

狼毒残渣加工生物药肥颗粒剂方法的初步研究

李建军¹, 张海英¹, 郭建国¹, 吕和平²

(1. 甘肃省农业科学院植物保护研究所, 甘肃 兰州 730070;

2. 甘肃省农业科学院马铃薯研究所, 甘肃 兰州 730070)

摘要: 为了探索狼毒残渣资源化利用的有效方法, 为狼毒生物药肥颗粒剂产品开发提供参考, 在狼毒残渣中加入填料(凹凸棒土)、粘结剂(甲基纤维素)和赋活剂(复硝酚钠), 喷洒适量清水搅拌均匀后采用挤压造粒法进行狼毒生物药肥颗粒剂试制。在试制过程中对各种成分用量进行对比分析, 并根据检测指标对制成的颗粒剂产品进行评价。结果表明, 狼毒生物药肥颗粒剂最佳加工配方为狼毒废弃残渣 50.000 0%、赋活剂(复硝酚钠) 0.012 5%、填料(凹凸棒土) 23.000 0%、粘结剂(甲基纤维素) 2.000 0%、水 24.987 5%。该配方制成的狼毒生物药肥颗粒完全符合药肥颗粒剂质量指标要求, 其性质稳定, 便于贮藏和运输, 可实现对狼毒残渣的完全利用。

关键词: 狼毒残渣; 生物药肥; 颗粒剂; 加工配方

中图分类号: S38; S482

文献标志码: A

文章编号: 2097-2172(2023)02-0181-04

doi:10.3969/j.issn.2097-2172.2023.02.018

Preliminary Study on the Processing Method of Biogenic Medicinal Fertilizer Granules using *Stellera chamaejasme* Residues

LI Jianjun¹, ZHANG Haiying¹, GUO Jianguo¹, LÜ Heping²

(1. Institute of Plant Protection, Gansu Academy of Agricultural Sciences, Lanzhou Gansu 730070, China;

2. Potato Research Institute, Gansu Academy of Agricultural Sciences, Lanzhou Gansu 730070, China)

Abstract: To provide the basis for the effective utilization of *Stellera chamaejasme* residues, the processing method of *Stellera chamaejasme* biogenic medicinal fertilizer granules were investigated. The filler, binder and activator were added to the *Stellera chamaejasme* residues, and a certain amount of water was sprayed into the mixture while stirring to apply the extrusion granulation process for the production of *Stellera chamaejasme* biogenic medicinal fertilizer granules. The dosage of components was analyzed during the trial and the products of the granules were evaluated according to the test indexes. The results showed that the best formula compositions of *Stellera chamaejasme* biogenic medicinal fertilizer granules were compound sodium nitrophenolate, attapulgit, methyl cellulose and water at the proportion of 50.000 0%, 0.012 5%, 23.000 0%, 2.000 0% and 24.9875%, respectively. The granules made by the formula met the requirements of granules indexes, it had stable properties and was easy to be stored and transported. And this method could realize the complete utilization of *Stellera chamaejasme* residues.

Key words: *Stellera chamaejasme* residue; Biogenic medicinal fertilizer; Granule; Processing formula

瑞香狼毒(*Stellera chamaejasme* Linn)属瑞香科狼毒属, 是我国危害草地最重的多年生有毒植物之一。关于瑞香狼毒的研究, 主要集中在活性成分的分鉴定^[1-4]、提取工艺优化、临床药理^[5-12]、生物活性方面^[4, 13-20]。有研究发现, 狼毒残渣含有大量有机质和锌、锰、铁、钙、铜等微量元素, 在合理的施用剂量下不仅对小麦、玉米有肥效作用, 而且对蔬菜根结线虫也有较好的防治作用^[21],

有很高的再利用价值。瑞香狼毒残渣为絮状纤维, 刺激性强, 不便存储和运输, 直接施用不仅会对作业人员产生强烈刺激, 而且极易污染环境, 因此, 将其加工成颗粒剂, 不仅便于贮存和运输, 而且可减轻对作业人员的刺激, 同时可大幅提高其利用率。基于此, 公益性行业(农业)科研专项(201503125-06)团队对该狼毒残渣进行了颗粒化研究, 旨在筛选出狼毒残渣生物药肥的最佳加工

