



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110078101 B

(45) 授权公告日 2022.02.01

(21) 申请号 201910462167.2

A01N 59/06 (2006.01)

(22) 申请日 2019.05.30

A01P 3/00 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 110078101 A

(56) 对比文件

CN 107105671 A, 2017.08.29

CN 103193254 A, 2013.07.10

(43) 申请公布日 2019.08.02

CN 103508474 A, 2014.01.15

CN 1359853 A, 2002.07.24

(73) 专利权人 福建农林大学

地址 350002 福建省福州市仓山区上下店路15号

CN 102101684 A, 2011.06.22

CN 101219801 A, 2008.07.16

(72) 发明人 潘晓鸿 陈蓉 邱赛飞 游雨欣

占雅婷 郑怡琳

CN 101234769 A, 2008.08.06

CN 104495883 A, 2015.04.08

CN 107114405 A, 2017.09.01

(74) 专利代理机构 福州元创专利商标代理有限公司

35100

US 2576731 A, 1951.11.27

WO 1989010071 A1, 1989.11.02

WO 2004065300 A1, 2004.08.05

代理人 蔡学俊

审查员 杨艳波

(51) Int. Cl.

C01F 5/22 (2006.01)

B82Y 40/00 (2011.01)

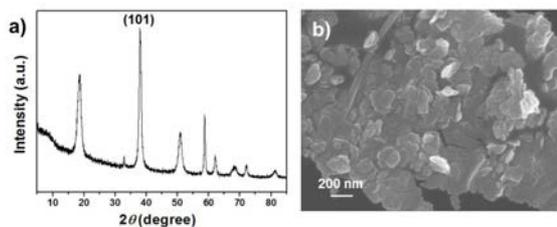
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

一种抗茶叶真菌病害纳米氢氧化镁的制备与应用

(57) 摘要

本发明涉及一种抗茶叶真菌病害纳米氢氧化镁的制备与应用。纳米氢氧化镁的制备方法，包括配制六水合氯化镁溶液、配制氢氧化钠溶液、搅拌、制备纳米氢氧化镁。本发明用X-射线粉末衍射(XRD)和扫描电镜对所得到的纳米氢氧化镁进行粒径和形貌的表征，纳米氢氧化镁的粒径为10~20 nm，Zeta电位为+15.2 mV，分散在水中，浓度为5-50 mg/mL。本发明开创了纳米氢氧化镁在茶叶抗真菌上的应用。实验表明，本发明的纳米氢氧化镁，对茶叶真菌病害有很好的抗菌的效果，浓度与抑制率呈正相关，浓度越高抑制率越高。本发明的纳米氢氧化镁，取材方便、价格低廉、绿色环保，并且具有制备方法简单，防治效率高的特点，社会经济效益显著。



1. 一种纳米氢氧化镁的制备方法,其特征在于制备步骤如下:

(1) 配制六水合氯化镁溶液:按质量份调配,取6-8份六水合氯化镁,加入10份 ddH₂O,配制成六水合氯化镁溶液;

(2) 配制氢氧化钠溶液:取2-3份氢氧化钠,加入10份 ddH₂O,搅拌溶解,制成氢氧化钠溶液;

(3) 搅拌:置步骤(1)的六水合氯化镁溶液于磁力搅拌器中160 r/min搅拌,边搅拌边用滴管将步骤(2)的氢氧化钠溶液滴入六水合氯化镁溶液中,继续搅拌过夜;

(4) 制备纳米氢氧化镁:取步骤(3)搅拌后的六水合氯化镁溶液,以10000 r/min离心5-6 min,取沉淀,用ddH₂O洗涤3次,每次以10 000 r/min离心5-6 min,收集沉淀物,60℃烘干,并在研钵中磨成细粉,得到纳米氢氧化镁;所述纳米氢氧化镁的粒径为10~20 nm,且呈规则的片状结构。

