



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108402077 A

(43)申请公布日 2018.08.17

(21)申请号 201810511700.5

(22)申请日 2018.05.24

(71)申请人 林荣铨

地址 424400 湖南省郴州市桂阳县太和镇
工业区

(72)发明人 林荣铨

(74)专利代理机构 广州粤高专利商标代理有限
公司 44102

代理人 任重 单香杰

(51) Int. Cl.

A01N 59/00(2006.01)

A01N 43/90(2006.01)

A01N 47/18(2006.01)

A01P 3/00(2006.01)

权利要求书1页 说明书5页

(54)发明名称

一种防控大白菜软腐病的杀菌组合物

(57)摘要

本发明属于植物病害防控技术领域,公开了一种防控大白菜软腐病的杀菌组合物,包括以下重量百分数的各组分:藜芦碱5~20%,中生菌素5~10%,氧化石墨烯0.1~0.5%,余量助剂;所述杀菌组合物的剂型为可湿性粉剂、悬浮剂或水分散粒剂中的任一种。本发明通过将氧化石墨烯与藜芦碱、中生菌素复配使用,三者属于不同作用机理的杀菌剂,相互混配不会产生抵触;在一定范围内具有很好的协同增效作用,防效高于单剂,药效更持久,大大提高了杀菌效率,对大白菜软腐病有很好的防控效果;不会使病原菌产生抗药性,扩大杀菌谱,降低用药量和成本,可用于农业生产作物病害的防治。

1. 一种防控大白菜软腐病的杀菌组合物,其特征在于,包括以下重量百分数的各组分:藜芦碱5~20%,中生菌素5~10%,氧化石墨烯0.1~0.5%,余量助剂;所述杀菌组合物的剂型为可湿性粉剂、悬浮剂或水分散粒剂中的任一种。

2. 根据权利要求1所述的杀菌组合物,其特征在于,当杀菌组合物为可湿性粉剂时,包括以下重量百分数的各组分:藜芦碱5~20%,中生菌素6~10%,氧化石墨烯0.1~0.5%,分散剂1~10%,润湿剂1~10%,填料1~25%。

3. 根据权利要求1所述的杀菌组合物,其特征在于,当杀菌组合物为悬浮剂时,包括以下重量百分数的各组分:藜芦碱5~10%,中生菌素5~7%,氧化石墨烯0.1~0.5%,分散剂5~10%,防冻剂1~5%,增稠剂0.1~1%,消泡剂0.1~0.8%,余量水。

4. 根据权利要求1所述的杀菌组合物,其特征在于,当杀菌组合物为水分散粒剂时,包括以下重量百分数的各组分:藜芦碱5~15%,中生菌素5~10%,氧化石墨烯0.1~0.5%,分散剂5~10%,润湿剂4~10%,崩解剂1~5%,填料1~25%。

5. 根据权利要求2~4任一项所述的杀菌组合物,其特征在于,所述的分散剂为脂肪胺聚氧乙烯醚、脂肪酸聚氧乙烯酯、甘油脂肪酸酯聚氧乙烯醚、泊洛沙姆中的至少一种。

6. 根据权利要求2或4任一所述的杀菌组合物,其特征在于,所述的润湿剂为十二烷基硫酸钠、十二烷基苯磺酸钙、烷基萘磺酸盐中的至少一种。

7. 根据权利要求2或4任一所述的杀菌组合物,其特征在于,所述的填料为滑石粉、高岭土、硅藻土、膨润土中的至少一种。

8. 根据权利要求3所述的杀菌组合物,其特征在于,所述的防冻剂为乙二醇、丙二醇、丙三醇、聚乙二醇中的至少一种;所述的增稠剂为黄原胶、羟甲基纤维素、羟乙基纤维素、甲基纤维素、硅酸铝镁、聚乙烯醇中的至少一种;所述的消泡剂为柠檬酸钠、间苯二酚中的至少一种。

