

◆ 开发与分析 ◆

# 34%特丁津·异噁唑草酮悬浮剂的配方研究与开发

韩曙东<sup>1</sup>, 张赫阳<sup>1</sup>, 赵晓宇<sup>1</sup>, 张海滨<sup>2</sup>, 任新峰<sup>3</sup>

(1. 哈尔滨利民农化技术有限公司, 哈尔滨 150025 2. 南通职业大学, 江苏南通 226006 3. 南通江山农药化工股份有限公司, 江苏南通 226017)

**摘要:**采用湿法研磨工艺研制34%特丁津·异噁唑草酮悬浮剂,通过对润湿分散剂、安全剂、增稠剂、防冻剂等的筛选确定其优选配方,并进行田间药效试验。其最佳配方为:特丁津30%、异噁唑草酮4%、环丙磺酰胺2%、KY-6011 5%、黄原胶0.1%、硅酸镁铝1.5%、柠檬酸-柠檬酸钠缓冲液0.1%、乙二醇5%、卡松0.2%、消泡剂0.3%,去离子水补足100%。该配方产品各项指标均符合标准要求,产品质量稳定;对玉米田杂草具有良好的防除效果,市场前景广阔。

**关键词:**特丁津;异噁唑草酮;环丙磺酰胺;悬浮剂;配方研制

中图分类号:TQ 450.6 文献标志码:A doi:10.3969/j.issn.1671-5284.2026.01.007

## Research and development on formula of terbuthylazine·isoxaflutole 34% SC

HAN Shudong<sup>1</sup>, ZHANG Heyang<sup>1</sup>, ZHAO Xiaoyu<sup>1</sup>, ZHANG Haibin<sup>2</sup>, REN Xinfeng<sup>3</sup>

(1. Harbin Limin Agrochemical Technology Co., Ltd., Harbin 150025, China; 2. Nantong Vocational University, Jiangsu Nantong 226006, China; 3. Nantong Jiangshan Agrochemical & Chemicals Co., Ltd., Jiangsu Nantong 226017, China)

**Abstract:** In this paper, terbuthylazine·isoxaflutole 34% SC was developed using wet grinding process. The optimal formulation was obtained through screening of dispersing wetting agent, herbicide safener, thickener, antifreeze agent, and field efficacy trials were conducted. The formula of terbuthylazine·isoxaflutole 34% SC was as follows: terbuthylazine 30%, isoxaflutole 4%, cyprosulfamide 2%, KY-6011 5%, xanthan gum 0.1%, magnesium aluminum silicate 1.5%, citric acid-sodium citrate buffer 0.1%, ethylene glycol 5%, Kathon 0.2%, defoamer 0.3%, and water making up to 100%. The product met the standard requirements, had stable quality and excellent control efficacies against weeds in corn fields, indicating broad market prospect.

**Key words:** terbuthylazine; isoxaflutole; cyprosulfamide; SC; formula development

特丁津是一种内吸传导型三嗪类除草剂,其作用靶点为植物光系统受体部位,通过抑制光合电子传递发挥除草作用。特丁津具有选择性,主要通过植株根部和叶片吸收,经木质部向顶传导,并富集在顶端分生组织<sup>[1]</sup>。异噁唑草酮为对羟基苯基丙酮酸双氧化酶(HPPD)抑制剂,具有广谱的除草活性,苗前和苗后均可使用。敏感杂草吸收后,通过破坏叶绿素形成,导致杂草白化、枯萎死亡<sup>[1]</sup>。环丙磺酰胺是由拜耳公司开发的新型除草剂安全剂<sup>[1]</sup>。添

加环丙磺酰胺可提高玉米体内的GSTs活性,从而降低异噁唑草酮对玉米生长的抑制作用,减轻其对玉米的药害症状<sup>[2]</sup>。

长期单一使用一种除草剂易使杂草产生抗药性,将特丁津与异噁唑草酮复配,除草剂作用位点增加,杂草难以通过单一基因突变产生抗药性,从而延缓了杂草抗药性的发展速度,延长了药剂的使用寿命。此外,还扩大了除草范围,减少了除草剂的用量和用药次数,使用更方便。

收稿日期:2023-11-28

基金项目:黑龙江省重大科技成果产业化项目(ZC2024SH0063)

