

植物化学保护 实验技术导论

吴文君 编著

陕西科学技术出版社

植物化学保护实验技术导论

吴文君 编著

陕西科学技术出版社

植物化学保护实验技术导论

吴文君 编著

陕西科学技术出版社出版发行

(西安北大街131号)

临潼文华印刷厂印刷

787×1092毫米 32开本 10.75印张 225千字

1988年3月第1版 1988年3月第1次印刷

印数：1—3000

ISBN 7—5369—0266—2/S·30

定价：2.80元

前 言

现代科学所取得的一切重大成果，多数是基于研究方法和实验技术新的突破。植物化学保护各领域的现代理论和新技术在植物保护事业上的广泛应用，对我国的农业现代化建设正在作出越来越大的贡献。尽管二十多年前，就有《杀虫药剂的毒力测定》及《杀虫剂及杀菌剂的生物测定》两本著作问世，但迄今尚未有一本系统地介绍植物化学保护试验研究方法的读物。为此，编著者编写此书，想以较短的篇幅，系统地介绍植物化学保护各主要领域的实验技术和研究方法，力求反映这些领域中当前国内外的最新进展。

全书共分十章。除介绍杀虫剂、杀菌剂及除草剂生物测定；农药主要剂型的实验室加工及质量检测；喷雾质量测定；抗性监测及生化机制分析；农药混用及大田药效评价等方面的实验技术和方法外，为适应当前日益活跃的以天然产物作为害虫控制剂的开发研究的形势，还编写了“植物性杀虫剂的开发利用”一章。

严格地讲，本书是许多人的劳动成果。张宗炳教授、赵善欢教授、樊德方教授、曹本钧教授、龚坤元研究员、屠子钦研究员、张泽溥研究员、上海昆虫研究所和上海植物生理研究所的有关专家及其它中、外专家，对本书中述及的许多实验技术都有过卓越贡献，编著者只不过是结合自己的工作经验和体会，将这些成果作了较系统的叙述。“我们从他人

的花丛中采集一束，而连结它们的线却是我们自己的。”书中的大部分章节，编著者在植物化学保护实验课教学中曾向植物保护专业的学生讲授过。

值此书出版之际，编著者谨向审阅本书部分章节的汪世泽教授；为本书的写作做了大量准备工作的曹高俊同志；对本书中涉及的昆虫生理生化技术问题提出宝贵意见的刘惠霞同志以及为本书绘图的徐芳玲同志致谢，向本书中引用其著述的中、外作者们致谢。

由于编著者的学识水平有限，特别是植物化学保护实验技术涉及的学科很多，书中无疑有不少错误和不妥之处，热忱欢迎读者及各方面的专家批评指正。

吴文君

一九八七年九月于西北农业大学

目 录

第一章 农药主要剂型的实验室加工及主要质量指标的检测	(1)
一、粉剂的加工及质量检测.....	(2)
二、可湿性粉剂的加工及质量检测.....	(8)
三、乳油的配制及质量检测.....	(12)
四、烟剂的加工及质量检测.....	(15)
五、粒剂的加工.....	(21)
第二章 喷雾质量指标测定	(24)
一、雾滴分布.....	(24)
二、雾滴直径测定.....	(27)
三、沉积量的测定.....	(37)
第三章 杀虫剂室内生物测定	(43)
一、杀虫剂室内生物测定的内容.....	(43)
二、标准试虫及其饲养.....	(45)
三、毒力测定统计分析的基本原理.....	(51)
四、求 LD_{50} 或 LC_{50} 的方法.....	(57)
五、触杀毒力测定.....	(68)
六、胃毒毒力测定.....	(83)
七、内吸毒力测定.....	(89)
八、熏蒸毒力测定.....	(92)

