

◆ 开发与分析 ◆

30%噻嗪酮·氟啶虫胺胍悬浮剂的 配方研制及药效评价

李登辉, 郭方颖, 姚康辉, 梁中普, 聂运魏

(河南瀚斯作物保护有限公司, 河南商丘 476000)

摘要:采用湿法研磨工艺研制了30%噻嗪酮·氟啶虫胺胍悬浮剂,并确定了其最佳配方,评价了该悬浮剂对柑橘矢尖蚧的田间防治效果。结果表明:30%噻嗪酮·氟啶虫胺胍悬浮剂的最佳配方为噻嗪酮25%、氟啶虫胺胍5%、W-600 1%、500LQ 2%、FD 3%、乙二醇5%、防腐剂卡松0.2%、有机硅消泡剂1511 0.5%、黄原胶0.2%、硅酸镁铝1%、柠檬酸0.2%、增效剂Prime 6%,去离子水补足100%。研制的悬浮剂悬浮率高、储存稳定性良好,符合悬浮剂标准要求。田间试验显示,在柑橘矢尖蚧暴发初期使用30%噻嗪酮·氟啶虫胺胍悬浮剂1 000~1 500倍液喷雾,药后10 d的防效为90.0%~97.1%,对柑橘矢尖蚧具有较好的防治效果。

关键词:噻嗪酮;氟啶虫胺胍;悬浮剂;配方;田间防效;柑橘矢尖蚧

中图分类号:TQ 450.6 文献标志码:A doi:10.3969/j.issn.1671-5284.2025.04.009

Formula development and efficacy evaluation of buprofezin · sulfoxaflor 30% SC

LI Denghui, GUO Fangying, YAO Kanghui, LIANG Zhongpu, NIE Yunwei

(Henan Hansi Crop Protection Co., Ltd., Henan Shangqiu 476000, China)

Abstract: Buprofezin · sulfoxaflor 30% SC was developed by wet grinding process, its optimal formula was determined, and its control effects on *Unaspis yanonensis* were evaluated through field trials. The optimal formula of buprofezin · sulfoxaflor 30% SC was as follows: buprofezin 25%, sulfoxaflor 5%, W-600 1%, 500LQ 2%, FD 3%, ethylene glycol 5%, preservative carson 0.2%, silicone defoamer 1511 0.5%, xanthan gum 0.2%, magnesium aluminum silicate 1%, citric acid 0.2%, synergist Prime 6%, making up to 100% with deionized water. The results showed that the developed sample had high suspension rate, good storage stability, and all technical indicators met the standard requirements of the SC. The field trials showed that buprofezin · sulfoxaflor 30% SC could control *Unaspis yanonensis* effectively, with the control effects of 90.0%-97.1% at the dilution of 1 000-1 500 fold.

Key words: buprofezin; sulfoxaflor; SC; formula; field efficacy; *Unaspis yanonensis*

噻嗪酮(buprofezin)属噻二嗪类昆虫生长调节剂,通过抑制壳多糖合成和干扰新陈代谢,使害虫不能正常蜕皮和变态而逐渐死亡。其具有活性高、选择性好、持效期长的特点,对鞘翅目、部分同翅目以及蝉蟊目害虫有效。噻嗪酮主要登记用于防治各种作物上的稻飞虱、叶蝉、蚧壳虫等^[1]。氟啶虫胺胍(sulfoxaflor)属砒亚胺类杀虫剂,通过作用于昆虫的烟碱类乙酰胆碱受体(nAChR)发挥杀虫功能。

其可经由叶、茎、根吸收进入植物体内。氟啶虫胺胍适用于防治盲蝽、蚜虫、粉虱、飞虱和蚧壳虫等刺吸式口器害虫^[2]。

近年来,随着农业可持续发展理念的深化,农药水基化制剂受到高度重视,其研制技术也已成为当前行业的研究热点^[3]。作为重要的水基化制剂之一,悬浮剂是农药原药与载体、分散剂等混合,采用湿法超微粉碎制成的黏稠可流动的悬浮液。由于其