作者简介:韩曙东,男,高级工程师,主要从事农药制剂研发及农业病虫害防治技术研究。E-mail: hanshudong@jsac.com.cn

## 1 材料与amp;方法

### 1.1 原药、助剂及药剂

原药 98.4%特丁津原药,河北临港化工有限公司;97.2%异噁唑草酮原药,江苏中旗科技股份有限公司。

安全剂 97.5%环丙磺酰胺,济南瑞斯邦国际贸易有限公司。润湿分散剂:KY-6011,江苏凯元科技有限公司;SP-SC3266,江苏擎宇化工科技有限公司;HY-8251,沧州鸿源农化有限公司。增稠剂:黄原胶,鄂尔多斯市中轩生化股份有限公司;硅酸镁铝,湖南朋泰高新材料有限公司。pH调节剂:柠檬酸、柠檬酸钠,潍坊英轩实业有限公司;磷酸、磷酸氢二钾、磷酸二氢钾,国药集团化学试剂有限公司。防冻剂:乙二醇,国药集团化学试剂有限公司。防腐剂:卡松,湖北万邦实业发展有限公司。消泡剂:X-10C,扬州四新新材料科技股份有限公司。

试验药剂:34%特丁津·异噁唑草酮悬浮剂(特丁津30%+异噁唑草酮4%),哈尔滨利民农化技术有限公司。

对照药剂:50%特丁津悬浮剂、20%异噁唑草酮悬浮剂,山东滨农科技有限公司;50%噻酮·乙草胺乳油(噻草酮10%+乙草胺40%),吉林金秋农药有限公司。

### 1.2 主要仪器设备

EDI-310电子台秤,上海大和衡器有限公司;LT2002C电子天平,常熟市天量仪器有限责任公司;实验室高剪切乳化机,南通克莱尔混合设备有限公司;ZTY-M-I实验室篮式研磨机,上海众托实业有限公司;BT-9300S激光粒度分布仪,丹东百特仪器有限公司;LC-10AT液相色谱仪,岛津(上海)实验器材有限公司;PHSJ-3F型pH计,上海仪电科学仪器股份有限公司;NDJ-9S数字式黏度计,上海仪昕科学仪器有限公司;GHP-9270隔水式恒温培养箱,上海一恒科学仪器有限公司。

### 1.3 加工工艺

采用湿法研磨工艺,在去离子水中加入润湿分散剂、增稠剂、pH调节剂、防冻剂、防腐剂、消泡剂、稳定剂,搅拌混合均匀;在高速剪切下加入特丁津原药、异噁唑草酮原药和环丙磺酰胺,剪切分散均匀,在锆珠介质下进行研磨,直至达到目标粒径,得到白色均匀的悬浮剂产品。

### 1.4 药效试验

在吉林省公主岭市进行防除春玉米田一年生

杂草田间药效试验。采用土壤喷雾的方式,喷液量为600 L/hm<sup>2</sup>。全生育期施药1次。施药后20 d,调查杂草株数,施药后40 d,调查杂草株数及鲜重。计算株防效和鲜重防效。

计算公式如下。

$$\text{株数防效}/\% = \frac{\text{空白对照区杂草株数} - \text{处理区杂草株数}}{\text{空白对照区杂草株数}} \times 100$$

$$\text{鲜重防效}/\% = \frac{\text{空白对照区杂草鲜重} - \text{处理区杂草鲜重}}{\text{空白对照区杂草鲜重}} \times 100$$

## 2 结果与分析

### 2.1 配方筛选

#### 2.1.1 润湿分散剂种类及用量筛选

润湿分散剂可降低水的表面张力,使水能够快速、充分润湿固体原药颗粒表面,促使有效成分均匀分散在水中,并抑制团聚现象。本研究基于流点法进行分散剂种类筛选<sup>[3]</sup>。试验选用的3种润湿分散剂均为复配型润湿分散剂,其主要成分为丙烯酸-丙烯酸羟丙酯共聚物、苯乙基酚聚氧乙烯醚磷酸酯盐、嵌段聚醚。筛选结果见表1。

表 1 润湿分散剂种类筛选结果

润湿分散剂	流点/(mL/g)
KY-6011	0.838 7
SP-SC3266	0.898 7
HY-8251	0.953 5

由表1可知,KY-6011的流点最低,故选择KY-6011作为特丁津、异噁唑草酮复配制剂的润湿分散剂。

确定润湿分散剂种类后进行用量筛选,结果见表2。

表 2 润湿分散剂用量筛选结果

项目	KY-6011用量			
	3%	5%	7%	
D <sub>97</sub> /μm	6.8	5.2	4.9	
悬浮率, %	85.2	98.2	99.8	
倾倒性	倾倒后残余物, %	2.2	2.1	2.2
	洗涤后残余物, %	0.24	0.24	0.25
热储稳定性[(54±2)°C]	析水率	未见明显分	未见明显分	
		6.5% 层、析水	层、析水	