收稿日期: 2022-08-10; 修订日期: 2022-10-25

基金项目: 公益性行业(农业)科研专项经费项目(201503125-06); 甘肃省农业科学院重点研发计划(2022GAAS47)。

作者简介: 李建军(1977—), 男, 甘肃天水人, 副研究员, 研究方向为农作物及中药材病虫害防治研究。Email: gsjianjun@163.com。

通信作者: 吕和平(1965—), 男, 山东莱西人, 研究员, 研究方向为农作物病虫害防治及农药复配制剂研发。Email: lhaping@qq.com。

配方, 以期为狼毒残渣及其类似废弃物的开发利用提供技术支持。

1 材料与方法

1.1 供试材料

供试狼毒残渣为狼毒根茎用乙醇提取有效成分后的剩余物(甘肃国力生物科技开发有限公司提供), 供试粘结剂为甲基纤维素(河南天盛化学工业有限公司生产), 供试填料为凹凸棒土(兰州大地生物工程材料有限公司生产), 供试赋活剂为复硝酚钠(安阳全丰生物科技有限公司生产)。

1.2 试验方法

采用挤压造粒法进行颗粒剂试制。将赋活剂复硝酚钠 300 g 与狼毒残渣的推荐用量(1 200 kg)进行混合, 分别加入 480.0、504.0、528.0、576.0、600.0 kg 的凹凸棒土, 使之充分混合均匀, 根据混合效果筛选出合适的凹凸棒土用量。然后在凹凸棒土最佳用量的混合物中分别加入 24.0、36.0、48.0、60.0 kg 的甲基纤维素, 将这些混合物在搅拌装置中边搅拌边喷洒定量清水, 使之形成适合于挤压造粒的均匀松散状混合物, 再把混合物倒入造粒机进行颗粒剂制备, 依据造粒效果筛选粘结剂的适合用量。最后, 根据对造出颗粒剂的检测结果, 获得加工狼毒生物药肥颗粒剂配方组分。

1.3 样品检测

对成品颗粒剂的外观、成形性、脱落率、水溶性、溶解性、含水量、pH 等指标进行检测, 评价其形状是否稳定、合格。

1.3.1 外观 松散的颗粒, 无可见的外来物和硬块, 基本无粉尘为合格。

1.3.2 溶化性测定 称取 10 g 颗粒剂, 加水 20 倍, 搅拌均匀, 待颗粒剂全部溶化, 记录溶化时间。

1.3.3 脱落率 测定采用滚动法测定脱落率。将 20 g 预先过筛的试样装入滚动器的滚筒内, 以 8 r/min 的速度滚动 15 min 后倒出试样, 再用原筛子

筛 10 min, 称得筛上重量, 计算脱落率。

1.3.4 pH 测定 称取 1 g 试样于 100 mL 烧杯中, 加入 100 mL 水, 剧烈搅拌 1 min, 静置 1 min, 用酸度计测其 pH。至少平行测定 3 次, 测定结果绝对差值应小于 0.1, 取算术平均值为该试样的 pH。

1.3.5 含水量测定 采用干燥失重法测定。

1.3.6 溶解性 分别取用不同粘结剂用量配方制成的颗粒剂 5 g, 加水至刚好淹没, 静置 2 h 后, 观测成品颗粒剂溶解度。

2 结果与分析

2.1 赋活剂用量

复硝酚钠是一种强力细胞赋活剂, 为广谱型植物生长调节剂, 可增强细胞活力、加速植株生长、强根健苗、保花保果、提高抗逆能力。田间用于基肥或追肥的推荐用量为 150~300 g/hm²。因此本试验复硝酚钠用量选用 300 g, 狼毒残渣推荐用量为 1 200 kg/hm², 复硝酚钠与狼毒废渣的质量比为 1:4 000。

2.2 填料用量对造粒效果的影响

从表 1 可知, 在供试凹凸棒土不同用量水平下, 当凹凸棒土用量为 480.0、504.0、528.0 kg 时, 分别与 1 200 kg 狼毒残渣混合均匀后, 狼毒残渣均有少量剩余; 当凹凸棒土用量为 552.0 kg 时, 与 1 200.0 kg 狼毒残渣混合均匀后二者均无剩余, 刚刚合适; 当凹凸棒土用量为 576.0 kg 时, 与 1 200.0 kg 狼毒残渣混合均匀后, 凹凸棒土有少量剩余; 当凹凸棒土用量为 600.0 kg 时, 与 1 200.0 kg 狼毒残渣混合均匀后, 凹凸棒土有大量剩余。因此可见, 凹凸棒土与 1 200.0 kg 狼毒残渣混合的适宜用量为 552.0 kg, 凹凸棒土与狼毒残渣质量比为 1:2.174, 质量占比为 23%。

