

30% 酶胺悬浮剂的研究

杨清华, 孙凤梅 (河南科技学院, 河南新乡 453003)

摘要 采用湿式超微粉碎加工工艺, 对30% 酶胺悬浮剂中润湿分散剂、增稠剂、防冻剂、消泡剂及制剂pH值等进行了筛选试验, 确定了优惠配方。结果表明, 选用 酶胺30%、NNO 2%、拉开粉1.5%、农乳33[#] 4%、农乳500[#] 2%、吐温80 2%、凹凸棒土2%作为分散剂, 以0.15%黄原胶作为增稠剂, 以8%的乙醇作为防冻剂, 以硅酮类作为消泡剂所制得的制剂经低温和热稳定性试验, 外观无明显分层, 水中分散性良好, 各项指标均符合悬浮剂的相关标准。

关键词 酶胺; 水悬浮剂; 农药加工

中图分类号 S482.2⁺6 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2007)01-00138-02

Study on the Formulation Preparation of 30% Pyri netharil Suspension Concentrate

YANG Jing hua et al (Henan Institute of Science and Technology, Xinxing, Henan 453003)

Abstract The formulation of 30% pyri netharil Suspension Concentrate was developed with the method of wet milling, optimized the receipt with main adjuvants such as wetting-dispersing agents, antifreeze agents as well as pH values of the formulation. Results showed that its physical and chemical properties were not changed significantly after the formulation stored under cold and thawing conditions respectively.

Key words Pyri netharil ;Suspension Concentrate ;Pesticide producing

酶胺化学名称为N(4,6-二甲基-2-基)苯胺, 属新型苯胺基类低毒杀菌剂, 对多种作物的灰霉病有特效。该药剂具有内吸传导和熏蒸作用, 施药后迅速达到植株的花、幼果等喷雾无法达到的部位杀死病菌, 药效更快、更稳定。酶胺的药效对温度不敏感, 在相对较低的温度下施用, 其保护及治疗效果同样好。该化合物外观为白色结晶粉, 无特殊气味, 几乎无味; 易溶于有机溶剂, 微溶于水; 不易分解, 不易燃, 不易爆, 无腐蚀性。因此针对其结构及作用机理和应用对象进行30% 酶胺悬浮剂配方的研究。

1 材料与方 法

1.1 供试材料 酶胺。原药, 含量>96.5%, 天津市施普乐农药技术发展有限公司。润湿分散剂。农乳700[#], 农乳33[#], 农乳500[#], TX-80, 萘磺酸钠甲醛缩合物NNO, 拉开粉, 白炭黑, 膨润土, 凹凸棒土。增稠剂。黄原胶, 硅酸镁铝, 羧甲基纤维素。防冻剂。乙二醇, 丙三醇, 尿素。消泡剂。正辛醇, 泡敌, 硅酮类。

1.2 试验仪器 NDJ 旋转式粘度计(上海昌吉地质仪器有限公司); PHS-3C 精密pH计(上海雷兹仪器厂); 砂磨机(沈阳微分仪器厂); 420型电热恒温培养箱(山东潍坊仪器厂); Wmner2000 激光粒度分布仪(济南微纳仪器有限公司); 高剪切混合乳化机(上海威宇机电制造有限公司); YXJ2 离心机(江苏省金坛市奔腾电子有限公司)。

1.3 工艺流程(图1)。

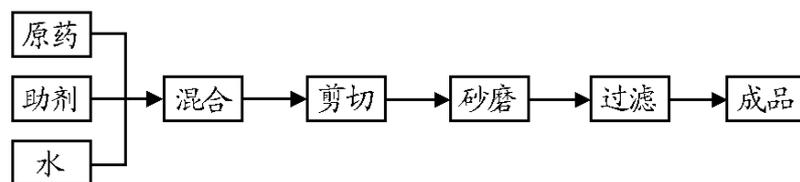


图1 30% 酶胺悬浮剂制作流程

1.4 操作步骤 按照配方的要求, 将称好的原药、助剂、水加入砂磨釜中, 先用高速剪切分散机进行预分散2~3 min, 将其料浆中大颗粒打碎, 使其粒径至少小于砂磨介质的直径。通入冷凝水, 开动砂磨机研磨1.5~3 h, 用 Wmner2000 激光粒度分布仪检测, 直至达到所要求的粒度为止, 过滤, 进行各项技术指标的分析检测。

2 结果与分析

2.1 润湿分散剂的选择 农药悬浮剂的悬浮液分散体系介于胶体分散体系和粗分散体系之间, 属于一种不稳定的分散体系。悬浮剂的粒径一般几个微米大小, 由于粒径很小, 粒子的表面自由能很大, 粒子间易于吸附凝聚。为了增加悬浮剂的稳定性, 通常需加入一定量的分散剂, 在分散相粒子的周围形成坚固的保护膜, 或形成双电层, 使农药颗粒表面带电, 带电粒子之间相互排斥而使分散体系趋于稳定, 使之在贮存过程中不发生凝聚和结底现象。该试验选用阴离子和非离子表面活性剂复配, 对多种润湿分散剂进行了筛选(表1)。表1表明, 4号配方分散性能优, 样品稳定性好。