2. 根据权利要求1所述的纳米氢氧化镁的制备方法,其特征在于步骤(4)所述的纳米氢氧化镁,其Zeta电位为+15.2 mV。

3. 根据权利要求1所述的纳米氢氧化镁的制备方法,其特征在于步骤(4)所述的纳米氢氧化镁,其分散在水中的浓度为5-50 mg/mL。

一种抗茶叶真菌病害纳米氢氧化镁的制备与应用

技术领域

[0001] 本发明涉及一种抗茶叶真菌病害的纳米材料的制备与应用,具体涉及一种抗茶叶真菌病害纳米氢氧化镁的制备与应用,属于植物保护技术领域。

背景技术

[0002] 据统计,2018年全年茶叶出口量为36.47万吨,出口额17.38亿美元。茶叶真菌病害是引起茶叶减产的重要原因之一,每年茶叶真菌病害对茶叶生产造成了巨大经济损失。目前茶叶广泛应用于防治真菌病害的手段仍是较传统的化学防治。化学制剂在长期使用中具有易残留、生物毒性、不环保等弊端,因此需要研制与开发能有效抑制茶属真菌且低毒、环保的新型农药。

[0003] 当前随着高效、选择性强的杀菌剂被广泛的应用,植物病原菌对杀菌剂的抗药性越来越严重。相对于有机、天然类抗菌剂而言,无机纳米材料具有抗菌性、毒性低、对环境生态和人类健康的危害小,且具有耐热性以及病原菌不容易产生抗性等优点。纳米材料可以作为新型的杀菌剂和杀虫剂,已逐渐应用在植物保护领域。纳米材料由于表面和界面效应、量子尺寸效应、小尺寸效应和宏观效应等超常特性,使其在在农业不同领域都有广泛的应用。与传统无机抗菌剂相比,纳米杀菌剂更具优良的抗菌效果。

[0004] 然而,由于纳米材料本身对生物体具有一定的毒性,因而在选择纳米材料作为抗真菌制剂时,应该重点关注其环境安全性。纳米氢氧化镁作为安全、对环境无污染的绿色安全水处理剂,它对人体细胞和生物体均无明显的毒性,在环境和实际生活中已被广泛地应用。此外,与其他纳米材料相比,纳米氢氧化镁的来源简单且成本低,因而纳米氢氧化镁可以作为绿色环保低成本的纳米抗菌剂。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于提供一种抗茶叶真菌病害纳米氢氧化镁的制备与应用。

[0006] 本发明所涉及的植物抗真菌剂的重要成分为纳米氢氧化镁。纳米氢氧化镁由于低成本、环境友好等特点已经被商用化,其主要应用于重金属脱除、印染废水脱色处理、酸性废水处理、废水脱磷、脱胺和烟气脱硫等方面。目前商用的氢氧化镁主要以料浆状、滤饼状和粉末状被使用。当前关于氢氧化镁的研究主要是集中于如何拓展其在废水、废气以及阻燃剂等方面的应用,以及将氢氧化镁与其他材料并用来提高氢氧化镁的吸附处理能力,对其抗菌性还少有关关注,尤其是抗真菌的能力还未见报道。

[0007] 本发明的一种纳米氢氧化镁的制备方法,其特征在于制备步骤如下:

[0008] (1) 配制六水合氯化镁溶液:按质量份调配,取6-8份六水合氯化镁,加入10份的 ddH_2O ,配制成六水合氯化镁溶液;

[0009] (2) 配制氢氧化钠溶液:另取2-3份氢氧化钠,加入10份 ddH_2O ,搅拌溶解,制成氢氧化钠溶液;

[0010] (3) 搅拌:置步骤(1)的六水合氯化镁溶液于磁力搅拌器中160 r/min搅拌,边搅拌

边用滴管将步骤(2)的氢氧化钠溶液滴入六水合氯化镁溶液中,继续搅拌过夜;

[0011] (4)制备纳米氢氧化镁:取步骤(3)搅拌后的六水合氯化镁溶液,以10000 r/min离心5-6 min,取沉淀。用ddH₂O洗涤3次,每次以10 000 r/min离心5-6 min,收集沉淀物,60℃烘干,并在研钵中磨成细粉,得到纳米氢氧化镁。

[0012] 优选情况下,纳米氢氧化镁的粒径为10~20 nm,Zeta电位为+15.2 mV,分散在水中,浓度为5-50 mg/mL。实验表明,该物性的纳米氢氧化镁对茶叶病原菌的杀灭效果显著。

[0013] 本发明的优点及有益之处:

[0014] 1、本发明的纳米氢氧化镁,对茶叶真菌病害有很好的抗菌的效果,浓度与抑制率呈正相关,浓度越高抑制率越高。

[0015] 2、本发明的纳米氢氧化镁,取材方便、价格低廉、绿色环保,具有制备方法简单,防治效率高的特点,社会经济效益高。

[0016] 3、拓展了氢氧化镁在抗真菌剂领域的应用,为今后将纳米氢氧化镁应用于茶叶病原菌的防治提供理论基础和技术支持。

附图说明

[0017] 图1为纳米Mg(OH)₂的X-射线粉末衍射分析和扫描电镜成像;

[0018] 图2为黑斑病原菌分别与不同浓度的纳米氢氧化镁作用3~7天后的平板图。

具体实施方式

[0019] 为了进一步阐明本发明而不是限制本发明,以下结合实施例加以说明。下述实施例中所述实验方法,如无特殊说明,均为常规方法。

[0020] 实施例1:一种纳米氢氧化镁的制备方法,制备步骤如下:

[0021] 利用六水合氯化镁和氢氧化钠作用生成沉淀来合成纳米氢氧化镁。称取7g 六水合氯化镁加入10ml ddH₂O并搅拌溶解;称取2.76g 氢氧化钠加入10ml ddH₂O并搅拌溶解。置六水合氯化镁溶液于磁力搅拌器中160 r/min搅拌,边搅拌边用滴管将氢氧化钠溶液滴入六水合氯化镁溶液中,继续搅拌过夜;以10000 r/min离心5-6 min,取沉淀。用ddH₂O洗涤3次,每次以10 000 r/min离心5-6 min,收集沉淀物,60℃烘干并在研钵中磨成细粉,置于干燥器中保存备用。

[0022] 采用X-射线粉末衍射对纳米氢氧化镁的尺寸进行计算,并利用SEM对其形貌进行观察。如图1所示,通过共沉淀法合成的氢氧化镁与标准数据库卡片(JCPDF044-1482)的特征峰完全吻合,通过谢乐公式得出纳米氢氧化镁在(101)面的尺寸为14.5nm(图1a),且合成的纳米氢氧化镁呈规则的片状结构,有团聚行为(图1b)。

[0023] 实施例2、纳米氢氧化镁对茶叶黑斑病原菌的抗菌实验

[0024] 采用平板涂布的方法进行抗真菌实验。称取0.005g、0.025g、0.05g纳米氢氧化镁加入1ml ddH₂O,并用超声清洗仪超声40min,配成5mg/ml、25mg/ml、50mg/ml的纳米氢氧化镁水溶液;待PDA培养基凝固后,在培养基中央分别注上100微升不同浓度的纳米氢氧化镁溶液,用涂布棒将其涂布均匀,晾干后在平板中部接上真菌。以不加任何物质的PDA平板作为空白对照,pH=11氢氧化钠阳性对照以及各浓度的纳米氢氧化镁水溶液为实验组,进行重复实验。将培养皿倒置于26℃恒温箱继续培养3~7天后,用十字交叉法测量真菌的直径,观

察真菌的生长情况。此外,根据公式 $I = [(C-E)/C] * 100\%$ 计算抑制率,其中I为纳米氢氧化镁对黑斑病菌的抑制率(%),C和E分别为空白组菌落直径和实验组菌落直径(cm)。记录数据并计算出 EC_{50} 。

[0025] 用5mg/ml、25mg/ml、50mg/ml的纳米氢氧化镁水溶液均匀涂布在PDA培养基上,将黑斑病菌接在培养基中部。观察发现,纳米氢氧化镁对黑斑病菌的生长具有较高的抑制作用,与空白组相比,在含纳米氢氧化镁PDA平板上生长的黑斑病菌生长直径明显减少,且随着纳米氢氧化镁浓度的增加,黑斑病菌生长的直径也随着减少,菌落与培养基的紧贴程度变小,出现透明圈(图2)。

[0026] 经计算,3天时5 mg/ml纳米氢氧化镁对菌丝生长抑制率可达48.78%,50mg/ml的纳米氢氧化镁对菌丝的抑制率为100%(表1),且 EC_{50} 为7.63mg/ml。此外,由于纳米氢氧化镁呈碱性,为了进一步验证碱性对黑斑病菌生长抑制是否有影响,因而设置了碱性条件(pH=11的氢氧化钠溶液)为阳性对照,涂布平板后接上真菌。结果表明,碱性条件下与空白对照的黑斑病菌生长差异小,说明碱性对黑斑病菌生长没有明显的影响,是纳米氢氧化镁自身对黑斑病原菌有很强的抑制作用。

