

◆ 药效与应用 ◆

米糠C₁₆₋₁₈活性成分油悬剂研制及对烟草腋芽的抑制作用

周建云¹, 刁朝强¹, 黄宁¹, 刘红峰¹, 王亚馨², 李培强^{2*}, 廖勇^{1*}

(1. 贵州省烟草公司贵阳市公司, 贵阳 550001 2. 山东农业大学化学与材料科学学院, 山东泰安 271018)

摘要:通过对分散介质及表面活性剂的筛选, 制备出米糠C₁₆₋₁₈油悬浮抑芽剂并应用于烟草腋芽生长的抑制。以矿物油100#作为分散介质, EL-20和AEC-9H以质量比2:1复配作为表面活性剂, 乳化剂总用量为15%。在同等施药量下, 4%米糠C₁₆₋₁₈活性成分油悬浮抑芽剂速效性与持效性优于其他对照制剂。

关键词:米糠 C₁₆₋₁₈; 烟草腋芽; 油悬浮剂; 抑芽剂

中图分类号: S 572 文献标志码: A doi: 10.3969/j.issn.1671-5284.2021.05.012

Preparation of Rice Bran C₁₆₋₁₈ Active Ingredient Oil Suspension and Its Inhibition to Axillary Buds in Tobacco

ZHOU Jianyun¹, DIAO Zhaoqiang¹, HUANG Ning¹, LIU Hongfeng¹, WANG Yaxin², LI Peiqiang^{2*}, LIAO Yong^{1*}

(1. Guizhou Tobacco Company Guiyang, Guiyang 550001, China; 2. College of Chemistry and Material Science, Shandong Agricultural University, Shandong Tai'an 271018, China)

Abstract: In this study, rice bran C₁₆₋₁₈ oil suspension bud suppressor was prepared by screening the dispersing medium and surfactant, which was applied to inhibit the growth of tobacco axillary buds. Mineral oil 100# was used as the dispersion medium. The mass ratio of EL-20 to AEC-9H was 2:1 and the surfactant was prepared. The total dosage of emulsifier was 15%. Under the same dosage, the 4% rice bran C₁₆₋₁₈ active ingredient oil suspension bud inhibitor had better rapidness and endurance than other control preparations.

Key words: rice bran C₁₆₋₁₈; axillary buds in tobacco; oil suspensions; suckercides

当今农药剂型发展的主题是化学农药制剂的绿色化。油悬浮剂用植物油或矿物油等环保溶剂作为分散介质, 且生产和使用过程与悬浮剂类似, 无粉尘污染, 这已成为当今农药剂型的一个主要发展方向。

可分散油悬浮剂是利用配方中乳化分散剂等助剂, 经过湿法砂磨工艺, 将有效成分悬浮分散于油相中, 所形成的稳定分散的油混悬浮液制剂^[1-3]。油悬浮剂体系较易添加本身具有润湿、渗透等作用的乳化剂, 以及具备良好的发挥油类助剂的优点, 对有效成分的增效作用明显。为此成为烟草抑芽剂开发的主要剂型之一。

本课题涉及一种有效成分为米糠C₁₆₋₁₈。烟株腋芽萌发力很强, 抹掉后会很快再生^[4], 人工抹杈虽然可行, 但需要重复抹杈, 耗时耗力, 且操作过程中频繁接触不同烟株容易传播烟草疾病, 增加病虫害几率。二十世纪四十年代, 人们意识到人工抹杈带来的负面影响, 因此化学抑芽剂应运而生^[5]。二十世纪四十年代末期, 美国北卡罗纳州立大学发现吡啶乙酸对烟草腋芽具有抑制作用^[6]。从早期的一些生长素到现在市面常见的氟节胺、二甲基戊灵、仲丁灵, 化学抑芽剂具有操作简单且1次施药就可以达到抑芽效果的优势, 但烟草作为一种吸食性产品, 化学

收稿日期: 2020-12-07

作者简介: 周建云(1980—) 男, 四川广安人, 硕士, 农艺师, 主要从事烤烟营养、病虫害防控等研究与技术推广工作。E-mail: zhj2005@126.com