收稿日期:2024-11-26

作者简介:李登辉,男,河南商丘人,本科,主要从事农药制剂研究与管理工作。E-mail: lidenghui006@163.com

以水替代有机溶剂,具有毒性低、不易燃易爆、贮运安全等优点,得到广泛应用^[4]。本研究在广泛市场调研的基础上,开发了30%噻嗪酮·氟啶虫胺胍悬浮剂,并评估其防治柑橘矢尖蚧的效果,旨在为柑橘等作物蚧壳虫防治、杀虫剂新产品的产业化及应用提供理论依据。

1 材料与方 法

1.1 供试原药与助剂

原药 噻嗪酮(质量分数98%) 江苏七洲绿色化工股份有限公司;氟啶虫胺胍(质量分数98%) 科迪华农业科技有限公司。润湿分散剂 烷基醇聚氧乙烯醚(W-600) 南京古田化工有限公司;乙氧基多聚芳基酚磷酸酯铵盐(SC)、木质素磺酸钠(MNS/90)、多聚芳基醚硫酸酯(FD) 阿泽雷斯国际贸易(上海)有限公司;EO/PO嵌段聚醚(500LQ) 南京捷润科技有限公司;高分子双亲型阴非离子(SC-29)、聚羧酸盐(SP-27001) 江苏擎宇化工科技有限公司。结构调节剂 硅酸镁铝 苏州国建慧投矿物新材料有限公司;黄原胶 淄博中轩生化有限公司。防腐剂 卡松 南京古田化工有限公司;苯甲酸钠 天津市德恩化学试剂有限公司。防冻剂 乙二醇 山东奥翔化工有限公司;尿素、氯化钠 天津市德恩化学试剂有限公司。消泡剂 有机硅消泡剂630、有机硅消泡剂1511 迈图高新材料集团。增效剂 甲基化聚醚改性聚合物Prime 迈图高新材料集团;磺化琥珀酸二辛酯钠盐(75%有水,快T) 南通德益化工有限公司。pH调节剂 冰醋酸、柠檬酸 天津市德恩化学试剂有限公司。

1.2 主要设备

SM-3X型立式砂磨机、氧化锆珠(0.6~1.2 mm), 江阴市卓英干燥工程技术有限公司;FM60型高速剪切机,上海弗鲁克科技发展有限公司;DHP-9052型恒温箱,上海一恒科学仪器有限公司;79-1型磁力搅拌器,江苏正基仪器有限公司;HH-4型电热恒温水浴锅,常州智博瑞仪器制造有限公司;1260型高效液相色谱仪,安捷伦科技(中国)有限公司;LS-POP-9型激光粒度分析仪,珠海欧美克仪器有限公司;PHSJ-3F型pH计,仪电科学仪器股份有限公司;YP-10002型电子称量天平,上海衡际科学仪器

有限公司;BCD165型冰箱,海尔集团。

1.3 试验方法

1.3.1 悬浮剂制备方法

采用湿法研磨工艺^[5]。准确称取所需助剂及分散介质,用磁力搅拌器搅拌均匀,再称取所需原药,用剪切机剪切均匀。将剪切均匀的浆料转入立式砂磨机中,加入1.5倍浆料质量的氧化锆珠砂磨,砂磨时间约2~3 h,砂磨机转速1 400 r/min。砂磨完成后,取样进行粒径检测,合格后过滤、灌装。工艺流程图如图1。

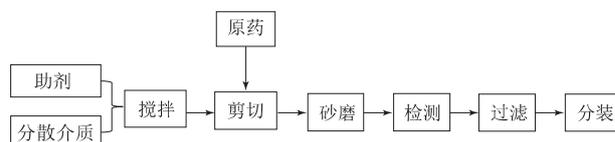


图1 悬浮剂加工工艺

1.3.2 润湿分散剂筛选方法

采用单因素试验法筛选润湿分散剂的种类和用量^[6]。将悬浮剂的其他组分按比例配制,再加入不同种类和用量的润湿分散剂进行砂磨,统一砂磨时间。检测试样的外观、悬浮率、粒径等指标,依据相关技术标准进一步确定润湿分散剂的用量。