[0027] 表1 不同浓度纳米 $Mg(OH)_2$ 对黑斑病原菌的抑菌率

抑制率 天数	5mg/ml $Mg(OH)_2$ %	25mg/ml $Mg(OH)_2$ %	50mg/ml $Mg(OH)_2$ %
3天	48.81±2.77%	66.62±1.75%	100±0%
4天	31.70±2.15%	56.92±4.35%	100±0%
5天	21.44±1.18%	51.80±3.88%	100±0%
6天	21.12±2.09%	46.28±4.24%	77.12±2.30%
7天	13.05±5.01%	35.17±0.63%	75.39±2.07%

[0028]

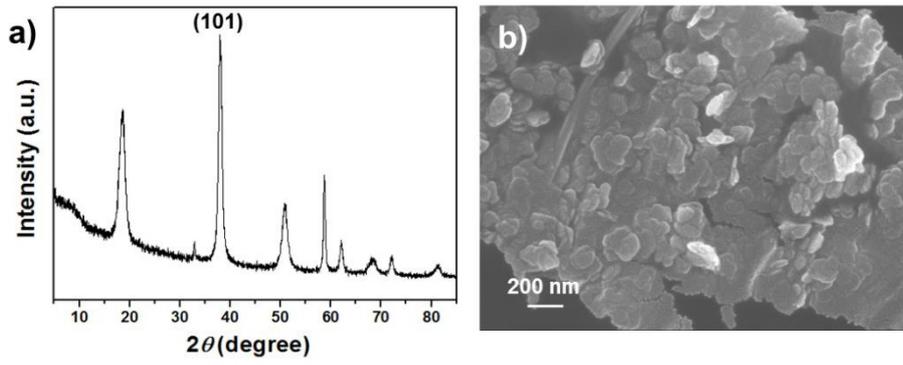


图1

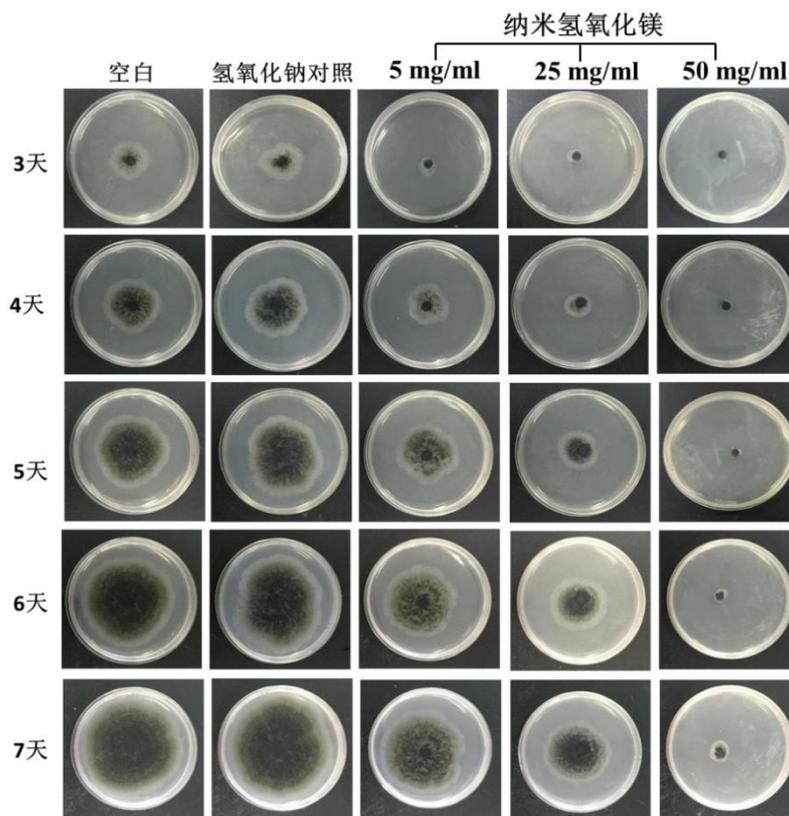


图2