通信作者: 李培强(1978—) 男, 山东泰安人, 教授, 主要从事物理化学方面研究工作。E-mail: lpc@outlook.com

(共同通信作者: 廖勇(1978—) 男, 贵州遵义人, 硕士, 高级农艺师, 主要从事土壤保育及营养调控方面研究工作。E-mail: 512870940@qq.com

合成药剂的农药残留问题是大家关心的焦点问题。经研究发现C₁₆-C₁₈高碳醇对烟草的腋芽生长具有一定的抑制作用,且无毒无残留。笔者通过研究2种不同碳含量的米糠C₁₆₋₁₈、C₂₀₋₂₂的抑芽效果,以期得到天然、无污染、无残留的新型抑芽剂^[7-8]。

1 试验材料与方法

1.1 试验材料及仪器

米糠C₁₆₋₁₈活性成分抑芽剂、米糠蜡糊、蒸馏水、氢氧化钠、丙酮、氯化钙。

表面活性剂:异辛醇聚氧乙烯醚(JFC-E)、月桂醇聚氧乙烯聚氧丙烯醚(LEP-10)、甜菜碱型两性表面活性剂(BS-12)、米糠C₁₆₋₁₈聚氧乙烯醚羧酸(AEC-9H),临沂绿森化工有限公司;蓖麻油聚氧乙烯醚(EL-20),江苏海安石化有限公司;异十三醇聚氧乙烯醚(E1309),青岛贝斯曼化学有限公司。

分散介质:脂肪酸甲酯,上海圣宇化工有限公司;油酸甲酯,上海吉至生化科技有限公司;大豆色拉油,矿物油100#。

索式提取器、蒸馏装置、回流装置、DF-101S型集热式恒温加热磁力搅拌器,巩义市瑞力仪器设备有限公司;PHS-3C型pH计,上海精密科学仪器有限公司;上海法孚莱机电科技发展有限公司;D-500型高剪切均质乳化机,德国维根斯集团;BT-9300S型激光粒度仪,丹东百特仪器有限公司;安捷伦1200型高效液相色谱仪,安捷伦科技(中国)有限公司;101-2A型恒温烘箱,上海叶拓科技有限公司;MP2000型电子天平,上海恒平-电子天平有限公司。

1.2 试验方法

1.2.1 米糠C₁₆₋₁₈活性成分的制备

在高速搅拌下将米糠蜡糊与丙酮混合,直至蜡糊完全分散。将混合液离心,得到丙酮混合油和含溶固体糠蜡,将含溶固体糠蜡放入干燥器干燥。

精确称取糠蜡1 g,加入3倍体积的蒸馏水,加热使糠蜡完全熔化,加入10倍体积的10% NaOH溶液,加热回流10 h,保温36 h,加入CaCl₂的饱和水溶液,反应2 h,用热水洗至中性,烘干。用丙酮索式提取16 h,收集索式提取液,室温下析出晶体,过滤后60℃烘干。将得到的产物柱层析分离,得到2种碳链约为C₁₆₋₁₈和C₂₀₋₂₂的主要物质。

1.2.2 油悬浮剂的制备

按配方配比要求,称取液体助剂和分散介质,混合搅拌均匀,称取一定量的米糠C₁₆₋₁₈活性成分按一定比例加入,剪切后经砂磨机进行砂磨2 h,达到

细度要求后出料,对其进行检测。

1.2.3 对烟草腋芽抑制生长药效试验

1.2.3.1 试验材料

甘蔗;供试烟草品种:云烟85号;供试地点:贵州;供试药剂:米糠C₁₆₋₁₈和C₂₀₋₂₂活性成分油悬浮抑芽剂;对照药剂:二甲戊灵、30%氟节胺。

1.2.3.2 试验设计

试验共设计9个处理,具体见表1。每组处理50株烟草,随机区组排列。选择烟株50%花开时期打顶,同时抹去2 cm以上的腋芽,并于打顶后24 h内进行施药,药液用量均为20 mL/株,采用杯淋法施药。以人工抹杈作对照。

表1 不同处理的试验设计

编号	药剂	稀释倍数
T1	C ₂₀₋₂₂	10
T2	C ₂₀₋₂₂	50
T3	C ₁₆₋₁₈	10
T4	C ₁₆₋₁₈	50
T5	二甲戊灵	50
T6	二甲戊灵	100
T7	30%氟节胺	50
T8	30%氟节胺	100