1.4 田间药效试验

参照GB/T 17980.12—2000《农药田间药效试验准则》,于2024年5月25日在广西省桂林市叠彩区开展防治柑橘矢尖蚧的田间试验。柑橘矢尖蚧处于发生初期,分别使用30%噻嗪酮·氟啶虫胺胍悬浮剂1 000倍液和1 500倍液进行均匀喷雾处理,以20%噻嗪酮·哒螨灵乳油(浙江大鹏药业股份有限公司)1 000倍液和30%螺虫乙酯·氟啶虫酰胺悬浮剂(河南瀚斯作物保护有限公司)1 000倍液作为药剂对照,清水作为空白对照。试验共设5个处理组,施药1次。药前及药后10 d定点调查,每颗树随机选取不同方位1年或2年生新梢,共调查10~20根枝条或叶片,至少200头虫,分别记录死、活虫数,并计算虫口减退率和防治效果^[7]。果实受害情况分级标准:0级为无虫;1级为2头虫及以下;3级为3~6头虫;5级为7~14头虫;7级为15~20头虫;9级为20头虫以上。

虫口减退率和防治效果计算公式如式(1)和式(2)。

$$\text{虫口减退率}/\% = \frac{\text{施药前活虫数} - \text{施药后活虫数}}{\text{施药前活虫数}} \times 100 \quad (1)$$

$$\text{防治效果}/\% = \frac{\text{药剂处理区虫口减退率} - \text{空白对照区虫口减退率}}{1 - \text{空白对照区虫口减退率}} \times 100 \quad (2)$$

采用SPSS 19.0对数据进行统计和分析,并比较各处理数据间的差异显著性。

2 结果与分析

2.1 润湿分散剂种类及用量筛选

采用单因素试验法,对不同种类的润湿分散剂,按照不同比例进行混配,加入防冻剂、去离子水及原药等,按照一定比例剪切,并通过砂磨制成样

品。观察样品外观,测定其悬浮率、粒径等指标,具体筛选结果见表1。

研究表明,润湿分散剂采用W-600、500LQ、FD三者复配,当用量分别为1%、2%、3%时,制剂的悬浮率最高,并且在热储过程中粒径稳定,制剂状态正常,且符合要求。基于此,30%噻嗪酮·氟啶虫胺胍悬浮剂配方的润湿分散剂选择此组合W-600(1%)+500LQ(2%)+FD(3%)。

表 1 润湿分散剂筛选结果

种类	用量/%	悬浮率/%		D ₉₀ /μm		外观
		常温(14 d)	热储(54℃,14 d)	常温(14 d)	热储(54℃,14 d)	
MNS-90+FD+SC	1+2+3	97.56	96.33	3.95	5.96	热储胀瓶
W-600+500LQ+FD	1+2+3	99.34	99.66	3.12	3.26	正常
W-600+SC+SP-27001	1+2+3	96.93	96.55	3.87	6.15	正常
500LQ+FD+SC	1+2+3	97.88	97.95	4.69	5.65	正常
MNS-90+SC+SP-27001	1+2+3	98.25	97.69	3.56	5.36	热储胀瓶

2.2 结构调节剂种类及用量筛选

采用不同种类、不同用量结构调节剂配制制剂进行冷储[(0±2)℃]和热储[(54±2)℃,14 d]稳定性试验。结果显示,添加黄原胶(0.2%)和硅酸镁铝(1%)的制剂稳定性最佳(表2)。该配方在储存过程中未发生析水现象,且流动性良好。基于此,30%噻嗪酮·氟啶虫胺胍悬浮剂配方的结构调节剂选择此组合黄原胶(0.2%)+硅酸镁铝(1%)。

表 2 结构调节剂筛选结果

种类	质量分数/%	析水率/%	体系状态	结论
黄原胶	0.1	15	上层析水, 摇动恢复	不合格
	0.2	8	轻微析水, 摇动恢复	
	0.3	0	黏稠, 流动性不好	
硅酸镁铝	1.0	40	严重分层, 难以恢复	不合格
	2.0	15	上层析水, 摇动恢复	
	3.0	0	黏稠, 底部膏化	
黄原胶+硅酸镁铝	0.1+1.0	8	上层析水, 摇动恢复	不合格
	0.2+1.0	0	不析水, 流动性好	
	0.2+2.0	0	黏稠, 流动性不好	