9. 根据权利要求4所述的杀菌组合物,其特征在于,所述的崩解剂为尿素、硫酸铵、氯化铝、柠檬酸、碳酸氢钠中的至少一种。

一种防控大白菜软腐病的杀菌组合物

技术领域

[0001] 本发明涉及植物病害防控技术领域,具体地,涉及一种防控大白菜软腐病的杀菌组合物。

背景技术

[0002] 大白菜软腐病是由欧文氏杆菌(*Erwinia carotovora*)引起的世界范围内的流行病害,在国内各地普遍发生,是我国大白菜三大重要病害之一,对我国蔬菜的品质及菜农经济造成严重的影响,生产上常用化学农药防治该病害。

[0003] 藜芦为百合科藜芦属植物,为多年生草本植物,藜芦碱存在于百合科藜芦属和喷嚏草属植物中,原料是喷嚏草的种子和白藜芦、黑藜芦的根茎。将植物原料经乙醇萃取或提取制得。相关研究表明,藜芦碱对植物病害如褐腐病、灰霉病、软腐病、黑星病、细菌性穿孔病、霜霉病、疫霉病、白粉病、晚疫病、干腐病有很好的抑制作用。

[0004] 中生菌素属N-糖苷类抗生素,抗菌谱很广,能很好地抵抗革兰氏阳性、阴性细菌,分枝杆菌,酵母菌及丝状真菌引起的多种病害。对软腐病菌、角斑病菌、白叶枯病菌、稻瘟病菌、轮纹病菌、赤霉病菌等均具有明显的抗菌活性。其作用机理为:通过抑制细菌菌体蛋白质合成而使细菌菌体死亡;通过使丝状菌丝变形、抑制孢子萌发或直接杀死孢子等方式作用于丝状真菌;可刺激植物体内植保素及木质素的前体物质的生成,从而提高植物的抗病能力,利于作物增产增收。

[0005] 氧化石墨烯(GO)是一种单原子层的二维平面材料,具有很大的比表面积。由于GO表面有很多含氧基团,所以GO也具有良好亲水性。目前对于GO材料的杀菌机理大致分为以下3种主流意见:纳米材料的边缘像刀片一样损伤细胞膜,导致细胞内的DNA、RNA和细胞器等泄漏到细胞外,导致细胞死亡;材料产生的氧化压力可以氧化细菌细胞的酶和蛋白质,可以将DNA氧化至解旋和断裂,同时也能氧化线粒体,使能量供应出现问题;纳米薄片包裹和缠绕细胞膜,将细菌同周围环境隔绝出来,堵塞细胞膜上的一些重要通道让细胞不能与周围产生能量交换。

[0006] 一方面,藜芦碱和中生菌素均具有较高的杀菌活性,但若长期单独使用,均容易使植株病菌产生抗药性,继而产生用药量加大、防效降低、持效期缩短等问题。同时,农药的反复使用也会造成农药在土壤中的降解率下降,很不利于环境可持续发展。另一方面,氧化石墨烯虽然杀菌效果很好,但长期单独使用会对正常植物细胞造成一定程度的损伤。将不同作用机理的有效成分进行合理的复配,是延缓病害产生抗药性和减少对寄主植物的损伤非常有效的常用方法,并且可根据实际生产应用中的效果,来判断此复配是增效作用还是拮抗作用。但是,目前对于藜芦碱、中生菌素和氧化石墨烯三者的复配组合尚未有过相关报道。

发明内容

[0007] 本发明的目的是为了克服现有技术的上述不足,提供一种防控大白菜软腐病的杀

菌组合物,本发明通过将氧化石墨烯与藜芦碱、中生菌素复配使用,三者属于不同作用机理的杀菌剂,相互混配不会产生抵触;在一定范围内具有很好的协同增效作用,防效高于单剂,药效更持久。

[0008] 为了实现上述目的,本发明是通过以下方案予以实现的:

[0009] 一种防控大白菜软腐病的杀菌组合物,包括以下重量百分数的各组分:藜芦碱5~20%,中生菌素5~10%,氧化石墨烯0.1~0.5%,余量助剂;所述杀菌组合物的剂型为可湿性粉剂、悬浮剂或水分散粒剂中的任一种。