每小区随机选择10株烟草,在施药后的7、14、21和30 d调查有效芽数(超过2 cm的活芽)。采活芽称重,计算抑芽效果及烟叶产量。

2 结果与分析

2.1 分散介质的选择

根据目前国内常用的油悬浮剂介质,主要从分散性、稳定性和倾倒性的角度进行评价,对比各个性能的优劣结果后,做出最终的选择,具体结果见表2。

表2 分散介质筛选

分散相	分散性	稳定性	倾倒性
油酸甲酯	良	可	良
脂肪酸甲酯	可	良	可
大豆色拉油	差	可	差
矿物油100#	良	良	良

油相载体对可分散油悬浮剂的性能影响较大,其选择主要考虑3点^[9]:(1)固体原药在油相载体中溶解度低,且化学稳定性好;(2)为保证原药在油相载体中高度分散,要求油相载体闪点高、毒性和挥发性低,且有足够黏度;(3)应具有较明显的增效作用,主要表现在制剂的黏度、稳定性、药效和安全性等方面。黏度过低,制剂在贮存过程中容易分层结

块 影响使用 ,黏度过高 ,不易倾倒 ,挂壁严重 ,给加工和使用带来困难。从表2可以看出 ,要保证制剂的性能 ,选用倾倒性和分散性好 ,且不影响米糠C₁₆₋₁₈化学稳定性的矿物油100#作为分散介质性价比最高。

2.2 乳化剂的选择

可分散油悬浮剂的乳化剂能保证制剂的分散性能合格 ,因此乳化剂的筛选也是合成制剂关键的一步。本试验中 ,乳化剂的用量与油悬浮剂的药效发挥程度以及制剂稳定性有着密切的联系 ,根据助

剂厂家的推荐用量和油悬浮剂开发经验 ,可分散油悬浮剂乳化剂一般用量15%左右。根据对所制备制剂的常温以及冷藏热储试验发现 ,乳化剂JFC-E , EL-20 ,LEP-10 ,BS-12 ,E1309 ,AEC-9H对于米糠C₁₆₋₁₈油悬浮剂的稳定性具有良好的改善。通过进一步试验发现 ,LEP-10、BS-12等作为乳化剂制备的制剂在热储时出现少量沉淀 ,EL-20与AEC-9H以质量比2:1复配 ,常温与热储冷藏14 d分层均匀无析出 ,性质稳定。结果见表3。

表 3 乳化剂种类的确定

乳化剂类型	乳化剂用量/%	25℃外观	(54±2)℃热储14 d	0℃冷藏7 d
E1309	15	分层	分层有沉淀	分层有沉淀
JFC-E	15	分层	分层有结晶	分层有结晶
BS-12	15	分层	分层有沉淀	分层有沉淀
LEP-10	15	分层	分层有沉淀	分层有沉淀
EL-20	15	分层	分层有沉淀	分层
AEC-9H	15	分层	分层有结晶	分层
EL-20+AEC-9H	10+5	分层	分层	分层

由于乳化剂用量不仅对制剂稳定型有着重要影响 ,还对其药效发挥起着关键作用 ,因此乳化剂用量的探究对于制剂的研究有着重要意义。通过试验发现 ,乳化剂加量为14%时冷藏后制剂有晶体析出 ,加量为16%时热储过程中制剂出现少量沉淀。通过对比发现 ,乳化剂加量为15%时最为合适 ,通过常温及热储和冷藏试验证明所制备的油悬浮剂外观均匀 ,无晶体析出 ,性能稳定。结果见表4。

表 4 乳化剂用量的确定

乳化剂用量/%	25℃外观	(54±2)℃热储14 d	0℃冷藏7 d
13	分层	分层	凝块且少量析晶
14	分层	分层	凝块且微量析晶
15	分层	分层	凝块
16	分层	分层且少量沉淀	凝块
17	分层	分层且少量沉淀	凝块

2.3 性能检测结果

2.3.1 热贮稳定性测定

综合上述各项筛选试验结果 ,确定了4%米糠C₁₆₋₁₈活性成分配方 :4%米糠C₁₆₋₁₈活性成分、10% EL-20、5% AEC-9H、矿物油100# 补足至100%。按照确定的最佳配方 ,分别检测54℃热贮前后的各项质量指标 ,其结果由表5可知 ,此配方4%米糠C₁₆₋₁₈可分散油悬浮剂各项指标均符合可分散油悬浮剂的标准要求。