2.3 防冻剂种类及用量筛选

通过对常用防冻剂乙二醇、尿素和氯化钠进行筛选后发现,在制剂中添加5%的乙二醇时效果最佳,在0℃和-7℃时均不凝固(表3)。基于此,30%噻嗪酮·氟啶虫胺胍悬浮剂的防冻剂选择乙二醇,用量为5%。

表 3 防冻剂筛选结果

种类	用量/%	0℃		-7℃	
		状态	恢复时间/h	状态	恢复时间/h
乙二醇	2	轻微凝固	3	凝固	4
	3	轻微凝固	2	凝固	3
	5	不凝固	0	不凝固	0
尿素	2	凝固	3	凝固	4
	3	半凝固	2	凝固	4
	5	轻微凝固	1	半凝固	1
氯化钠	2	凝固	3	凝固	4
	3	半凝固	3	凝固	3
	5	轻微凝固	2	半凝固	1

2.4 防腐剂种类及用量筛选

为防止制剂中黄原胶在储存过程中变质,需在配方中添加防腐剂^[8]。常用防腐剂有卡松和苯甲酸钠。在(54±2)℃热储条件下,14 d后观察结果,见表4。卡松在添加量为0.2%和0.3%时,效果较好。其中,0.2%的添加量最为经济。基于此,30%噻嗪酮·氟啶虫胺胍悬浮剂的防腐剂选择卡松,用量确定为0.2%。

表 4 防腐剂筛选结果

种类	用量/%	效果	体系状态	结论
卡松	0.1	制剂发臭	上层析水	不合格
	0.2	正常	正常	合格
	0.3	正常	正常	合格
苯甲酸钠	0.1	制剂发臭	上层析水	不合格
	0.5	制剂发臭	上层析水	不合格
	1.5	正常	上层析水	不合格

2.5 pH调节剂种类与用量筛选

根据有效成分的理化性质和制剂标准,产品适宜pH为4~6。

由表5可见,在配方中添加0.2%柠檬酸作为pH

调节剂,制剂的冷储、热储、常温储存状态均一,无明显析水分层现象,且降解率最低。基于此,30%噻嗪酮·氟啶虫胺胍悬浮剂的pH调节剂选择柠檬酸,用量确定为0.2%。

表5 pH调节剂筛选结果

种类	用量/%	pH	噻嗪酮			氟啶虫胺胍			综合结论
			质量分数/%		降解率/ %	质量分数/%		降解率/ %	
			常温(14 d)	热储(54℃,14 d)		常温(14 d)	热储(54℃,14 d)		
柠檬酸	0.1	6.85	25.11	24.62	2.00	5.09	4.85	4.71	制剂状态均一 降解率合格
	0.2	5.39	25.11	25.04	0.28	5.09	5.03	1.18	制剂状态均一 降解率合格
	0.3	4.46	25.11	24.79	1.30	5.09	4.89	3.93	制剂热储析水 降解率合格
冰乙酸	0.1	6.65	25.11	24.66	1.79	5.09	4.86	4.52	制剂状态均一 降解率合格
	0.2	5.12	25.11	24.83	1.11	5.09	4.90	3.73	制剂状态均一 降解率合格
	0.3	4.10	25.11	24.40	2.83	5.09	4.85	4.72	制剂热储黏稠 降解率合格

2.6 消泡剂种类及用量筛选

根据《农药持久起泡性测定方法》(GB/T 28137—2011)中测定方法,筛选常用消泡剂,并通过评估消泡剂的持久起泡性以及在该用量下对制剂体系稳定性的影响确定其适用性。由表6可见,添加0.5%和1.0%消泡剂1511时,其持久起泡性均 ≤ 25 mL,消泡效果均符合配方设计要求且不会影响制剂体系的稳定性,但是添加量为0.5%时更为经济。基于此,30%噻嗪酮·氟啶虫胺胍悬浮剂的消泡剂选择消泡剂1511,用量确定为0.5%。

