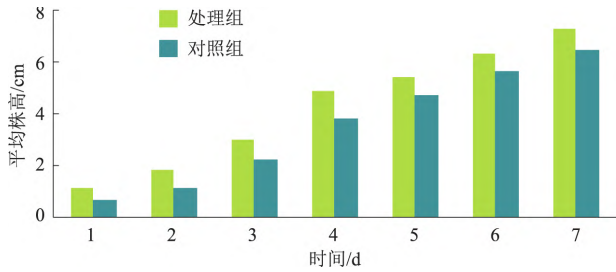


图 5 5%苯醚·咯菌腈悬浮种衣剂对半夏株高影响

3 讨论和结论

半夏块茎腐烂病是制约半夏产业发展的重要因素,种子包衣可以有效阻断病原菌对种子的侵染。当前半夏尚无可用的种衣剂,本研究通过筛选最适成膜剂制备5%苯醚·咯菌腈悬浮种衣剂,所制备的悬浮种衣剂成膜性能好,成膜时间为5.6~7.0 min,包衣脱落率为5.7%,包衣均匀度为91%,且具有良好的流动性,各项指标均达到悬浮种衣剂相关标准要求。在药种质量比为1:50时,5%苯醚·咯菌腈悬浮种衣剂能显著提高半夏种子的发芽率及株高。试验表明,5%苯醚·咯菌腈悬浮种衣剂对半夏有良好的成膜效果,而且对包衣种子的发芽和株高都有

(下转第 90 页)

- [8] ZHANG M, ZHENG X L, SONG S Q, et al. Spatiotemporal manipulation of auxin biosynthesis in cotton ovule epidermal cells enhances fiber yield and quality [J]. *Nature Biotechnology*, 2011, 29(5): 453-458.
- [9] SHI Y H, ZHU S W, MAO X Z, et al. Transcriptome profiling, molecular biological, and physiological studies reveal a major role for ethylene in cotton fiber cell elongation[J]. *The Plant Cell*, 2006, 18: 651-664.
- [10] 杨菲, 刘霞, 李海涛, 等. 不同花生棉花间作配比下的土壤养分、作物产量和收益研究[J]. *山东农业科学*, 2021, 53(8): 33-36.
- [11] 王琼珊, 张教海, 夏松波, 等. 棉花间作种植模式研究进展[J]. *湖北农业科学*, 2021, 60(增刊2): 1-4.
- [12] 钱必长, 赵晨, 赵继浩, 等. 不同花生棉花间作模式对花生生育后期生理特性及产量的影响[J]. *应用生态学报*, 2022, 33(9): 2422-2430.
- [13] 曲明静, 李红梅, 匡月明, 等. 青岛市花生田杂草种类及其发生规律[J]. *花生学报*, 2022, 51(4): 96-102.
- [14] 张金霞. 化学除草技术在林业育苗中的运用[J]. *广东蚕业*, 2022, 56(8): 84-86.
- [15] 张锦伟, 梁茜, 孙建好, 等. 河西走廊玉米与豆科作物间作田化学除草及对作物安全性的研究[J]. *植物保护*, 2023, 49(3): 338-347.
- [16] 王恒智, 王立鹏, 孙瑞红, 等. 防治长柔毛野豌豆生草果园杂草茎叶处理剂筛选[J]. *果树学报*, 2022, 39(4): 674-684.
- [17] 郭文磊, 王兆振, 谭金妮, 等. 氟氯草酮与二甲戊灵或乙草胺复配联合除草作用及其对棉花的安全性[J]. *农药学报*, 2016, 18(5): 605-611.
- [18] 毕亚玲, 邢雨诚, 李云峰, 等. 砒吡草唑除草活性及对玉米的安全性评价[J]. *玉米科学*, 2022, 30(6): 149-155.
- [19] HOUSTON M M, NORSWORTHY J K, BARBER T, et al. Field evaluation of preemergence and postemergence herbicides for control of protoporphyrinogen oxidase-resistant *Palmer amaranth* (*Amaranthus palmeri* S. Watson)[J]. *Weed Technology*, 2019, 33(4): 610-615.
- [20] 全威, 郑成忠, 东保柱, 等. 油菜对4种杂草种子的化感抑制效应及田间应用[J]. *河南农业科学*, 2022, 51(7): 102-111.
- [21] 沈常超, 唐文伟, 曾东强, 等. 河南省不同区域麦田主要杂草群落防治药剂筛选[J]. *河南农业科学*, 2017, 46(10): 86-91.
- [22] 吴希宝, 徐洪乐, 胡尊纪, 等. 新型土壤封闭除草剂砒吡草唑在花生和向日葵田的应用及安全性[J]. *河南农业科学*, 2023, 52(4): 99-106.
- [23] 杨微, 张艳梅. 84%氯酯磺草胺水分散性粒剂对大豆后茬作物安全性的田间试验研究[J]. *现代农业科技*, 2014(3): 126-127.
- [24] 孔祥男, 张一, 丁伟. 3种除草剂对水稻旱直播阔叶杂草防效及安全性研究[J]. *植物保护*, 2021, 47(5): 302-309.
- [25] 张路生, 巴秀成, 于海霞, 等. 84%双氯磺草胺水分散粒剂防除大豆田阔叶杂草防效[J]. *农业科技通讯*, 2020(6): 159-161.
- [26] 李国瑜, 丛新军, 颜丽美, 等. 84%双氯磺草胺水分散粒剂对夏大豆田杂草的防效及安全性评价[J]. *杂草学报*, 2021, 39(4): 73-77.
- [27] 刘胜男, 朱建义, 赵浩宇, 等. 84%双氯磺草胺水分散粒剂对大豆田阔叶杂草的防效及对后茬作物的安全性[J]. *杂草学报*, 2017, 35(3): 50-54.
- [28] 戴炜, 杨继芝, 王小春, 等. 不同除草剂对间作玉米大豆的药害及除草效果[J]. *大豆科学*, 2017, 36(2): 287-294.