2.3.2 冷贮稳定性测定

将上述样品称取50 g于50 mL透明瓶中 ,封口后放在-7℃冰箱中 ,于7 d后将其取出。其凝块为不流动一体 ,常温下3 h能恢复流动 ,过网筛检测无结晶析出 ,检测各项质量指标均为合格。

表 5 4%米糠 C₁₆₋₁₈ 可分散油悬浮剂各项指标检测结果

控制项目	米糠C ₁₆₋₁₈ 质量分数/%	米糠C ₁₆₋₁₈ 悬浮率/%	pH值	倾倒性		持久起泡性/mL	湿筛实验(通过75 μm)/%	
				倾倒后残余物/%	洗涤后残余物/%			
指标值	4±0.4	≥90	6.0~9.0	≤5.0	≤0.5	≤25	≥98	
实测值	常温	4	100	7.4	1.8	0.2	5	99
	热储	4	100	7.3	2.28	0.3	10	99
检测结果	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格	

2.4 米糠C₁₆₋₁₈对烟草腋芽的抑芽效果

2.4.1 米糠C₁₆₋₁₈对烟草腋芽的抑芽率影响

通过统计各烟株芽数 ,得出不同处理抑芽剂的抑芽率 ,可以看出米糠C₁₆₋₁₈活性成分抑芽剂对烟草

的腋芽具有一定的抑制效果。由表6可知 ,米糠C₁₆₋₁₈和C₂₀₋₂₂稀释10倍的抑芽效果在施药7 d后均达到93.2% ,高于市场常用抑芽剂二甲戊灵稀释50倍(72.7%)和氟节胺稀释50倍(75%)的抑芽率。在施药

14 d后,米糠C₂₀₋₂₂稀释10倍处理的抑芽率为80.3%,米糠C₁₆₋₁₈稀释10倍处理的抑芽率为77%,仍高于其他各处理的抑芽剂。施药21 d后,米糠C₂₀₋₂₂和米糠C₁₆₋₁₈抑芽剂的抑芽率分别为63.6%和69.7%,低于同期的二甲戊灵(87.9%)和氟节胺(84.8%)的抑芽率。施药30 d后,米糠C₂₀₋₂₂和C₁₆₋₁₈的抑芽率分为降为

47.91%和25%,远远低于二甲戊灵的83.33%和氟节胺的87.5%,这说明米糠C₁₆₋₁₈活性成分抑芽剂对烟草腋芽具有一定的抑制效果,同时米糠C₁₆₋₁₈抑芽剂为触杀型抑芽剂,因此导致施药前期抑芽率效果较好,但是药效维持时间短,大约为2周。由于不具有内吸性,此后药效基本失效。

表6 不同处理的抑芽率

编号	施药后7 d		施药后14 d		施药后21 d		施药后30 d	
	腋芽数/个	抑芽率/%	腋芽数/个	抑芽率/%	腋芽数/个	抑芽率/%	腋芽数/个	抑芽率/%
T1	0.3	93.2	1.2	80.3	1.2	63.6	2.5	47.91
T2	2.4	45.5	6.1		2.7	18.2	4.0	20.00
T3	0.3	93.2	1.4	77.0	1.0	69.7	3.6	25.00
T4	3.0	31.8	6.5		2.4	27.3	5.0	
T5	1.2	72.7	1.6	73.8	0.4	87.9	0.8	83.33
T6	1.1	75.0	1.4	75.4	0.4	87.9	1.1	82.22
T7	1.1	75.0	1.9	68.9	0.5	84.8	0.6	87.50
T8	1.0	77.0	2.3	62.3	0.7	78.8	0.8	83.33
对照	4.4		6.1		3.3		4.8	

为了解决米糠C₁₆₋₁₈活性成分药效维持期限短的问题,我们对米糠C₁₆₋₁₈的抑芽剂进行了2次施药试验。稀释倍数为10倍,2次施药间隔15 d,距离第1次施药30 d后的抑芽结果见表7。米糠C₁₆₋₁₈活性成分间隔15 d 2次施药,30 d后的抑芽率达到97.92%,说明米糠C₁₆₋₁₈除了持效期短外,确实具有较好的抑芽效果,同时其1次施药维持期限约为15 d,2次施药的抑芽时间接近烟草的整个生长周期,可以达到较好的抑芽效果。