表1 润湿分散剂筛选结果

配方号	酶胺 %	NNO %	拉开粉 %	农乳33 [#] %	农乳500 [#] %	农乳700 [#] %	吐温80 %	凹凸棒土 %	膨润土 %	悬浮率 %	分散性	筛析(>44 μm) %	热贮稳定性
1	30	2		2	1			2			+	98	-
2	30	2	1	2	1			2			++	99	+
3	30	2	1.5	2	1		2	2			++	99	+
4	30	2	1.5	4	2		2	2			++	99	++
5	30		1.5	4	2			2			+	96	+
6	30		1.5	4	2			3			++	97	-
7	30	3			4	3			3	80	-	95	+
8	2	3			4	1			3	3	82	-	95

注: - 代表差, + 代表良, ++ 代表良。下同。

作者简介 杨清华(1975-), 女, 吉林榆树人, 助教, 从事农药加工及使用研究。

收稿日期 2006-09-19

2.2 增稠剂的选择 悬浮剂的粘度是影响产品贮存稳定性的一个重要因素。粘度太小, 产品放置一段时间后易分层、结块; 粘度太大, 产品不易倾倒, 挂壁严重, 给加工和使用带

来困难。适宜的粘度使制剂具有良好的稳定性和较高的悬浮率。根据对分散剂筛选结果,以4号配方为基础,对增稠剂进行筛选,结果发现3号配方较好(表2)。

表2 增稠剂筛选结果

配方号	硅酸镁铝 %	黄原胶 %	羧甲基纤维素 %	粘度	热贮稳定性	倾倒性
1	0.2			500	+	+
2	0.3			580	+	+
3		0.15		520	++	++
4		0.2		730	+	++
5			0.2	240	-	++
6			0.4	350	-	++

2.3 防冻剂的选择 为防止产品在贮存过程中出现结晶影响使用效果,选用了几种不同的防冻剂进行试验。结果发现,乙二醇和丙三醇防冻效果较好,使用尿素冷冻后会在安瓿瓶底部有沉淀产生。综合成本因素,选用乙二醇作为防冻剂,用量为8%。

2.4 消泡剂的选择 为防止在砂磨过程中产生大量泡沫,宜加入少量的消泡剂。该试验对正辛醇、泡敌、硅酮类作了筛选,发现正辛醇、泡敌无明显效果,硅酮类消泡剂效果较好。

2.5 各项指标的测定 制剂外观为可流动、粘稠状液体,贮存过程中可有沉淀或分层,但置室温下经摇动能恢复原状。

表3 制剂各项指标测定结果

项目	指标	项目	指标
有效成分含量 %	30	倾倒性倾倒后残余物 %	5
悬浮率 %	90	洗涤后残余物 %	1
pH值	6~8	热贮稳定性	合格
筛析 (>44 μm) %	99	冷贮稳定性	合格

2.6 稳定性试验 将试样装于安瓿瓶密封,在冷热贮后检验(表4)。由表4可见,按该配方配制的30%酶胺悬浮剂产品,符合所要求的技术指标。酶胺的分解率均小于5%。

表4 30% 酶胺悬浮剂产品稳定性试验结果

配方号	悬浮率 %	筛析 (通过 44 μm) %	粘度 nPa s	pH值	倾倒性 %	冷贮稳定性 0 ±1 7d	热贮稳定性 54 ±2 14d
1	95	98	530	6.5	合格	合格	合格
2	98	99	525	6.5	合格	合格	合格
3	96	99	535	7.0	合格	合格	合格
4	98	98	520	6.5	合格	合格	合格
5	99	99	540	7.1	合格	合格	合格

3 小结

(1) 30% 酶胺悬浮剂的技术关键是所选用的分散润湿剂、增稠剂、消泡剂与酶胺原药、水之间的相容性好,其混合物粒子在一定的粒径范围内能达到所制定的技术指标要求,即扩散力与范德华力及重力之间达到相互平衡。

(2) 30% 酶胺悬浮剂为水性化制剂,在减少对环境的同时,节约了能源,符合人类可持续发展的要求。

(3) 按该配方配制的30% 酶胺悬浮剂,工艺简单易行,性能稳定,质量可靠。

参考文献

- [1] 刘步林. 农药剂型加工技术[M]. 2版. 北京: 化学工业出版社, 1998: 301 - 342.
- [2] 郭武棣. 液体制剂[M]. 北京: 化学工业出版社, 2003: 196 - 236.
- [3] 魏方林, 朱国念, 孔小林. 10% ZJ0712 水悬浮剂的研究[J]. 农药, 2004, 43(7): 301 - 302.
- [4] 路福绥, 刘军, 薛刚, 等. 50% 复方多菌灵悬浮剂的流变特性研究[J]. 农药, 1999, 38(12): 11 - 12.
- [5] 高德霖. 农药悬浮剂的物理稳定性[J]. 江苏化工, 1997, 25(5): 1 - 5.
- [6] 王早曦. 农药悬浮剂的选择: 农药助剂[M]. 北京: 化学工业出版社, 1994: 213 - 215.