2.3 粘结剂用量对造粒效果的影响

对于植物纤维而言, 粘结剂的使用对造粒效果影响很大。为获得合适的粘结剂用量, 在配方

表 1 不同配比的凹凸棒土与狼毒残渣的混合效果

凹凸棒土用量 /kg	凹凸棒土质量占比 /%	狼毒残渣用量 /kg	狼毒残渣质量占比 /%	混合效果
480.0	20	1 200.0	50	两者均匀混合后, 狼毒残渣有少量剩余
504.0	21	1 200.0	50	两者均匀混合后, 狼毒残渣有少量剩余
528.0	22	1 200.0	50	两者均匀混合后, 狼毒残渣有少量剩余
552.0	23	1 200.0	50	两者均匀混合后, 无剩余
576.0	24	1 200.0	50	两者均匀混合后, 凹凸棒土有少量剩余
600.0	25	1 200.0	50	两者均匀混合后, 凹凸棒土有大量剩余

中狼毒残渣与凹凸棒土含量不变情况下 (即 1200.0 kg 狼毒残渣与凹凸棒土 552.0 kg 均匀混合), 添加不同比例粘结剂组成不同配方, 可根据不同配方获得的颗粒剂成品状态、颗粒剂性能来筛选合适的粘合剂用量。

由表 2 可知, 甲基纤维素不同用量均能使颗粒成型, 但成型后产生的粉末多少有差异, 溶解性也不同。量为 1.0%(24.0 kg)时, 溶解性为 99.67%, 但是其成品较粗糙, 且产生的粉末较多; 用量为 1.5%(36.0 kg)、2.0%(48.0 kg)时, 溶解性分别为 80.05% 和 75.43%, 溶解性基本相当, 但 2.0%用量的成品状态优于 1.5%用量; 用量为 2.5%(60.0 kg)时, 成品状态最好, 但是溶解性较弱, 仅为 30.63%。从成品状态和溶解性两方面综合考虑认为, 在 1 200.0 kg 狼毒残渣与凹凸棒土 552.0 kg 均匀混合后, 粘结剂适宜用量为 48.0 kg, 其质量占比为 2.0%。

2.4 狼毒颗粒剂的配方组成

将狼毒废弃残渣、填料、粘结剂及赋活剂按不同比例混合, 加适量水搅拌均匀后挤压造粒, 再对狼毒生物药肥颗粒剂的成品状态进行评价, 通过多次重复试验比较, 最终确定狼毒生物药肥颗粒剂各组分最佳加工配方为狼毒废弃残渣 50.000 0% (1 200.0 kg)、赋活剂 (复硝酚钠) 0.012 5% (300 g)、填料 (凹凸棒土) 23.000 0% (552.0 kg)、粘结剂 (甲基纤维素) 2.000 0% (48.0 kg)、水 24.987 5% (599.7 kg)。

2.5 样品检测结果

通过对干燥后颗粒剂质量指标进行测定的结果表明, 该狼毒生物药肥颗粒剂外观松散, 呈棒状, 黑褐色, 溶化性为 (20.00 ± 0.44) min, 脱落率为 (2.50 ± 0.07) %, pH 为 7.65 ± 0.10 , 水分含量为 (0.75 ± 0.07) %。各项质量指标均符合药肥颗粒剂指标要求, 性质稳定, 便于贮藏和运输。

3 讨论与结论

狼毒残渣多作为废弃物, 易污染环境。研究

表明, 其有机质含量高, 同时含有丰富锌、锰、铁、钙、铜等微量元素, 其具有一定肥效和药效作用^[21]。但其为絮状纤维、刺激性强, 不利于存储和运输, 更不利于人员直接施用。而凹凸棒土是一种层链状结构的含水富镁铝硅酸盐粘土矿物, 比表面积大、附力强、可塑及粘结性好, 密度低、对环境没有危害, 成本低廉, 多作为各类复混肥专用粘结剂、造粒剂和农药载体材料^[22-23], 其不仅可以提高颗粒剂成粒率, 而且不返潮、不结块, 颗粒均匀, 表面光滑。可使肥料、农药在土壤中释放缓慢, 延缓养分流失、延长药效, 提高肥料和农药利用率。复硝酚钠是一种强力细胞赋活剂, 是常用的植物生长调节剂之一, 能充分发挥植物内在潜能, 全面调节与促进植物的生长, 能提高肥料和农药的效果, 能解除拮抗作用, 对农作物安全系数高, 而且用量少, 成本低^[24-26]。将凹凸棒土作为填料加入狼毒残渣中, 再辅以基甲基纤维素和复硝酚钠加工而成的生物药肥颗粒剂, 不但具有肥效和药效双重作用, 而且便于贮存、运输和田间施用, 可大幅提高狼毒残渣利用率。