表7 米糠C₁₆₋₁₈ 2次施药的抑芽率

编号	芽数	抑芽率
T1	0.1	97.92
T3	0.1	97.92
对照	4.8	

2.4.2 米糠C₁₆₋₁₈对烟草腋芽的抑芽效果影响

通过采样统计各烟株腋芽,称取芽鲜重,得出不同处理抑芽剂的抑芽效果,见表8。

表8 不同处理抑芽效果

编号	施药后7 d		施药后14 d		施药后21 d		施药后30 d	
	腋芽鲜重/g	抑芽效果/%	腋芽鲜重/g	抑芽效果/%	腋芽鲜重/g	抑芽效果/%	腋芽鲜重/g	抑芽效果/%
T1	0	100.00	18.629	89.51	5.288	58.46	20.67	60.52
T2	3.546	53.35	89.603	49.55	5.952	53.24	48.58	7.22
T3	0	100.00	15.164	91.46	5.392	57.64	14.22	72.84
T4	3.032	60.12	129.167	27.28	6.250	50.90	47.08	10.08
T5	0.432	94.32	4.344	97.55	5.738	54.93	6.97	86.69
T6	0.354	95.34	7.339	95.87	8.065	36.65	10.89	79.20
T7	0.430	94.34	11.825	93.34	1.984	84.41	3.97	92.42
T8	0.656	91.37	18.380	89.65	3.629	71.49	9.27	82.30
对照	7.602		177.642	0	12.730	0	52.36	0

通过表8可知,由于米糠C₁₆₋₁₈对腋芽的触杀效果,施药7 d后对烟株的抑芽效果达到100%,施药14 d

后米糠C₁₆₋₁₈和C₂₀₋₂₂的抑芽效果分别达到91.46%和

氟烯菌酯的抗药性风险为中至高等水平^[15-17],建议不要单独使用^[18]。480 g/L 氟烯菌酯·戊唑醇 SC 随用药量的增加防效提高。灌浆中后期喷施药剂对小麦赤霉病防效影响较小。

参考文献

- [1] 喻大昭. 麦类赤霉病研究进展[J]. 植物保护, 2009, 35(3): 1-6.
- [2] 吴佳文, 杨荣明, 朱凤, 等. 2015年江苏省小麦赤霉病发生特点与防控对策探讨[J]. 2015, 35(10): 31-35.
- [3] 张洁, 伊艳杰, 王金水, 等. 小麦赤霉病发生危害形势及防控对策[J]. 中国植保导刊, 2014, 34(1): 24-28.
- [4] 陈然, 李俊凯, 李黎, 等. 小麦赤霉病生物防治研究进展 [J]. 河南农业科学, 2014, 43(12): 1-5.
- [5] 陈云, 王建强, 杨荣明, 等. 小麦赤霉病发生危害形势及防控对策[J]. 植物保护, 2014, 43(5): 11-17.
- [6] 汤露平, 邹利军, 沈丹锋, 等. 江苏宜兴地区小麦赤霉病重发原因及防控对策[J]. 中国植保导刊, 2017, 36(9): 40-43.
- [7] 蒋正宁, 吕国锋, 王玲, 等. 扬麦品种(系)赤霉病抗扩展性基因分子检测及其抗性评价[J]. 麦类作物学报, 2019, 39(12): 1406-1415.
- [8] 陈文华, 殷宛超, 武德亮, 等. 小麦赤霉病生物防治研究进展[J]. 江苏农业科学, 2020, 48(4): 12-18.
- [9] 陈培红, 秦建华, 伏进, 等. 新型杀菌剂氟唑菌酰胺对小麦赤霉病的防治效果[J]. 江苏农业科学, 2020, 48(3): 130-132.
- [10] 关云飞, 孙克, 张敏恒. 丙硫菌唑合成方法述评[J]. 农药, 2014, 53

(9): 696-698.

