



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101967203 A

(43) 申请公布日 2011.02.09

(21) 申请号 201010288868.8

A01P 3/00(2006.01)

(22) 申请日 2010.09.21

(71) 申请人 农业部规划设计研究院

地址 100125 北京市朝阳区麦子店街 41 号
农业部规划设计研究院

(72) 发明人 王士奎 刘卫萍 王金环 张志民
胡雪芳

(74) 专利代理机构 北京双收知识产权代理有限
公司 11241

代理人 王玉松

(51) Int. Cl.

C08B 37/00(2006.01)

A01N 43/16(2006.01)

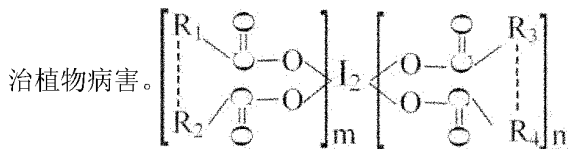
权利要求书 1 页 说明书 7 页

(54) 发明名称

寡聚酸碘及其制备方法与应用

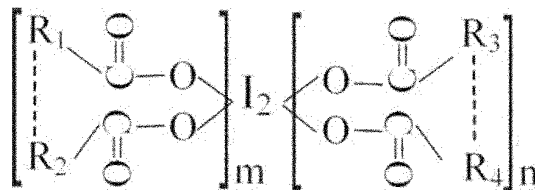
(57) 摘要

本发明公开了一种寡聚酸碘及其制备方法与
应用。本发明所提供的寡聚酸碘,分子结构式为式
I 所示,其中, $m \geq 2, n \geq 2$, $R_1、R_2、R_3、R_4$ 均为寡聚
葡萄糖(酸)基、寡聚 N-乙酰葡萄糖(酸)基、寡聚
D-氨基葡萄糖(酸)基、寡聚半乳糖(酸)基、寡聚
古洛糖(酸)基、寡聚甘露糖(酸)基或寡聚木
糖(酸)基。寡聚酸碘的制备方法,是将寡聚酸或
寡聚酸盐与碘在水和醇混合溶剂中混合,搅拌,温
度控制在 $50 \sim 70^\circ\text{C}$, 反应结束后得到寡聚酸碘。
本发明的寡聚酸碘,保证了碘在结构物质中的稳
定性,具有极强的触杀植物病菌的效果,同时保持
和增强了寡糖的诱导植物抗病能力,快速持效防



式 I

1. 寡聚酸碘, 分子结构式为式 I 所示,



式 I

其中, $m \geq 2$, $n \geq 2$, R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 均为寡聚葡糖(酸)基、寡聚 N-乙酰葡萄糖(酸)基、寡聚 D-氨基葡萄糖(酸)基、寡聚半乳糖(酸)基、寡聚古洛糖(酸)基、寡聚甘露糖(酸)基或寡聚木糖(酸)基。

2. 根据权利要求 1 所述的寡聚酸碘, 其特征在于: 所述 m 为 6 ~ 10, 所述 n 为 6 ~ 10。

3. 寡聚酸碘的制备方法, 包括如下步骤:

寡聚酸或寡聚酸盐与碘在水和醇混合溶剂中混合, 搅拌, 温度控制在 50 ~ 70℃, 反应结束后得到寡聚酸碘。

4. 根据权利要求 3 所述的方法, 其特征在于: 所述寡聚酸盐为寡聚酸钾、寡聚酸铵、寡聚酸锌、寡聚酸亚铁、寡聚酸铜或寡聚酸锰。

5. 根据权利要求 3 或 4 所述的方法, 其特征在于: 所述醇选自甲醇、乙醇、乙二醇、丙三醇、正丁醇、甘露醇和木糖醇中的任一种或几种。

6. 根据权利要求 5 所述的方法, 其特征在于: 所述水和醇的体积比为 1 : (0.01 ~ 1)。

7. 根据权利要求 6 所述的方法, 其特征在于: 所述寡聚酸或寡聚酸盐与碘的质量比为 (15 ~ 22) : 11。

8. 根据权利要求 7 所述的方法, 其特征在于: 所述寡聚酸或寡聚酸盐和碘在混合溶剂中的质量百分含量为 17 ~ 36%。

9. 根据权利要求 8 所述的方法, 其特征在于: 所述搅拌速度为 80 ~ 120r/min。

10. 权利要求 1 所述的寡聚酸碘在作为植物诱抗剂中的应用。

寡聚酸碘及其制备方法与应用

技术领域

[0001] 本发明涉及一种寡聚酸碘及其制备方法与应用。

背景技术

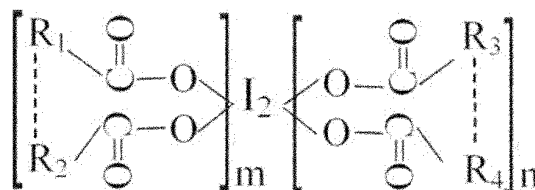
[0002] 以氨基寡糖素为代表的寡糖类植物诱抗剂,在农业生产中已经得到了广泛的应用,近期已经在国家农业部药检所登记了预防植物病毒病、晚疫病、枯萎病及黄萎病等病害,就寡糖类植物诱抗剂的分子结构而言,对植物的病害只能以诱导植物产生抗病因子而达到预防植物病害的目的,所以常因为植物的生长时期不同,气候环境的变化,病菌的侵害程度等因素的影响,造成这类农药防病害能力的不稳定性,同时,由于其速效性差,从而限制了植物诱抗剂在农业生产中的广泛应用。碘在农业生产中的应用具有巨大的潜力,碘原子利用其氧化杀菌原理在极低浓度下对植物病毒性、细菌性和真菌性病害有强烈的抑制和灭活作用,同时也是部分植物的生长调节因子,对促进植物营养生长和生殖生长有良好的调节作用,但由于其易升华造成的不稳定性,限制了其在种植业广泛的应用。目前业已获得发明专利授予权的德国专利 DE-2941387 和 DE-3060935 提供了聚乙烯吡咯烷酮碘(PVP-碘)由于成本问题作为消毒剂只应用于医疗卫生领域,而中国专利 CN1207271C 发明的氨基酸络合碘,由于氨基酸作为营养成分,对病害不表现诱导抗病的免疫学功能,在水产业得到了部分推广应用,在种植业未见广泛推广应用的报道。

发明内容

[0003] 本发明的目的是提供一种快速持效防治的植物病害的寡聚酸碘及其制备方法与应用。

[0004] 本发明所提供的寡聚酸碘,分子结构式为式 I 所示,

[0005]



[0006] 其中, $m \geq 2$, $n \geq 2$, R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 均为寡聚葡糖(酸)基、寡聚 N-乙酰葡萄糖(酸)基、寡聚 D-氨基葡萄糖(酸)基、寡聚半乳糖(酸)基、寡聚古洛糖(酸)基、寡聚甘露糖(酸)基或寡聚木糖(酸)基。

[0007] 本发明的寡聚酸碘,其中:所述 m 为 6 ~ 10, 所述 n 为 6 ~ 10。

[0008] 本发明所提供的寡聚酸碘的制备方法,包括如下步骤:

[0009] 寡聚酸或寡聚酸盐与碘在水和醇混合溶剂中混合,搅拌,温度控制在 50 ~ 70℃,反应结束后得到寡聚酸碘。

[0010] 本发明的寡聚酸碘的制备方法,其中:所述寡聚酸盐为寡聚酸钾、寡聚酸铵、寡聚酸锌、寡聚酸亚铁、寡聚酸铜或寡聚酸锰。

[0011] 本发明的寡聚酸碘的制备方法,其中:所述醇选自甲醇、乙醇、乙二醇、丙三醇、正丁醇、甘露醇和木糖醇中的任一种或几种。

[0012] 本发明的寡聚酸碘的制备方法,其中:所述水和醇的体积比为 1 : (0.01 ~ 1)。

[0013] 本发明的寡聚酸碘的制备方法,其中:所述寡聚酸或寡聚酸盐与碘的质量比为 (15 ~ 22) : 11。

[0014] 本发明的寡聚酸碘的制备方法,其中:所述寡聚酸或寡聚酸盐和碘在混合溶剂中的质量百分含量为 17 ~ 36%。

[0015] 本发明的寡聚酸碘的制备方法,其中:所述搅拌速度为 80 ~ 120r/min。

[0016] 本发明的寡聚酸碘可用作植物诱抗剂。

[0017] 本发明的寡聚酸碘,保证了碘在结构物质中的稳定性,具有极强的触杀植物病菌的效果,同时保持和增强了寡糖的诱导植物抗病能力,快速持效防治植物病害。

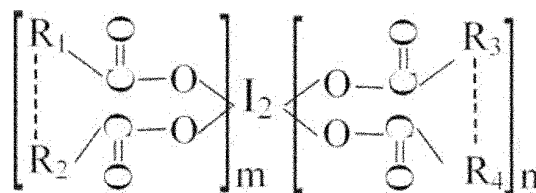
具体实施方式

[0018] 实施例 1、

[0019] 取寡聚葡萄糖酸 10 克,碘 5 克于 250 毫升圆底烧瓶中,加入丙三醇 1 毫升,水 84 毫升,搅拌加热至 50℃,反应 10 小时,停止加热,过滤,得到红棕色液体。

[0020] 核磁和红外分析红棕色液体的结构为:

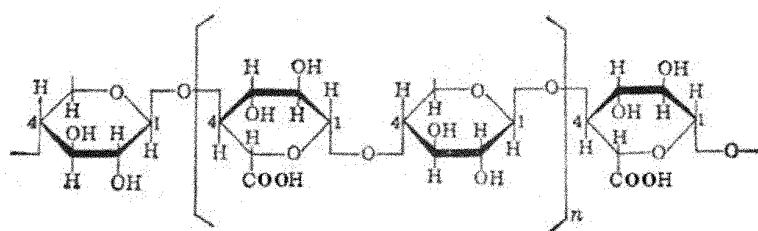
[0021]



[0022] 其中 $m = 6 \sim 10$; $n = 6 \sim 10$

[0023] R1, R2, R3, R4 的结构皆为:

[0024]



[0025] 选择黄瓜霜霉病历年发病均较重试验地,试验期间自然发生黄瓜霜霉病。选择地势平坦,土壤性状一致,肥力均匀中等地块种植黄瓜,设 4 个处理:

[0026] 处理 1 为在发病初期,将 69% 安克锰锌稀释 800 倍,喷施 3 次,间隔 5 ~ 7 天,每亩用量 50 克;

[0027] 处理 2 为在发病初期,将 75% 百菌清可湿性粉剂稀释 600 倍,喷施 3 次,间隔 5 ~ 7 天,每亩用量 60 克;

[0028] 处理 3 为在发病初期,将 58% 甲霜灵·锰锌可湿性粉剂稀释 600 倍,喷施 3 次,间隔 5 ~ 7 天,每亩用量 60 克;

[0029] 处理 4 为在发病初期,将 20% 上述制备的寡聚碘稀释 1500 倍,喷施 3 次,间隔 5~7 天,每亩用量 35 克;

[0030] 处理组 5 为在发病初期施清水作为对照,每亩 90 千克;

[0031] 上述 5 种处理,每个处理设 4 次重复,共 20 个小区,随机区组排列。每小区面积 5 亩。除施用药物不一样外各小区其他管理一致,田间管理按当地习惯进行。

[0032] 对用药后黄瓜的霜霉病发展情况进行记录,计算防治效果。

[0033] 防治效果(%) = (对照区发病率 - 处理区发病率) / 对照区发病率 × 100。

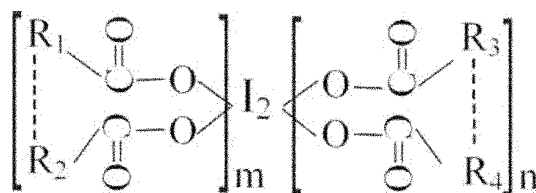
[0034] 结果表明 4 种药剂对黄瓜霜霉病均有一定的防治效果。第三次喷药后 14 天,处理组 4 的防效最好,防效为 78%;其次为处理组 3,防效为 70%;处理组 2 的防效最差,防效为 65%。