我们以植物材料为基础的生物药肥, 兼具营养、杀虫、防病、改良土壤、调节土壤有益微生物菌群等多种作用^[27]。吴传万等^[28]利用牛心朴子和苦豆子残渣研发的生物环保药肥, 兼具营养、杀虫抑菌、改良土壤等多种功能; 毕军等^[29]施用植物源药肥后发现, 明显增加花生茎粗且抗倒伏, 而且土壤中细菌、真菌和放线菌的数量增加。诸多研究表明, 植物药肥既能减轻或防止长期施用化肥所带来的土壤板结等问题, 又可减轻当前农业生产中很难解决的土传和种传病害问题, 应用前景广阔。

通过对狼毒生物药肥颗粒剂加工中狼毒残渣、赋活剂、填料、粘结剂和水的配方组成的研究, 筛选出了狼毒生物药肥颗粒剂的加工配方, 确定该颗粒剂 5 种组分的最佳配方比例为狼毒废弃残渣 50.000 0% (1 200.0 kg)、赋活剂 (复硝酚钠) 0.012 5%

表 2 粘结剂不同用量对造粒的效果

粘结剂用量 /kg	粘结剂质量占比 /%	成品状态	溶解性 /%
24.0	1.0	颗粒成型, 表面粗糙, 粉末多	99.67±0.58
36.0	1.5	颗粒成型, 表面较粗糙, 有少许粉末	80.00±0.95
48.0	2.0	颗粒成型, 表面光滑, 无粉末	75.43±0.78
60.0	2.5	颗粒成型, 表面光滑, 无粉末	30.63±0.96

(300 g)、填料(凹凸棒土)23.000 0%(552.0 kg)、粘结剂(甲基纤维素)2.000 0%(48.0 kg)、水 24.987 5%(599.7 kg)。同时对加工工艺进行初步研究,可实现对狼毒残渣的完全再利用。本加工方法虽然可对狼毒残渣进行有效利用,但其肥效和药效作用有限,今后要提高该颗粒剂的田间应用效果,还要对加工配方与工艺进行优化改良,在配方中添加相应营养化合物,如尿素、硝酸铵、磷酸二氢铵、硫酸钾、氢氧化钾等其中的一种或多种,以及相应的生物杀菌剂或杀虫剂,并通过多次重复试验并最终确定最佳配方组合。

参考文献:

- [1] 李充璧,方天祺,于海瑞,等. 瑞香狼毒有效成分的提取及性质分析[J]. 生物加工过程, 2003, 1(2): 43-45.
- [2] 李彪,董刚,巩红冬,等. 瑞香狼毒花多糖提取工艺优化及其抑菌活性研究[J]. 西藏大学学报: 自然科学版, 2017, 32(1): 17-25.
- [3] 张等宏,陈娥,杨顺义,等. 瑞香狼毒根中杀螨活性物质的分离鉴定[J]. 甘肃农业大学学报(自然科学版), 2018, 53(1): 95-101.
- [4] 孙瑞艳,陈亚彤,范海延,等. 狼毒大戟根提取物抑菌活性及其提取方法初探[J]. 中国蔬菜, 2010(16): 67-73.
- [5] ASADA Y, SUKEMORI A, WATANABE BE T, et al. Stellerlides A-C, novel potent anti-HIV daphnane-type diterpenoids from *Stellera chamaejasme* L.[J]. *Organic Letters*, 2011, 13(11): 2904-2907.
- [6] LIU X N, LI Y J, YANG Q, et al. In vitro inhibitory and pro-apoptotic effect of *Stellera chamaejasme* L. extract on human lung cancer cell line NCI-H157[J]. *J Tradit Chin Med*, 2012, 32(3): 404-410.
- [7] 吴晓亮. 瑞香狼毒总黄酮的提取及其抑制肝癌 SMMC-7721 细胞机理的研究[D]. 呼和浩特: 内蒙古农业大学, 2010.
- [8] 潘国凤,杨庆,刘安,等. 瑞香狼毒药效组分诱导人肝癌细胞凋亡及对细胞周期依赖性蛋白激酶 CDK2 的影响[J]. 中国药理与临床, 2011, 27(5): 41-45.
- [9] 毛刚,王健,陈国俊,等. 瑞香狼毒水提物小鼠血清对人膀胱癌 T24 细胞增殖的影响[J]. 中国医药导报, 2010, 7(16): 16-17.
- [10] 周维,刘屹立. 瑞香狼毒水提取物对人膀胱癌 Bi-u-87 细胞 Bcl-2 表达的影响[J]. 世界中西医结合杂志, 2015, 10(3): 338-341.
- [11] 焦效兰,贾正平. 瑞香狼毒水提物小鼠药物血清对人胃癌 SGC-7901 细胞增殖的影响[J]. 中成药, 2002, 24(3): 196-197.
- [12] 王莉平,王义善,张国营,等. 狼毒对恶性黑色素瘤细胞生长的影响及其分子作用机制的研究[J]. 时珍国医国药, 2011, 22(5): 1133-1135.
- [13] 高平,刘世贵,侯太平,等. 瑞香素对蚜虫生物活性的研究[J]. 植物保护学报, 2001, 28(3): 265-268.
- [14] 张国洲,陈于年,王亚维,等. 瑞香狼毒根提取物对菜粉蝶幼虫的触杀作用[J]. 华中师范大学学报(自然科学版), 2000, 34(4): 460-462.
- [15] 潘为高,高平,刘燕萍,等. 瑞香狼毒各组分杀螨活性及组分间相互作用的研究[J]. 四川大学学报(自然科学版), 2004, 41(1): 208-211.
- [16] 陈琼,高甜甜,李波,等. 瑞香狼毒对东亚飞蝗作用机理的初步研究[J]. 四川大学学报(自然科学版)2017, 54(6): 665-669.
- [17] 张等宏,陈娥,张小云,等. 瑞香狼毒根乙醇提取物及 4 种溶剂萃取物对两种叶螨及豌豆蚜的触杀活性比较[J]. 植物保护, 2016, 42(6): 229-234.
- [18] 宋丽雯,张新虎,沈慧敏. 1.6%瑞香狼毒素水乳剂对 4 种蔬菜害虫的作用方式比较[J]. 植物保护, 2017, 43(1): 218-223.
- [19] 董照锋,张小平. 5 种杀虫剂对茶棍蓟马、茶黄蓟马田间防效[J]. 东北农业科学, 2018, 43(5): 38-40.
- [20] 谢娜,李超,冯俊涛,等. 11 种植物提取物对 4 种病原细菌的抑菌活性筛选[J]. 热带作物学报, 2018, 39(6): 1166-1171.
- [21] 李建军,张海英,郭建国,等. 狼毒残渣的资源化利用探索[J]. 中国农学通报, 2021, 37(10): 121-125.
- [22] 曹明礼. 蒙脱石层间化合物的制备、表征及其液相吸附特性研究[D]. 武汉: 武汉理工大学, 2004.
- [23] 杨延昆,王玉玲. 药物缓释、控释制剂的研究开发现状及发展趋势[J]. 齐鲁药事, 2004, 23(4): 31-32.
- [24] 张锋,潘康标,田子华. 植物生长调节剂研究进展及应用对策[J]. 现代农业科技, 2012(1): 193-196.
- [25] 傅腾腾,朱建强,张淑贞,等. 植物生长调节剂在作物上的应用研究进展[J]. 长江大学学报(自然科学版), 2011, 8(10): 233-237.
- [26] 朱严谨,姚莎,谌芳,等. 肥料中复硝酚钠的液相色谱分析[J]. 云南化工, 2018, 45(2): 77-79.
- [27] 毕军,夏光利,毕研文,等. 植物源药肥的研究及开发应用前景[J]. 中国农学通报, 2005, 21(3): 272-274.
- [28] 吴传万,刘凤淮,杜小凤,等. 一种防治线虫和地下害虫之生态药肥的研发[J]. 中国农学通报, 2008, 24(6): 358-361.
- [29] 毕军,夏光利,朱国梁,等. 植物源药肥对花生生长、害虫防效及土壤微生物活性的影响[J]. 土壤通报, 2008, 39(5): 1097-1101.