(编辑:顾林玲)

(上接第61页)

一定的促进作用。所制备的悬浮种衣剂各项指标均符合悬浮种衣剂质量标准的要求,成膜效果良好,对种子安全,无不良影响,可为半夏种衣剂的研发提供一定的理论依据。

参考文献

- [1] 刘景坤, 刘润峰, 宋建华, 等. 50%噻虫嗪悬浮种衣剂的研制及其对棉花蚜虫的防治效果[J]. *农药学报*, 2015, 17(1): 60-67.
- [2] ZHANG P, ZHANG X, ZHAO Y, et al. Effects of imidacloprid and clothianidin seed treatments on wheat aphids and their natural enemies on winter wheat[J]. *Pest Management Science*, 2016, 72(6): 1141-1149.
- [3] 杨丽娜, 王雪, 白庆荣, 等. 噻虫·咯·霜灵25%悬浮种衣剂防治人参苗期疫病田间药效试验[J]. *农药科学与管理*, 2015, 36(5): 59-61.
- [4] 尚兴朴, 邓庭伟, 曾燕, 等. 我国中药材种衣剂的研究进展[J]. *中国现代中药*, 2019, 21(11): 1587-1591.
- [5] 杜立财, 杨利民, 马友德, 等. 不同种子处理方案在人参上应用对比实验[J]. *人参研究*, 2015, 27(1): 55-57.
- [6] 杨慧洁, 张浩, 杨世海. 甘草种衣剂对甘草形态指标的影响[J]. *人参研究*, 2014, 26(3): 33-35.
- [7] 石建龙. 贵州半夏块茎腐烂病原菌的分离与鉴定[J]. *微生物学通报*, 2015, 42(2): 289-299.
- [8] 刘忠建, 冯明义, 王炜, 等. 半夏块茎腐烂病发生原因及防控技术[J]. *植物医生*, 2015, 28(5): 25-26.
- [9] 罗湘仁, 李敏, 马超, 等. 28%苯甲·啉菌酯悬浮种衣剂的研制[J]. *农药*, 2012, 51(4): 264-266.
- [10] 姚晨涛, 乔治华, 宋雪慧, 等. 不同成膜剂对玉米噻虫嗪悬浮种衣剂的持效性及安全性影响[J]. *作物学报*, 2020, 46(2): 269-279.

(编辑:顾林玲)