[0010] 本发明组合物中三种成分作用机理点不同,本发明人经过大量试验配方筛选,提出了一种本发明的复配型杀菌组合物,即以藜芦碱、中生菌素和氧化石墨烯为有效成分,进行的多元复配杀菌组合物。由于这三种成分的作用机理点不同,将藜芦碱、中生菌素和氧化石墨烯以一定的比例复配,具有很好的增效协同作用,大大提高了杀菌效率,并能很好的延缓病害抗性的产生,扩大杀菌谱,降低用药成本,提高实际防效,可用于防治大白菜软腐病。

[0011] 优选地,当杀菌组合物为可湿性粉剂时,包括以下重量百分数的各组分:藜芦碱5~20%,中生菌素6~10%,氧化石墨烯0.1~0.5%,分散剂1~10%,润湿剂1~10%,填料1~25%。按上述重量配比将藜芦碱、中生菌素、氧化石墨烯以及分散剂、湿润剂和填料混合,在搅拌釜中均匀搅拌,经气流粉碎机粉碎后再混合均匀,得可湿性粉剂杀菌组合物。

[0012] 优选地,当杀菌组合物为悬浮剂时,包括以下重量百分数的各组分:藜芦碱5~10%,中生菌素5~7%,氧化石墨烯0.1~0.5%,分散剂5~10%,防冻剂1~5%,增稠剂0.1~1%,消泡剂0.1~0.8%,余量水。该悬浮剂的具体生产步骤为:先将助剂按上述的配比混合,经高速剪切混合均匀,再加入藜芦碱、中生菌素和氧化石墨烯,在磨球机中磨球2~3小时,使粒直径均在5mm以下,得悬浮剂制剂的杀菌组合物。

[0013] 优选地,当杀菌组合物为水分散粒剂时,包括以下重量百分数的各组分:藜芦碱5~15%,中生菌素5~10%,氧化石墨烯0.1~0.5%,分散剂5~10%,润湿剂4~10%,崩解剂1~5%,填料1~25%。该水乳剂的具体生产步骤为:将藜芦碱、中生菌素、氧化石墨烯、分散剂、湿润剂、崩解剂以及填料混合均匀,用超微气流粉碎机粉碎,经捏合,然后加入流化床造粒干燥机中进行造粒、干燥、筛分,得水分散剂的杀菌组合物。

[0014] 优选地,所述的分散剂为脂肪胺聚氧乙烯醚、脂肪酸聚氧乙烯酯、甘油脂肪酸酯聚氧乙烯醚、泊洛沙姆中的至少一种。

[0015] 优选地,所述的润湿剂为十二烷基硫酸钠、十二烷基苯磺酸钙、烷基萘磺酸盐中的至少一种。

[0016] 优选地,所述的填料为滑石粉、高岭土、硅藻土、膨润土中的至少一种。

[0017] 优选地,所述的防冻剂为乙二醇、丙二醇、丙三醇、聚乙二醇中的至少一种;所述的增稠剂为黄原胶、羟甲基纤维素、羟乙基纤维素、甲基纤维素、硅酸铝镁、聚乙烯醇中的至少一种;所述的消泡剂为柠檬酸钠、间苯二酚中的至少一种。

[0018] 优选地,所述的崩解剂为尿素、硫酸铵、氯化铝、柠檬酸、碳酸氢钠中的至少一种。

[0019] 与现有技术相比,本发明具有以下有益效果:

[0020] 本发明通过将氧化石墨烯与藜芦碱、中生菌素复配使用,三者属于不同作用机理的杀菌剂,相互混配不会产生抵触;在一定范围内具有很好的协同增效作用,防效高于单剂,药效更持久,大大提高了杀菌效率,对大白菜软腐病有很好的防控效果;不会使病原菌

产生抗药性,扩大杀菌谱,降低用药量和成本,可用于农业生产作物病害的防治。

具体实施方式

[0021] 下面结合具体实施例对本发明作出进一步地详细阐述,所述实施例只用于解释本发明,并非用于限定本发明的范围。下述实施例中所使用的试验方法如无特殊说明,均为常规方法;所使用的材料、试剂等,如无特殊说明,为可从商业途径得到的试剂和材料。

[0022] 按照试验分级标准调查整株叶片的发病情况,计算病情指数和防治效果。按照孙云沛法(《共毒系数的简易计算及其应用》,黄清臻等,1993)计算药剂的毒力指数级共毒系数(CTC)。CTC \leq 80,组合物表现为拮抗作用;80<CTC<120,组合物表现为相加作用;CTC \geq 120,组合物表现为增效作用。

