



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 112028698 B

(45) 授权公告日 2022.08.12

(21) 申请号 202010878165.4

B82Y 40/00 (2011.01)

(22) 申请日 2020.08.27

(56) 对比文件

(65) 同一申请的已公布的文献号

CN 101589709 A, 2009.12.02

申请公布号 CN 112028698 A

CN 101420922 A, 2009.04.29

(43) 申请公布日 2020.12.04

王立英. “羟基磷灰石-尿素复合物的制备及缓释性能的研究”. 《中国优秀博硕士学位论文全文数据库(硕士)工程科技I辑》. 2013, (第1期), B016-92.

(73) 专利权人 中南林业科技大学

地址 410000 湖南省长沙市天心区韶山南路498号, 中南林业科技大学求新楼402

Nilwala Kottegoda et al.. “A green slow-release fertilizer composition based on urea-modified hydroxyapatite nanoparticles encapsulated wood”. 《CURRENT SCIENCE》. 2011, 第101卷(第1期), 第73-78页.

(72) 发明人 李永 刘婷 李黄维 李自迁

张徐源 易心钰 闫文德

(74) 专利代理机构 长沙新裕知识产权代理有限公司 43210

专利代理师 刘加

审查员 林美露

(续)

(51) Int. Cl.

C05G 3/40 (2020.01)

C05G 5/12 (2020.01)

C05C 9/00 (2006.01)

C01B 25/32 (2006.01)

权利要求书1页 说明书7页 附图3页

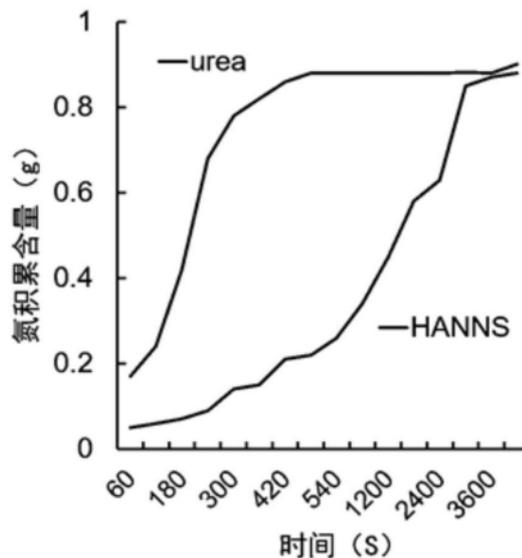
(54) 发明名称

一种羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥的合成方法, 包括以下步骤: 将纳米级尿素与高孔隙率的纳米级羟基磷灰石共同投入容器中, 向容器中加入蒸馏水, 搅拌至纳米级尿素全部溶解, 用氨水调节溶液pH至7.6~8.6, 再继续搅拌得到前驱液; 使用真空抽滤机前驱液进行抽滤、收集产物, 所得产物经干燥后得到纳米级缓释氮肥初品; 将纳米级缓释氮肥初品置于圆形模具内, 经加压、卸压、脱模后得到所述羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥。本发明采用一步法在高孔隙率的纳米级羟基磷灰石表面和空腔内成功包被上纳米级尿素, 实现了氮肥的动力学缓慢释放, 保证氮素肥力稳定, 有利于植物对肥

力的吸收。



CN 112028698 B

[接上页]

(56) 对比文件

Chirâa Elidrissi Elhassani et al..
“Urea-impregnated HAP encapsulated by
lignocellulosic biomass-extruded
composites: A novel slow-release
fertilizer”.《Environmental Technology &

Innovation》.2019, (第15期), 100403.

Nilwala Kottegoda et al.. “Urea-
Hydroxyapatite Nanohybrids for Slow
Release of Nitrogen”.《ACS Nano》.2017, (第
11期), 第1214-1221页.