[0035] 实施例 2、

[0036] 取寡聚 N-乙酰氨基葡萄糖酸 12 克,碘 11 克于 250 毫升圆底烧瓶中,加入乙醇 40 毫升,水 40 毫升,搅拌加热至 65°C,反应 6 小时,后升温至 80°C,除去部分乙醇及未络合碘,得到红棕色液体。

[0037] 核磁和红外分析红棕色液体的结构为:

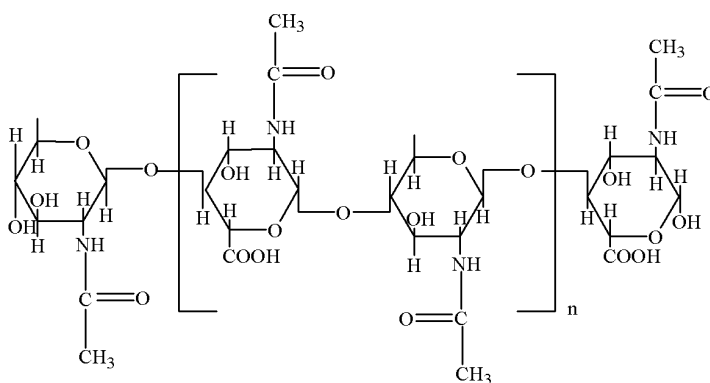
[0038]



[0039] 其中 $m = 6 \sim 10$; $n = 6 \sim 10$

[0040] R1, R2, R3, R4 的结构皆为:

[0041]



[0042] 选择水稻稻瘟病历年发病均较重试验地,试验期间自然发生水稻稻瘟病。选择地势平坦,土壤性状一致,肥力均匀中等地块种植水稻,设 4 个处理:

[0043] 处理 1 为在发病初期,将 50% 多菌灵可湿性粉剂稀释 1000 倍,喷施 3 次,间隔 5~7 天,每亩用量 45 克;

[0044] 处理 2 为在发病初期,将 50% 稻瘟净乳剂稀释 600 倍,喷施 3 次,间隔 5~7 天,每亩用量 60 克;

[0045] 处理 3 为在发病初期,将 40% 富士一号可湿性粉剂稀释 1000 倍,喷施 3 次,间隔

5 ~ 7 天,每亩用量 45 克;

[0046] 处理 4 为在发病初期,将 75% 稻瘟灵可湿性粉剂稀释 1000 倍,喷施 3 次,间隔 5 ~ 7 天,每亩用量 45 克;

[0047] 处理 5 为在发病初期,将 2% 春雷霉素稀释 1000 倍,喷施 3 次,间隔 5 ~ 7 天,每亩用量 45 克;

[0048] 处理 6 为在发病初期,将 20% 上述制备的寡聚酸碘稀释 1500 倍,喷施 3 次,间隔 5 ~ 7 天,每亩用量 35 克;

[0049] 处理组 7 为在发病初期,喷施清水作为对照,每亩 90 千克;

[0050] 上述 7 种处理,每个处理设 4 次重复,共 28 个小区,随机区组排列。每小区面积 5 亩。除施用药物不一样外各小区其他管理一致,田间管理按当地习惯进行。

[0051] 对用药后水稻稻瘟病发展情况进行记录,计算防治效果。

[0052] 防治效果 (%) = (对照区发病率 - 处理区发病率) / 对照区发病率 × 100。

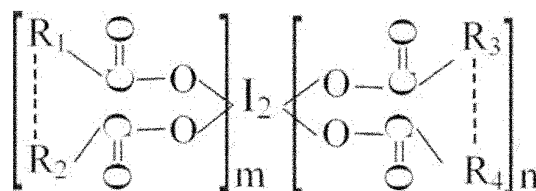
[0053] 结果表明,处理 6 的水稻稻瘟病有较好的防治效果,防效为 77%,处理 2 的穗瘟的防效为 70%,处理 1 的穗瘟的防效为 65%,处理 4 的穗瘟的防效为 73%,处理 3 穗瘟的防效为 79%,处理 5 的防效为 75%。