[0023] 实施例1 20%藜芦碱·中生菌素·氧化石墨烯可湿性粉剂

[0024] 将12%藜芦碱、7.5%中生菌素、0.5%氧化石墨烯、10%泊洛沙姆、9%十二烷基硫酸钠和25%高岭土混合,在搅拌釜中均匀搅拌,经气流粉碎机粉碎后再混合均匀,制得20%藜芦碱·中生菌素·氧化石墨烯可湿性粉剂。

[0025] 实施例2 20%藜芦碱·中生菌素·氧化石墨烯可湿性粉剂

[0026] 将13.7%藜芦碱、6%中生菌素、0.3%氧化石墨烯、8%脂肪酸聚氧乙烯酯、9%十二烷基苯磺酸钙、20%硅藻土、5%膨润土混合,在搅拌釜中均匀搅拌,经气流粉碎机粉碎后再混合均匀,制得20%藜芦碱·中生菌素·氧化石墨烯可湿性粉剂。

[0027] 实施例3 15%藜芦碱·中生菌素·氧化石墨烯悬浮剂

[0028] 将7%脂肪胺聚氧乙烯醚、3%聚乙二醇、0.5%羟甲基纤维素、0.4%柠檬酸钠和74.1%水混合,经高速剪切混合均匀后,再加入9%藜芦碱、5.5%中生菌素和0.5%氧化石墨烯,在磨球机中磨球2~3小时,使粒直径均在5mm以下,制得15%藜芦碱·中生菌素·氧化石墨烯悬浮剂。

[0029] 实施例4 15%藜芦碱·中生菌素·氧化石墨烯悬浮剂

[0030] 将10%泊洛沙姆、4%丙三醇、1.0%黄原胶、0.6%柠檬酸钠和69.4%水混合,经高速剪切混合均匀后,再加入8.7%藜芦碱、6%中生菌素和0.3%氧化石墨烯,在磨球机中磨球2~3小时,使粒直径均在5mm以下,制得15%藜芦碱·中生菌素·氧化石墨烯悬浮剂。

[0031] 实施例5 20%藜芦碱·中生菌素·氧化石墨烯水分散粒剂

[0032] 将14%藜芦碱、5.5%中生菌素、0.5%氧化石墨烯、8%泊洛沙姆、4%十二烷基硫酸钠、5%十二烷基苯磺酸钙、3%尿素、20%高岭土混合均匀,用超微气流粉碎机粉碎,经捏合,然后加入流化床造粒干燥机中进行造粒、干燥、筛分后取样分析,制得20%藜芦碱·中生菌素·氧化石墨烯水分散粒剂。

[0033] 实施例6 25%藜芦碱·中生菌素·氧化石墨烯水分散粒剂

[0034] 将15%藜芦碱、9.7%中生菌素、0.3%氧化石墨烯、5%甘油脂肪酸酯聚氧乙烯醚、6%十二烷基苯磺酸钙、4.5%硫酸铵、24.5%高岭土混合均匀,用超微气流粉碎机粉碎,经捏合,然后加入流化床造粒干燥机中进行造粒、干燥、筛分后取样分析,制得25%藜芦碱·中生菌素·氧化石墨烯水分散粒剂。

[0035] 实施例7 实施例1~6杀菌组合物对大白菜软腐病菌的抑菌活性

[0036] 采用微量稀释法测定实施例1~6杀菌组合物对大白菜软腐病菌的抑菌活性。步骤

如下:

[0037] 将供试细菌接入Mueller-Hinton肉汤培养基中,于35℃培养48h,至轻度浑浊后转入0.9%生理盐水中,调整至麦氏浊度0.5(测定方法为使用分光光度计使其在650nm波长下吸光度为0.020),再以Mueller-Hinton肉汤培养基稀释200倍备用。将稀释好的菌液接到96孔板中,每孔加液量100μL,再分别加入实施例1~6杀菌组合物,以硫酸链霉素为阳性对照,以带菌培养液和加药(实施例1~6杀菌组合物)不接菌的处理为阴性对照。将处理好的96孔板置于35℃培养箱中培养20h,于650nm波长下测定透光率,记录实施例1~6杀菌组合物对供试细菌的抑制生长最低浓度(MIC),以透光度大于85%为抑制生长的标准,结果见表1。