九、杀虫剂毒力测定中的几个问题·····	(94)
十、保幼激素及其类似物的活性测定·····	(96)
十一、抗蜕皮激素的活性测定·····	(100)
十二、昆虫性外激素的活性测定·····	(102)
十三、昆虫拒食剂活性测定·····	(108)
十四、昆虫忌避剂活性测定·····	(117)
第四章 杀菌剂室内生物测定·····	(123)
一、孢子萌发法·····	(125)
二、含毒介质培养法·····	(133)
三、盆栽试验法·····	(146)
第五章 除草剂室内生物测定·····	(157)
一、除草剂生物测定原理·····	(157)
二、除草剂的生物测定方法·····	(158)
三、影响除草剂生物测定结果的因素·····	(170)
四、除草剂生物测定技术的应用·····	(173)
第六章 害虫抗药性测定及抗性机制分析·····	(181)
一、害虫抗药性的监测·····	(182)
二、害虫抗药性生化机制分析·····	(189)
第七章 农药混用的研究·····	(214)
一、农药混合时理化性质的改变·····	(216)
二、农药混用后生物活性的改变·····	(218)
三、混用的成本分析·····	(225)
第八章 农药残留量分析·····	(228)
一、农药残留量分析方法·····	(228)
二、农药残留量分析的应用·····	(263)
第九章 植物杀虫剂的开发利用技术·····	(269)

一、植物杀虫剂的直接开发	(270)
二、植物杀虫剂的间接开发	(273)
三、有效成分的结构鉴定	(289)
第十章 田间药效检查与评判	(302)
一、杀虫剂田间药效检查	(303)
二、杀菌剂的田间药效检查与评判	(310)
三、除草剂的药效检查与评判	(316)
附录	(322)
一、农药的Beroza P值	(322)
二、溶剂的性质	(235)
三、生化缓冲液配制	(327)
四、 X^2 值表	(330)
五、机率值与死亡百分率换算表	(330)
六、机率值与权重系数关系表	(331)
七、最小校正机率值及距	(332)

第一章 农药主要剂型的实验室加工及主要质量指标的检测

大多数农药不经加工都不能直接在农作物上使用。这是因为现代农药单位面积上有效成分的用量很少，每亩地往往只需几十克、几克甚至不到1克，如不加以稀释，就难以均匀地将它撒布到大面积土地上。施用农药时，还要求农药能均匀地附着在作物上或虫体上，所以还必须通过加工加入一些辅助剂以增加其湿展、粘着性能。此外，通过农药加工还可以延长农药的残效期，或将高毒的农药通过加工，使之成为低毒的施用剂型。总之，为了安全、经济、有效地使用农药，必须把原药加工成各种制剂，如粉剂、乳油等。一种农药原药究竟加工成什么剂型，一方面取决于该农药的理化性质，如敌敌畏原油，极易挥发，一般就加工成乳油，而不加工成粉剂或粒剂；另一方面又取决于防治对象和生物环境，如用某种杀菌剂防治大田植物病害，往往采用喷雾的施药方法，这就要求加工成乳油或可湿性粉剂，但如果防治温室的植物病害，则可采用放烟的施药方法，这就需要将杀菌剂加工成烟剂。

在化学防治实践中，在科学研究中，有时需要针对某一作物，或某一生长期的某种防治对象，提供一种合适的农药剂型，而又没有现成的该种农药制剂出售，这就需要自行在室内进行小加工以提供小量的这种制剂供试验。此外，我们

对新合成的或从天然产物提取的有效组分进行毒力测定或小区防效试验，特别是农药混剂的研制，必须将供试农药加工成适当的剂型。本章介绍粉剂、可湿性粉剂、乳油、粒剂及烟剂五种主要农药剂型的实验室小加工方法及对这些剂型的最主要的质量指标的检测方法。当然，这些检测方法也适合于对商品农药制剂的质量检测。

一、粉剂的加工及质量检测

粉剂是我国最重要的加工剂型。据1981年统计，我国粉剂产量在100万吨以上，约占农药各种制剂总吨位的三分之二。国外，如美国，粉剂产量逐年下降，粉剂已经很少直接用于喷粉了，这是因为粉剂喷粉时易产生粉粒飘失，从而加重环境污染。

(一) 加工方法

粉剂通常由原药和填料组成。除拌种粉剂外，一般喷粉粉剂的有效成分含量比较低，大多在3%以下，有机氯，如六六六，则有6%的粉剂。粉剂的加工方法比较简单，实验室内通常采用直接粉碎法和浸渍法。