表6 消泡剂筛选结果

种类	用量/%	持久起泡性 (1 min后)/mL	体系稳定性	检测结果
消泡剂630	0.3	65	正常	不合格
	0.5	52	正常	不合格
	1.0	46	正常	不合格
消泡剂1511	0.3	41	正常	不合格
	0.5	20	正常	合格
	1.0	10	正常	合格

2.7 增效剂种类及用量筛选

30%噻嗪酮·氟啶虫胺胍悬浮剂登记防治对象为柑橘矢尖蚧,而柑橘叶片背面的临界表面张力为32.78 mN/m^[9]。其较难润湿展着,所以在制剂开发过程中需要加入强渗透剂。由表7可见,添加甲基化聚醚改性聚合物Prime作为增效剂,用量为6%时,制剂稀释1 000倍后的临界表面张力为32.11 mN/m,最接近柑橘叶片临界表面张力,并且对制剂稳定性不产生影响。基于此,30%噻嗪酮·氟啶虫胺胍悬浮剂选用甲基

化聚醚改性聚合物Prime作为增效剂,添加量为6%。

表7 增效剂筛选结果

种类	用量/%	临界表面张力/(mN/m)	体系稳定性	结论
Prime	3	44.56	正常	不合格
	6	32.11	正常	合格
	10	19.80	上层稍析水	不合格
快T	3	56.25	正常	不合格
	6	43.34	制剂黏稠	不合格
	10	34.59	制剂黏稠	不合格

注:表中临界表面张力数值为制剂1 000倍液数据。

2.8 制剂配方及技术指标检测结果

经配方试验和产品性能检测,最终确定30%噻嗪酮·氟啶虫胺胍悬浮剂的配方:噻嗪酮25%、氟啶虫胺胍5%、W-600 1%、500LQ 2%、FD 3%、乙二醇5%、防腐剂卡松0.2%、消泡剂1511 0.5%、黄原胶0.2%、硅酸镁铝1%、柠檬酸0.2%、增效剂Prime 6%,去离子水补足100%。根据该配方制得的30%噻嗪酮·氟啶虫胺胍悬浮剂外观为可流动的黏稠液体,在储存过程中可能会出现极少量析水,但在室温条件下轻轻摇动后能恢复均匀状态。各项性能指标的检测结果显示表8。

2.9 30%噻嗪酮·氟啶虫胺胍悬浮剂对柑橘矢尖蚧的田间防效

由试验结果可知,药后10 d,30%噻嗪酮·氟啶虫胺胍悬浮剂1 000倍液和1 500倍液对柑橘矢尖蚧的防治效果分别为97.1%和90.0%,显著优于20%噻嗪酮·哒螨灵乳油1 000倍液的79.0%和30%螺虫乙酯·氟啶虫胺胍悬浮剂1 000倍液的86.2%(表9)。

表 8 30%噻嗪酮·氟啶虫胺胍悬浮剂技术指标检测结果

检测项目	指标	检测结果	参考方法或标准
噻嗪酮质量分数, %	25 ± 1.5	25.16	液相色谱法
氟啶虫胺胍质量分数, %	5 ± 0.5	5.02	
噻嗪酮悬浮率, %	≥90	99.68	《农药悬浮率测定方法》(GB/T 14825—2023)中有效成分法
氟啶虫胺胍悬浮率, %	≥90	99.33	
粒径D ₉₀ , μm	≤5	2.85	《农药理化性质测定试验导则》(NY/T 1860.32—2016)
低温稳定性	合格	合格	《农药低温稳定性测定方法》(GB/T 19137—2003)
热储稳定性	合格	合格	《农药热储稳定性测定方法》(GB/T 19136—2021)
pH	4~6	5.19	《农药pH值的测定方法》(GB/T 1601—2023)
倾倒后残余物, mL	≤5	4	《农药倾倒性测定方法》(GB/T 31737—2015)
持久起泡性(1 min后), mL	≤25	16	《农药持久起泡性测定方法》(GB/T 28137—2011)