[0038] 表1实施例1~6杀菌组合物对大白菜软腐病菌的最低抑制浓度(MIC)测定结果

[0039]

处理	最低抑制浓度MIC(μg/mL)
实施例1	20
实施例2	18
实施例3	21
实施例4	26
实施例5	16
实施例6	19
硫酸链霉素	120

[0040] 结果表明,本发明实施例1~6杀菌组合物对大白菜软腐病菌的抑菌活性明显高于硫酸链霉素。

[0041] 实施例8藜芦碱、中生菌素和氧化石墨烯对欧文氏杆菌的毒力测定

[0042] 藜芦碱、中生菌素和氧化石墨烯复配对大白菜软腐病菌欧文氏杆菌毒力测定试验,具体配比和结果见表2~3。

[0043] 表2藜芦碱、中生菌素、氧化石墨烯单剂对欧文氏杆菌实测毒力指数

[0044]

处理	EC ₅₀ (μg/mL)	TI
藜芦碱	0.62	100
中生菌素	2.19	28.31
氧化石墨烯	25.59	2.42

[0045] 表3藜芦碱、中生菌素和氧化石墨烯不同比例复配对欧文氏杆菌毒力测定结果分析

[0046]

处理	EC ₅₀ (μg/mL)	ATI	TTI	共毒系数(CTC)
藜芦碱+中生菌素+氧化石墨烯 12:7.5:0.5	0.56	110.71	70.68	156.6
藜芦碱+中生菌素+氧化石墨烯 13.7:6:0.3	0.49	126.53	77.03	164.3
藜芦碱+中生菌素+氧化石墨烯 9:5.5:0.5	0.50	124.00	70.46	175.9
藜芦碱+中生菌素+氧化石墨烯 8.7:6:0.3	0.48	129.17	69.37	186.2

[0047]

藜芦碱+中生菌素+氧化石墨烯 14:5.5:0.5	0.43	144.19	77.85	185.2
藜芦碱+中生菌素+氧化石墨烯 15:9.7:0.3	0.51	121.57	71.01	171.1
藜芦碱+中生菌素+氧化石墨烯 25:15:1	0.83	74.70	71.39	104.6

[0048] 结果表明,藜芦碱、中生菌素和氧化石墨烯对大白菜软腐病的防治效果显著提高,三者复配比例在本发明范围内对欧文氏杆菌有显著的增效作用,共毒系数均在150以上,增效作用明显;而三者复配比例不在本发明范围内的,对西葫芦软腐病菌只能达到相加作用,共毒系数低于120。

[0049] 实施例9田间药效验证实验

[0050] 试验方法:在发病初期进行一次喷雾,每个处理3个小区,每个小区20m²。于药前和药后10天调查统计发病情况,每个小区5点随机取样,调查整株上每叶片的病斑面积占叶片面积的百分率,计算病情指数和防治效果。每组所喷洒的药剂量以组合物中有效成分含量相同为依据。

[0051] 采用实施例1~6杀菌组合物对大白菜软腐病进行田间实验,结果如表4所示:

[0052] 表4大白菜软腐病病情指数及防治效果

[0053]

处理 \ 调查结果	病情指数	防治效果 (%)
实施例 1	8.7	92.4
实施例 2	9.9	83.2
实施例 3	10.8	88.4
实施例 4	9.5	85.0
实施例 5	11.2	83.1
实施例 6	12.0	81.2

[0054] 结果表明,藜芦碱、中生菌素和氧化石墨烯复配对大白菜软腐病的防治效果显著。

[0055] 最后所应当说明的是,以上实施例仅用以说明本发明的技术方案而非对本发明保护范围的限制,对于本领域的普通技术人员来说,在上述说明及思路的基础上还可以做出其它不同形式的变化或变动,这里无需也无法对所有的实施方式予以穷举。凡在本发明的精神和原则之内所作的任何修改、等同替换和改进等,均应包含在本发明权利要求的保护范围之内。