1. 直接粉碎法 如果原药是易于破碎的固体，如六六六原粉或乐果粗结晶，实验室内可用直接粉碎法。按预先设计的有效成份含量，将原药和填料按一定比例进行粗粉碎，然后再用小型球磨机研磨混合均匀即成。

2. 浸渍法 如果原药是油状、膏状或蜡状，则可用浸渍法加工。按事先设计好的有效成分含量，计算好原药和

填料用量。将原药溶解于一种对人比较安全，且易于挥发的溶剂中（常用丙酮），用小型喷雾器喷在研磨好的填料上，边喷边拌和，最后用同种溶剂洗涤喷雾器，一并喷到填料上。在通风橱中待溶剂挥发；然后放入球磨机研磨一段时间，目的在于充分混合均匀。

和直接粉碎法相比，浸渍法有两个优点。其一是浸渍法中有效成份浸入载体中，分布均匀，（载体）粒子的大小就决定了有效成份的分散度；而直接粉碎法中，原药和填料是机械的混合，粉粒的细度不能真实的代表农药的分散度。其二是加工混合粉剂而混合成份中有的原粉，有的是原油时，采用浸渍法加工就比直接粉碎法方便得多。

填料的选择十分重要。粉剂加工中，填料的主要使用目的是稀释作用，使少量的有效成分能喷洒均匀，并能覆盖较大面积。常用的填料有粘土、高陵土、硅藻土和滑石粉等。对一般喷粉粉剂来说，粘土即符合要求；硅藻土为单细胞硅藻的氧化硅外壳残留物，结构细微多孔，因而有高度的吸附性能，农药加工中，硅藻土常用来改善粉剂的物理性状，如防止絮结或增强流动性能，硅藻土适合作高浓度粉剂或可湿性粉剂的填料；滑石粉比重较大，吸附能力低，很适合加工飞机喷洒的粉剂，以增加沉降率和减少飘失；高陵土也是粉剂加工中良好的填料，特别是细微高陵土粉粒絮结成的团粒在喷洒过程中可被气流及时分散这一点使其在粉剂加工中占有重要地位。

这里要特别指出的是，填料的比重在一些植物药（如用植物的根皮、叶等）的粉剂加工中尤为重要。由于在市场上容易买到滑石粉，因而就将植物药粉碎后和滑石

粉拌和均匀。但如上所述，滑石粉比重较大，一般植物材料比重较小，因而在喷洒过程中会产生某种程度的“农药”和“填料”分离的现象，从而影响防治效果。植物杀虫剂的粉剂加工，其填料最好是选用花生皮粉或其它易粉碎的植物材料作镇料，以求有相似的比重。

填料的其它特性的选择，如PH值、成分（特别是含铁量）、硬度、电荷等，请参考北京农业大学农药教研组编的“农用药剂学”及其它有关专著。

例：苦皮藤粗提物粉剂的加工方法

杀虫植物苦皮藤 (*Celastrus angulata* Max.) 根皮粉对菜青虫有良好的防治效果。为了比较苦皮藤有效成分粗提取物不同加工剂型（粉剂和乳油）的田间防效，需要自行加工苦皮藤粗提物粉剂。

称取苦皮藤根皮的乙醚提取物（呈膏状）25克，溶于100毫升丙酮；称取市售滑石粉（通过200目标准筛）475克，放在搪瓷盆中。用手持小型喷雾器将提取物的丙酮溶液小心地喷布到滑石粉上，边喷边拌和，最后以10毫升丙酮洗喷雾器，一并喷到滑石粉上。放置24小时，多次翻拌。待丙酮挥发，转入小型球磨机，研混4小时，即成5%苦皮藤粗提物粉剂。

（二）粉剂质量检测

我国对粉剂规定的质量标准是95%通过200目标准筛，平均粒径30微米，PH 5~9，水分含量低于1.5%。其中粉粒细度是重要的质量指标。实践证明，在杀虫剂中，最有效的是直径小于20微米的细药粒。一般来说，这样的细药粒越多，防治效果就越好。这些细药粒作为触杀剂可增加药剂和虫体