表 9 30%噻嗪酮·氟啶虫胺胍悬浮剂田间防效

药剂	施用浓度	药前基数/头	药后10 d		
			活虫数/头	虫口减退率/%	防效/%
30%噻嗪酮·氟啶虫胺胍悬浮剂	1 000倍液	123b	4e	96.8a	97.1a
30%噻嗪酮·氟啶虫胺胍悬浮剂	1 500倍液	108c	12d	88.9b	90.0b
20%噻嗪酮·哒螨灵乳油	1 000倍液	133a	31b	76.7d	79.0d
30%螺虫乙酯·氟啶虫胺胍悬浮剂	1 000倍液	124b	19c	84.7c	86.2c
空白对照		119b	132a	-10.9e	

注:同列不同小写字母表示组间数据差异具有统计学意义($P < 0.05$)。

3 小结

本文通过对润湿分散剂、增稠剂、防冻剂、防腐剂、pH调节剂、增效剂等助剂的筛选,确定了30%噻嗪酮·氟啶虫胺胍悬浮剂的最优配方,并根据该配方制得样品。经检测,所制30%噻嗪酮·氟啶虫胺胍悬浮剂产品各项指标符合有关标准要求,且其对柑橘矢尖蚧表现出良好的防效。30%噻嗪酮·氟啶虫胺胍悬浮剂性能稳定、防效良好,具有市场开发和应用前景。

参考文献

[1] 任帅臻, 郭振豪, 任天瑞, 等. 50%噻嗪酮悬浮剂的研制[J]. 农药科学与管理, 2017, 38(10): 6.
 [2] 朱亚娟, 顾林玲. 作用于烟碱乙酰胆碱受体的杀虫剂新品种的应

用开发进展[J]. 现代农药, 2018, 17(4): 1-7.

[3] 明亮, 孙以文, 刘程程, 等. 农药油悬浮剂研究进展[J]. 农药, 2014, 53(5): 313-315.
 [4] 余建波, 彭成洲, 周学强, 等. 36%春雷霉素·啶啉铜悬浮剂的配方研制[J]. 世界农药, 2023, 45(4): 49-55.
 [5] 马俊欢, 张黎辉, 刘希玲, 等. 25%氟唑菌酰胺·联苯吡菌胺悬浮剂的配方研究[J]. 农药科学与管理, 2021, 42(8): 33-39.
 [6] 黄啟良, 李凤敏, 袁会珠, 等. 悬浮剂润湿分散剂选择方法研究[J]. 农药学报, 2001, 3(9): 66-70.
 [7] 张善学, 郑磊, 邓秀丽, 等. 壳寡糖防治黄瓜细菌性角斑病的效果[J]. 中国植保导刊, 2020, 40(1): 89-90.
 [8] 解维星, 李建国, 郭庆龙, 等. 40%氟唑菌酰胺·丙硫菌唑悬浮剂的研制[J]. 农药科学与管理, 2021, 42(4): 6.
 [9] 孙财运. 不同施药技术对柑橘园农药沉积效果的研究[D]. 贵阳: 贵州大学, 2018.

(编辑: 顾林玲)

新型除草剂 Brucia®(40% tolpyralate SC)在印度上市

近日, UPL在印度推出了一款新型玉米苗后除草剂Brucia®(40% tolpyralate SC), 为印度玉米种植户应对顽固杂草和抗性杂草提供了新的有力工具。Brucia®在低剂量下即可快速、有效防除多种阔叶杂草和禾本科杂草。其低用量不仅降低了人工成本, 还为玉米作物的早期生长提供了更全面的保护, 从而显著提升玉米种植户的生产力和农场盈利能力。Brucia®在印度的初步推广主要集中在泰米尔纳德邦和卡纳塔克邦, 未来将推广到更多南方地区的玉米种植区, 以帮助更多种植户应对杂草问题。

Tolpyralate是日本石原产业开发的具有苯甲酰吡唑结构的HPPD抑制剂类除草剂, 可用于玉米、大麦、小麦、水稻等作物, 防除地肤、风滚草、水麻、狗尾草、绿狐尾草、黄狐尾草、稗草、长芒苋、三裂叶豚草、百日草、苘麻等杂草。

(来源: UPL、AgroPages等)