[0054] 实施例 3、

[0055] 取寡聚葡萄糖酸钾 18 克,碘 11 克于 250 毫升圆底烧瓶中,加入丙三醇 1 毫升,水 80 毫升,搅拌加热至 70°C,反应 6 小时,停止加热,过滤,化验碘含量,得到红棕色液体。

[0056] 核磁和红外分析红棕色液体的结构为:

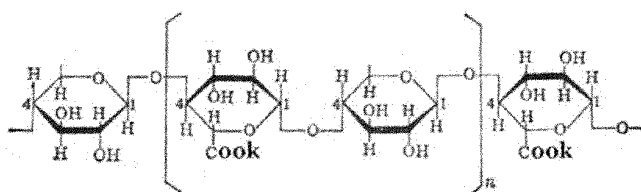
[0057]



[0058] 其中 $m = 6 \sim 10$; $n = 6 \sim 10$

[0059] R1, R2, R3, R4 的结构皆为:

[0060]



[0061] 在河北省廊坊市安次县试验区番茄日光温室内,于花期即番茄灰霉病盛发期,进行防治试验,设 3 个处理:

[0062] 处理 1 为在花期,将 20% 上述制备的寡聚酸碘稀释 1500 倍,喷施 3 次,间隔 5 ~ 7 天,每亩用量 35 克;

[0063] 处理 2 为在花期,将 50% 速克灵 WP 稀释 1000 倍,喷施 3 次,间隔 5 ~ 7 天,每亩用量 45 克;

[0064] 处理 3 为在花期喷施清水作为对照,每亩 90 千克;

[0065] 每个处理设 4 次重复,共 12 个小区,随机区组排列。每小区面积 10m²。除施用药物不一样外各小区其他管理一致。

[0066] 调查方法按每小区内呈三角状选定 3 株,药前调查病情基数,药后第 7 天,第 14 天调查所有花和果实的病情,计算防治效果。

[0067] 防治效果 (%) = (对照区发病率 - 处理区发病率) / 对照区发病率 × 100。

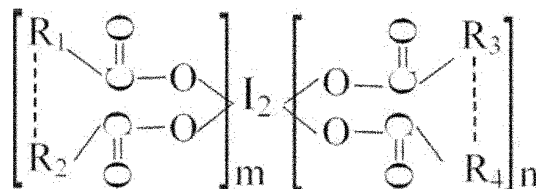
[0068] 结果表明,上述制备的寡聚酸碘 7 天和 14 天的防效均显著高于速克灵 WP,7 天的防效为 76.5%,14 天防效为 85.6%,既表现了良好的快效性,又具有很好的持效性;而速克灵 WP7 天的防效为 70.8%,14 天的防效为 80.5%。

[0069] 实施例 4、

[0070] 取寡聚葡萄糖酸铵 15 克,碘 11 克于 250 毫升圆底烧瓶中,加入乙醇 4 毫升,丙三醇 20 毫升,水 50 毫升,搅拌加热至 65℃,反应 8 小时,停止加热,过滤,化验碘含量,,得到红棕色液体。

[0071] 核磁和红外分析红棕色液体的结构为:

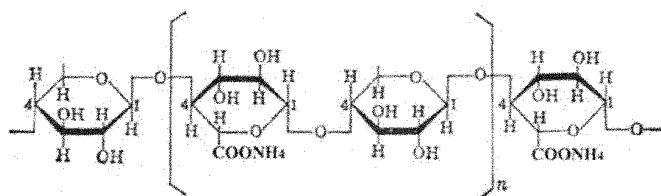
[0072]



[0073] 其中 $m = 6 \sim 10$; $n = 6 \sim 10$

[0074] R1, R2, R3, R4 的结构皆为:

[0075]



[0076] 在河北省卢龙县葡萄试验基地,于葡萄果实始熟期,进行炭疽病防治试验,设 6 个处理:

[0077] 处理 1 为在果实始熟期,将 20% 上述制备的寡聚酸碘稀释 1500 倍,喷施 3 次,间隔 5 ~ 7 天,每亩用量 35 克;

[0078] 处理 2 为在果实始熟期,将 50% 退菌特稀释 500 倍,喷施 3 次,间隔 5 ~ 7 天,每亩用量 90 克;