的接触面积，有利于药剂穿过昆虫体壁；若作为胃毒剂，则易被昆虫吞食，在消化道易被溶解吸收。在杀菌剂中，由于病原菌本身并不运动，这就要求杀菌剂有良好的复盖和附着，因此，粉粒细度对杀菌剂效力的影响更大。当然，也不是说粉粒越细越好，在田间喷粉作业过程中，由于气流的影响，粉粒太细，就不容易沉积，从而引起飘失。

测定粉粒细度的方法很多。如果仅要检验所加工的粉剂是否合乎规定的标准，则可采用筛析法：

称取10克左右的样品（准至0.1克）置于250毫升烧杯中，加入约100毫升自来水和几滴洗涤剂（作湿润剂用），边用玻棒搅拌边倾入200目标标准筛中，并将杯中残留物全部洗入标准筛。在水龙头下用稍猛烈的水流在振动下冲洗样品5分钟（注意，标准筛不要离水龙头出水口太低，以免将样品溅出筛外），将筛中残留物转移至称重的玻璃过滤坩埚过滤，70℃烘箱中烘至恒重。

$$\text{通过200目标标准筛粉粒 \%} = \frac{\text{样品重} - \text{残渣重}}{\text{样品重}} \times 100$$

如果粉粒遇水膨胀或某些成分溶于水，则应采用下述干筛法：

称取约20克样品（准至0.1克），分散在200目标标准筛上，装上筛底和筛盖。振筛10分钟，打开筛盖，用毛笔轻轻刷开形成的团粒，称残渣重量后，盖上筛盖再筛10分钟，如此反复几次，直到筛中残渣重量比前一次减少的重量小于0.1克为止。同前面的筛析法一样计算通过200目筛的粉粒的百分数。

筛析法简单易行，常用于粉剂加工质量控制。但筛析法

有两个明显的缺点。第一，如果粉剂采用直接粉碎法加工，不能保证直径大于74微米（即不能通过200目筛子的粒子）药剂粉粒和填料粉粒的分配频率是相同的。如甲乙两种粉剂，虽然都恰好只有5%的粒子不能通过200目筛，但甲粉剂中未通过200目筛的粒子中，农药占2%，而乙粉剂中未通过200目筛的粒子中，农药占1%，这样，粉剂甲的质量就不如粉剂乙，因为真正对防治对象起作用的是药剂本身而不是填料。如果采用浸渍法加工，由于药剂是均匀地浸入粉粒，因而不存在此问题。第二，筛析法无法知道通过200目筛的这一部分粉粒中不同粒径的分布频率。如前所述，真正有较好防治效果的应是超筛目部分（习惯上将通过325目筛、粒径小于44微米的即称超筛目部分），特别是小于20微米的那部分粉粒。虽然甲、乙两种粉剂都通过了200目筛，但甲通过200目筛的这部分粉粒中，超筛目部分占40%，而乙却只占20%，显然粉剂甲的质量远优于粉剂乙。要测定不同粒径范围的分布频率（即粒径谱），最常用的有液相沉降吸管法。

液相沉降吸管法测定粉粒细度的原理如下：样品分散悬浮在沉降管内某一合适介质中（此介质对样品具有湿润性，但不起溶解和化学作用）。处于沉降管一定高度（ H ）的悬浮液浓度的变化是由于沉降速度大于 $\frac{H}{t}$ 的颗粒，经过 t 时间后均已下沉而引起的。如果已知悬浮粉粒在开始沉降时的浓度及经 t 时间后在深度 H 处的浓度，就可计算出沉降速度小于 $\frac{H}{t}$ 的颗粒含量。再经不同时间 t_1 、 t_2 、 t_3 ……等沉降时间后，

依次测定悬浮液的浓度，这样就得到颗粒各个级分的分布。吸管法是借助于零时吸取液的烘干重量（零试样）和 t 时吸取液的烘干重量之比求出某级分含量。计算式如下：

$$\text{等于或小于某一颗粒直径 } D \text{ 的 } \% = \frac{t \text{ 时吸取样品干重量}}{\text{零试样重量}} \times 100 \quad (1)$$

根据Stokes公式可求出在 t 沉降时间小于或等于某一颗粒直径 D 。

$$\text{Stokes公式} \quad V = \frac{2}{9} \cdot \frac{d_1 - d_2}{\eta} \cdot gr^2 \quad (2)$$