由表2可知,当润湿分散剂KY-6011用量在5%和7%时,产品热储后无明显分层、析水现象,其他指标均符合悬浮剂制备标准要求。从产品质量及成本两方面综合考虑,润湿分散剂KY-6011优选用量为5%。

### 2.1.2 安全剂用量筛选

环丙磺酰胺在不同的环境条件(温度、湿度)下均能发挥稳定的作用。对其用量进行梯度试验,考察其对玉米药害率的影响。用量分别设为0、0.5%、1.0%、1.5%、2.0%、2.5%、3.0%、3.5%和4.0%。34%特

丁津·异噁唑草酮悬浮剂推荐有效成分量为510~765 g/hm<sup>2</sup>,为验证环丙磺酰胺的用量对药害的影响,取最高用量765 g/hm<sup>2</sup>进行试验,喷液量600 L/hm<sup>2</sup>,小区面积20 m<sup>2</sup>,3次重复。喷药15 d后统计小区内产生药害的植株,计算药害率。试验结果见表3。

表3 环丙磺酰胺的用量对玉米植株药害率的影响

用量	0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5	4.0
药害率	15.3	13.6	7.7	4.5	2.1	1.9	1.8	1.7	1.7

试验结果表明,环丙磺酰胺用量为2%时,可使玉米药害率从15.3%(无安全剂)降至2.1%,且不影响除草活性。环丙磺酰胺用量低于1.5%时,保护效果不理想;高于2.5%,则配方成本显著增加。因此,环丙磺酰胺的加入量确定为2%。

### 2.1.3 增稠剂筛选

在悬浮剂体系中加入增稠剂能增加体系黏度,降低粒子的沉降速度,使农药有效成分均匀分散在体系中,防止分层和沉淀。黄原胶为天然高分子增

稠剂,具有良好的增稠、悬浮和稳定作用。硅酸镁铝可控制悬浮剂中粒子的大小、形状和分布,避免团聚或形成过大的颗粒。对黄原胶、硅酸镁铝及其组合进行筛选,通过检测悬浮剂的黏度、倾倒性和析水率,确定增稠剂的种类与用量,结果见表4<sup>[4]</sup>。

由表4可知,当黄原胶加入量为0.10%、硅酸镁铝加入量为1.50%时,制剂倾倒性和热储析水率均合格。因此,增稠剂优选黄原胶+硅酸镁铝,用量分别为0.10%、1.50%。

表4 增稠剂种类和用量筛选结果

种类	用量/%	黏度/(mPa·s)	倾倒性	热储析水率/%	综合评估
黄原胶	0.10	130	合格	25.8	不合格
	0.15	348	合格	20.1	不合格
	0.20	869	不合格	16.3	不合格
硅酸镁铝	0.75	52	合格	30.5	不合格
	1.50	68	合格	18.5	不合格
黄原胶+硅酸镁铝	0.10+0.75	205	合格	16.3	不合格
	0.10+1.50	429	合格	6.8	合格
	0.15+0.75	506	合格	10.9	不合格
	0.15+1.50	654	不合格	4.2	不合格
	0.20+0.75	892	不合格	2.9	不合格
	0.20+1.50	1 250	不合格	膏化,不流动	不合格

### 2.1.4 防冻剂用量筛选

常用的防冻剂有乙二醇、丙二醇、丙三醇,其中乙二醇因其优异的防冻性能被广泛应用,其与水混合后能显著降低冰点,能满足产品在低温环境下的防冻需求。大量试验还发现,添加乙二醇能够提高34%特丁津·异噁唑草酮悬浮剂体系的储存稳定性,避免产品长时间放置,特别是温度变化导致的体系变稠结块、沉降析出等问题。乙二醇用量筛选结果见表5。

由表5可知,当乙二醇的加入量在5%及以上时,可满足悬浮剂防冻需求,故乙二醇添加量优选为5%。

表5 防冻剂用量筛选结果

乙二醇用量/%	冷储(0℃,7d)	恢复室温状态
0	不合格	出现大量絮凝物
3	不合格	出现少量絮凝物
5	合格	合格
7	合格	合格

### 2.1.5 防腐剂用量筛选

由于配方中所选的增稠剂黄原胶属于微生物多糖,在非灭菌环境中,细菌、霉菌和酵母菌等微生物可利用黄原胶的糖链结构快速生长繁殖,导致体系变质腐败。为解决此问题,需在体系中加入防腐剂。卡松是目前高效防腐剂之一,在极低的用量下即可