[0079] 处理 3 为在果实始熟期,将 75% 百菌清液稀释 600 倍,喷施 3 次,间隔 5 ~ 7 天,每亩用量 60 克;

[0080] 处理 4 为在果实始熟期,将 80% 炭疽福美稀释 800 倍,喷施 3 次,间隔 5 ~ 7 天,每亩用量 50 克;

[0081] 处理 5 为在果实始熟期,将 80% 代森锰锌稀释 800 倍,喷施 3 次,间隔 5 ~ 7 天,每亩用量 50 克;

[0082] 处理 6 为在果实始熟期喷施清水作为对照,每亩 90 千克;

[0083] 上述 6 种处理,每个处理设 4 次重复,共 24 个小区,随机区组排列。每小区面积 10m²。除施用药物不一样外各小区其他管理一致。

[0084] 对用药后炭疽病发展情况进行记录,计算防治效果。

[0085] 防治效果(%) = (对照区发病率 - 处理区发病率) / 对照区发病率 × 100。

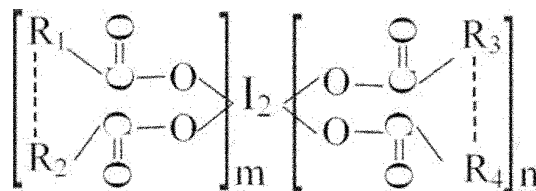
[0086] 结果表明,退菌特的防治效果为 70%,百菌清的防治效果为 65%,炭疽福美的防治效果为 70%,代森锰锌的防治效果为 68%,寡聚酸碘的防治效果为 75%。

[0087] 实施例 5、

[0088] 取寡聚葡萄糖酸锌 15 克,碘 11 克于 250 毫升圆底烧瓶中,加入乙二醇 5 毫升,丙三醇 15 毫升,水 53 毫升,搅拌加热至 65℃,反应 8 小时,停止加热,过滤,化验碘含量,得到红棕色液体。

[0089] 核磁和红外分析红棕色液体的结构为:

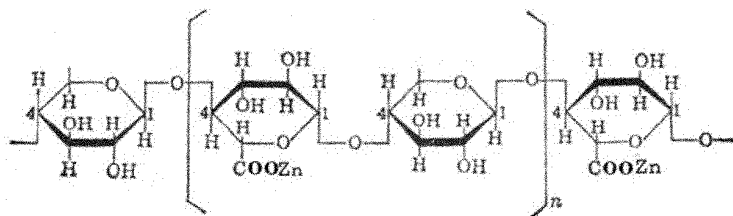
[0090]



[0091] 其中 $m = 6 \sim 10$; $n = 6 \sim 10$

[0092] R1, R2, R3, R4 的结构皆为:

[0093]



[0094] 在河北省唐海县实验区,选择水稻稻瘟病发病均较重试验地,设 4 个处理:

[0095] 处理 1 为在发病初期,将 40%富士一号可湿性粉剂稀释 1000 倍,喷施 3 次,间隔 5~7 天,每亩用量 45 克;

[0096] 处理 2 为在发病初期,将 2%春雷霉素稀释 1000 倍,喷施 3 次,间隔 5~7 天,每亩用量 45 克;

[0097] 处理 3 为在发病初期,将 20%上述制备的寡聚酸碘稀释 1500 倍,喷施 3 次,间隔 5~7 天,每亩用量 35 克;

[0098] 处理组 4 为在发病初期,喷施清水作为对照,每亩 90 千克;

[0099] 上述 4 种处理,每个处理设 4 次重复,每小区面积 5 亩。除施用药物不一样外各小区其他管理一致,田间管理按当地习惯进行。

[0100] 对用药后水稻稻瘟病发展情况进行记录,计算防治效果。

[0101] 防治效果(%) = (对照区发病率 - 处理区发病率) / 对照区发病率 × 100。

[0102] 结果表明,处理 1 的水稻稻瘟病有较好的防治效果,防效为 78%,处理 2 的穗瘟的防效为 70%,处理 3 的穗瘟的防效为 75%。

[0103] 实施例 6、