η ：液体介质的粘度系数；

d_1, d_2 ：试样和液体介质比重；

V ：沉降速度；

r ：颗粒半径；

g ：重力加速度。

$$D = 2 \sqrt{\frac{4.5 \eta H}{(d_1 - d_2) g \cdot t}} \quad (3)$$

液体沉降吸管法的具体测定步骤如下：

称取4克样品，准至0.001克。放入250毫升烧杯中，加入100—150毫升蒸馏水并加0.05M的 $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ 水溶液（作分散剂）10毫升，搅成悬浮液后转入—200毫升、刻度高为20厘米的具塞量筒，加水至200毫升刻度处，摇匀后放入 20 ± 1 ℃的恒温水浴中平衡温度20分钟，取出量筒，上下颠倒15次，放下量筒，用抽液装置立即抽出上部3厘米高的液柱，盛于50毫升已知重量的烧杯中（抽液应在15~20秒内完成）。将烧杯中的水悬液蒸发除去水分并烘至恒重，即为零试样重量。

再将量筒颠倒15次，重新放回水浴中沉降。根据预先按（3）式计算的欲测颗粒直径所需的沉降时间，到时吸取上部3厘米液柱，以后的步骤与零试样实验相同。例如，欲测等于或小于10、20、44、74微米直径的颗粒的各级分含量，依（3）式可算出其沉降时间分别为19.1分、3.8分、47秒、16秒（设粉剂比重为1.6克/厘米³、20℃时水的粘度系数为0.01泊，沉降高度3厘米，水比重1克/厘米³）。按（1）式就可分别求出等于或小于10、20、44、74微米直径的颗粒的各级分含量，即各级颗粒细度的分布情况。

最后可求出粉粒的平均直径D：

$$D = \frac{\sum nd}{\sum n}$$

d为某级分细度的粉粒直径，n为分布频率，即各级分含量。

液相沉降吸管法仪器简单，操作方便，既可求出粉粒的平均直径，又可了解各级颗粒细度的分布情况。

此外，还有显微镜检查法，即在低倍显微镜下直接测量粉粒直径。此法虽然最准确，但逐个测量数百个粉粒直径，太费时间，在一般粉粒细度检测中很少采用。

二、可湿性粉剂的加工及质量检测

和粉剂相比，可湿性粉剂的药效较高，在植物上有较强的附着能力，施用飘失较少，因而可湿性粉剂也是重要加工剂型之一。

(一) 加工方法

可湿性粉剂一般由原药、填料、湿润剂组成。湿润剂可采用纸浆废液烘干固体物、茶枯、皂角或人工合成湿润剂。实验室内可湿性粉剂加工一般采用粉碎混合法。如30%甲基托布津可湿性粉剂的加工：将95%甲基托布津原粉、粘土、茶枯分别在球磨机中粉碎，通过200目筛。按甲基托布津32%、茶枯10%、洗衣粉（市售）2%、粘土56%的比例混和，再放入球磨机内研混2小时即成30%的甲基托布津可湿性粉剂。

(二) 质量检测

我国可湿性粉剂的质量指标规定为：99.5%通过200号筛目，粉粒平均直径为25微米，被水湿润的时间小于15分钟，悬浮率一般在28~40%范围内，PH 5~9，含水量不大于2.5%。其中，湿润性能和悬浮率是最主要的质量指标。

1. 湿润性能的测定(铜圈法) 铜圈内径50毫米、边宽6毫米、边厚2毫米。取圆形滤纸一张置于平坦的塑料板上。放上铜圈后，将一个100目的筛网放在铜圈上，使可湿性粉剂通过筛网均匀落入铜圈内，填满铜圈。移去筛网，用一平口刮刀将高出铜圈的粉刮去，轻轻取出铜圈，在滤纸上就留下一块扁圆形的粉饼。另外预先准备好一只水浴，水温调节到25℃。放上一个40目的筛网，使水面刚好与筛网网面平齐而不溢出网眼（筛孔内充满水而筛网的筛线刚露出水面）把上述载有扁圆形粉饼的滤纸小心地移置到水浴上的筛网上，当滤纸被水湿润时开始计算时间，直到粉饼表面全部湿润为止，记录