达到理想的防腐效果。试验发现,加入0.2%的卡松能保证2年内产品不会发生腐败变质。因此,将防腐剂卡松的添加量定为0.2%。防腐剂筛选结果见表6。

表 6 防腐剂用量筛选结果

用量/%	常储稳定性			
	常储3个月	常储6个月	常储1年	常储2年
0	少量变质	变质		
0.1	未变质	少量变质	少量变质	变质
0.2	未变质	未变质	未变质	未变质
0.3	未变质	未变质	未变质	未变质

### 2.1.6 消泡剂用量筛选

农药悬浮剂的生产工艺普遍采用湿法超微粉碎法。在高速分散过程中,大量空气被带入体系并分散成极小的气泡,导致悬浮剂体积迅速膨胀。这些气泡使得制剂黏度增大,计量和包装困难,显著降低了生产效率<sup>[5]</sup>。同时,气泡的存在会影响悬浮剂的稳定性,使得悬浮体系的固体颗粒分散不均匀,导致颗粒聚集、沉降,从而降低悬浮剂的悬浮率。在储存过程中,泡沫还可能引起产品分层、变质等问

题,缩短产品的保质期。因此,配方中需要加入适当的消泡剂,其用量筛选结果见表7。

表 7 消泡剂用量筛选结果

消泡剂	用量/%	持久起泡性/mL
X-10C	0.1	85
	0.2	42
	0.3	20
	0.4	17
	0.5	12

由表7可知,当消泡剂X-10C用量在0.3%及以上时,效果较好。从成本及产品质量考虑,确定消泡剂X-10C的用量为0.3%。

### 2.1.7 pH调节剂种类筛选

异噁唑草酮对pH敏感,pH>7.0时,异噁唑草酮易发生水解反应,半衰期急剧缩短,pH在4.0~6.0范围内,其较为稳定。特丁津虽然结构相对稳定,但在极端pH条件下也可能加速其分解。因此,为保证34%特丁津·异噁唑草酮悬浮剂货架寿命,将产品pH设定为5.0~5.5,其种类筛选结果见表8。

表 8 pH调节剂种类筛选结果

pH调节剂	体系pH			外观	热储分解率/%	
	初始	热储后	变化		异噁唑草酮	特丁津
空白	7.5	8.2	+0.7	严重分层	12.5	3.2
柠檬酸	5.2	5.8	+0.6	轻微分层	8.1	2.5
磷酸	5.3	6.0	+0.7	轻微分层	7.8	2.4
柠檬酸-柠檬酸钠缓冲液	5.2	5.3	+0.1	均匀,无变化	2.3	1.5
磷酸二氢钾-磷酸氢二钾缓冲液	5.3	5.4	+0.1	均匀,无变化	2.5	1.6

由表8可知,pH稳定性与异噁唑草酮的分解率呈正相关,2种缓冲体系对pH稳定性均优于空白对照和单一酸,满足分解率≤5%的要求。结合成本、环保性和体系的温和性等多重考虑,确定以柠檬酸-柠檬酸钠缓冲液作为该悬浮剂的pH调节剂。

进一步开展的用量筛选及优化试验发现,当柠檬酸-柠檬酸钠缓冲液用量达到0.1%时,可满足产品质量要求。

## 2.2 最佳配方及技术指标

### 2.2.1 配方组成

根据试验,确定了34%特丁津·异噁唑草酮悬浮剂的最佳配方为:特丁津30%、异噁唑草酮4%、环丙磺酰胺2%、KY-6011 5%、乙二醇5%、黄原胶0.1%、硅酸镁铝1.5%、卡松0.2%、柠檬酸-柠檬酸钠缓冲液0.1%、消泡剂0.3%,去离子水补足100%。

### 2.2.2 技术指标及性能测试

对按照以上配方制备的样品进行质量检测。结果显示,各项检测指标均合格,悬浮剂产品稳定性良好(表9)。

### 2.2.3 重复性试验

为确保配方的可重复性,选择5批次的特丁津·异噁唑草酮原药进行试验,按照配方进行1.5 kg放大试验,进一步验证配方对不同原药的适应性。对制得的成品进行常储、热储、冷储试验。结果显示,各项指标检测均合格,此配方可进行中试及生产转化。