- [11] PARKER J E, WARRILOW A G, COOLS H J, et al. Mechanism of binding of prothioconazole to *Mycosphaerella Graminicola* CYP51 differs from that of other azole antifungals[J]. Applied and Environmental Microbiology, 2011, 77(4): 1460-1465.
- [12] 马芝超, 张蒙蒙, 申国富, 等. 丙硫菌唑的合成研究[J]. 现代农药, 2017, 16(4): 15-17.
- [13] 吴佳文, 陆彦, 王开峰, 等. 多种杀菌剂对小麦赤霉病及其DON毒素的防效[J]. 中国植保导刊, 2018, 38(9): 62-67.
- [14] 张承启. 新型杀菌剂氟烯菌酯对禾谷镰刀菌的作用机制研究[D]. 杭州: 浙江大学, 2016.
- [15] ZHANG Z T, HOU Y P, CAI Y Q, et al. Whole-genome sequencing reveals that mutations in myosin-5 confer resistance to the fungicide phenamacril in *Fusarium graminearum*[J]. Scientific Reports, 2015, 5: 8248.
- [16] CHEN Y, ZHOU M G. Characterization of *Fusarium graminearum* isolates resistant to both carbendazim and a new fungicide JS399-19[J]. Phytopathology, 2009, 99: 441-446.
- [17] ZHANG Y, CHEN W C, SHAO W Y, et al. Molecular, biological and physiological characterizations of resistance to phenamacril in *Fusarium graminearum*[J]. Plant Pathology, 2017, 66(9): 1404-1412.
- [18] 谷春艳, 潘锐, 白扬, 等. 7种杀菌剂对小麦赤霉病菌的室内毒力及田间防效比较[J]. 现代农药, 2020, 19(5): 39-42.

(责任编辑:高蕾)

(上接第 59 页)

89.51%, 抑芽效果优于二甲戊灵和氟节胺的抑芽效果;当施药21 d和施药30 d后,米糠C₁₆₋₁₈的抑芽效果已经低于二甲戊灵和氟节胺。这一结果与试验中抑芽率的结果相一致,再一次证明米糠C₁₆₋₁₈的持效期约为2周。

3 结 论

试验探究了米糠C₁₆₋₁₈活性成分烟草抑芽油悬浮剂的制备,并通过试验筛选出合适的分散介质、乳化剂配比与用量。EL-20与AEC-9H以质量比2:1复配作为表面活性剂,在制剂中用量为15%;以矿物油100#作为分散介质,在制剂中用量为81%。按照该配方所制备的油悬浮剂外观均匀,性能稳定,同时该配方生产的可分散油悬浮剂生产工艺简单、配制方便、质量可靠,具有良好的实用价值。将所制备的油悬浮剂应用于对烟草腋芽抑制性能研究,通过试验证明4%米糠C₁₆₋₁₈油悬浮剂对烟草腋芽的抑制具有优异的速效性。

参考文献

- [1] 戴权. 环保型农药制剂的发展思路[J]. 安徽化工, 2006, 32(3): 45-46.
- [2] 张宗俭, 张鹏. 可分散油悬浮剂(OD)的加工技术与难点分析[J]. 农药, 2016, 55(6): 391-395.
- [3] 曹基发. 37%五氟磺草胺·氟氟草酯·二氯喹啉酸可分散油悬浮剂防治水稻直播田杂草药效试验[J]. 安徽农学通报, 2018, 24(14): 85-87.
- [4] 王毅, 滕春富, 王术科, 等. 几种烟草抑芽剂搭配施用的抑芽效果[J]. 山东农业科学, 2012, 44(4): 91-94.
- [5] 刘雪源, 刘湘平. 烟草化学抑芽剂开发研究[J]. 湖南农业科学, 1992, 122(5): 38-39.
- [6] 马丽先. 植物生长调节剂在烤烟上的试验及应用[J]. 中国烟草, 1983(3): 34-35.
- [7] 范鸿华, 齐文刚, 刘文通. 油悬浮剂分散剂的制备及性能研究[J]. 现代农药, 2013, 12(4): 24-25.
- [8] 华乃震. 农药可分散油悬浮剂的进展、加工和应用[J]. 现代农药, 2014, 13(3): 1-4; 16.
- [9] 赵康, 赵志岩, 赤国彤. 20%噻虫嗪油悬浮剂的研制[J]. 安徽农业科学, 2012, 40(6): 3345-3346; 3590.

(责任编辑:高蕾)