## 2.3 田间药效试验结果

药效试验结果见表10。试验结果表明,34%特丁津·异噁唑草酮悬浮剂对玉米田一年生杂草具有良好的防除效果,对玉米安全,无药害发生。

表9 34%特丁津·异噁唑草酮悬浮剂技术指标及检测结果

项目	指标	检测结果			
		常温	热储	冷储	
质量分数, %	特丁津	30.0 ± 1.5	30.1	29.9	30.1
	异噁唑草酮	4.0 ± 0.4	4.0	3.9	4.0
pH范围		3.0~6.0	4.78	4.85	4.79
持久起泡性(1 min后) mL		≤60	20	19	20
湿筛试验(75 μm试验筛) %		≥98	100.0	99.5	99.8
悬浮率, %	特丁津	≥90	99.01	98.90	99.23
	异噁唑草酮	≥90	95.84	95.39	95.80
倾倒性, %	倾倒后残余物	≤5.0	2.2	2.3	2.1
	洗涤后残余物	≤0.5	0.2	0.2	0.2
低温稳定性[(0 ± 2)°C, 7 d]		合格		合格	
热储稳定性[(54 ± 2)°C, 14 d]		合格		合格	

表10 34%特丁津·异噁唑草酮悬浮剂药效试验结果

药剂	有效成分用量/(g/hm <sup>2</sup> )	药后20 d株防效/%	药后40 d株防效/%	鲜重防效/%
34%特丁津·异噁唑草酮悬浮剂	510	91.6	90.8	94.6
	765	94.3	91.6	95.8
	1 020	96.6	95.5	98.0
	1 530	98.9	97.6	99.3
50%特丁津悬浮剂	825	78.5	73.2	84.2
20%异噁唑草酮悬浮剂	120	88.5	87.6	91.0
50%噻酮·乙草胺乳油	1 500	86.3	84.6	89.4

在玉米播种后至出苗前用药1次,34%特丁津·异噁唑草酮悬浮剂对玉米田一年生杂草药后40 d的总草株防效和鲜重防效均在90%以上。

### 3 结论

通过筛选试验,确定了34%特丁津·异噁唑草酮悬浮剂的最佳配方为:特丁津30%、异噁唑草酮4%、环丙磺酰胺2%、KY-6011 5%、乙二醇5%、黄原胶0.1%、硅酸镁铝1.5%、卡松0.2%、柠檬酸-柠檬酸钠缓冲液0.1%、消泡剂0.3%,去离子水补足100%。按照该配方制得的34%特丁津·异噁唑草酮悬浮剂质量稳定,对不同批次原药的适应性良好,各项指标均符合国家标准要求。其对玉米田一年生阔叶杂草

和禾本科杂草均具有较好的防除效果,药后40 d的株防效和鲜重防效均在90%以上,且对玉米生长发育安全,对非靶标生物无影响,具有良好的市场前景。

#### 参考文献

- [1] 刘长令,李慧超,芦志成.世界农药大全[M].北京:化学工业出版社,2022:331;203;621.
- [2] 连磊,王恒智,刘伟堂,等.安全剂环丙磺酰胺和双苯噁唑酸对玉米苯唑氟草酮药害的解毒作用[J].中国农学通报,2023,39(23):88.
- [3] 刘广文.现代农药剂型加工技术[M].北京:化学工业出版社,2013:515.
- [4] 李娇,刘变娥,高雪锋,等.吡啶醚菌酯悬浮剂变性与稳定性的关键研究[J].现代农药,2022,21(6):19-27.
- [5] 陈福良.农药新剂型加工与应用[M].北京:化学工业出版社,2015:140.

## 富美实推出杀虫剂 Sulexin™,含活性成分溴氰虫酰胺和氟啶虫酰胺

2025年12月,富美实(FMC)公司在科特迪瓦科霍戈正式推出杀虫剂Sulexin™(溴氰虫酰胺250 g/L+氟啶虫酰胺250 g/L)。科特迪瓦成为全球首个批准登记该产品的国家,彰显了富美实致力于农业创新,以及对非洲棉花可持续生产的承诺。Sulexin™具有双重作用机理,可用于害虫综合治理(IPM)。其中,溴氰虫酰胺为第二代鱼尼丁受体抑制剂类杀虫剂,具有良好的内吸性,兼具胃毒和触杀作用,对刺吸式口器害虫的活性良好,杀虫谱广。氟啶虫酰胺为新型吡啶酰胺类杀虫剂,具有高选择性,以及快速拒食活性和神经毒性,可有效防治刺吸式口器害虫,对蚜虫、叶蝉等防效良好。

Sulexin™能够实现对害虫的全面防控,促进棉花生长,增强植株活力,提升棉花产量。

(来源:FMC, Agropages)