1. 一种羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥的合成方法,其特征在于,包括以下步骤:

S10,将纳米级尿素与高孔隙率的纳米级羟基磷灰石共同投入容器中,向容器中加入蒸馏水,搅拌至纳米级尿素全部溶解,用氨水调节溶液pH至7.6~8.6,再继续搅拌100min~180min,得到前驱液;

S20,使用真空抽滤机对S10得到的前驱液进行抽滤、收集产物,所得产物经干燥后得到纳米级缓释氮肥初品;

S30,将S20得到的纳米级缓释氮肥初品置于圆形模具内,经加压、卸压、脱模后得到所述羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥;

其中,S10中,所述高孔隙率的纳米级羟基磷灰石的制备方法,包括:

S11,将纳米级羟基磷灰石加入至高浓度碳酸氢钾溶液中,然后立即转移至水热反应釜中,封闭水热反应釜,在常温下静置12h~14h;

S12,将经过S11静置后的水热反应釜放入水热仪中,在160℃~180℃进行水热反应,反应结束后,所得产物经干燥,得到前驱粉体;

S13,将S12得到的前驱粉体转移至气氛炉中,升温至300℃~350℃,保温0.5h~1h,冷却后,取出热处理产物;

S14,将S13得到的热处理产物进行研磨,得到高孔隙率的纳米级羟基磷灰石;

S10中,所述纳米级尿素与高孔隙率的纳米级羟基磷灰石的质量比为1~2:1;

S10中,所述纳米级尿素与加入的蒸馏水的质量体积比为2g~5g:1L;

S10中,所述搅拌时的温度为30℃~35℃,搅拌时的转速为200rpm~300rpm;

S20中,所述干燥的温度为25℃~28℃,干燥的时间为48h;

S20中,所述纳米级缓释氮肥初品还包括采用磷酸盐进行浸泡,再进行干燥处理的步骤;

S30中,所述羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥的平均粒径为40nm~50nm、包封率为34.57%~48.12%、载药量为55.64mg/g~78.12mg/g;

S11中,所述高浓度碳酸氢钾溶液未使用前密封保存,高浓度碳酸氢钾溶液的浓度为10mol/L~20mol/L;

S12中,所述水热反应的时间为4h~12h;

S12中,所述水热反应是微波水热反应,微波水热反应时间为1h~3h。

一种羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于环保化肥技术领域,涉及一种羟基磷灰石基底的纳米缓释氮肥的合成方法。

背景技术

[0002] 氮是植物生长最重要的元素之一,氮肥的施用为促进现代农业生产发展中发挥了重要作用,但较低的氮肥利用率造成了资源、能源的巨大浪费以及农产品和土壤、水体的重度污染。我国是世界上最大的氮肥生产国和消费国,但据研究统计,我国的氮肥利用率较低,主要作物对氮肥的当季利用率约为30%~35%,损失率平均达45%,氨挥发导致的损失可高达施氮量的40%~50%。氮肥最主要的损失途径表现为硝化与反硝化作用,占氮肥总施用量的34%。如何提高氮肥利用率、减少氮素损失、避免氮污染是各国发展可持续、高效农业所共同关注的问题。

[0003] 利用不同的技术方法来提高肥料利用率是研究如何阻止或减少养分淋失问题中的核心,而缓释肥料又是解决这一核心问题的有效措施和重要手段。缓释肥料是指通过养分的化学复合或物理作用,使其对作物的有效态养分随着时间而缓慢释放的化学肥料,具有控释和缓释养分的双重功能,具有节省施肥劳力、节约成本、显著提高肥料利用率、减少 NO_3^- 渗漏及氮素挥发等优点。包膜肥料是缓释肥料的一种,是以颗粒化肥为核心,表面涂覆一层微水溶性的无机物或有机高分子聚合物,该物质利用薄膜孔径大小、化学或生物分解速度来控制养分释放速度,可改变肥料养分的溶出特性,延长或控制肥料养分释放,使其养分的释放与作物的需肥规律相协调的新型肥料。

[0004] 目前,现有技术中缓释氮肥的制备方法主要有两种:一种是添加硝化抑制剂、尿素酶抑制剂、氮素稳定剂等,如添加DMPP(3,4-二甲基吡唑磷酸盐),这种方法不但成本较高,而且还有抑制土壤中有益菌活动的副作用,破坏土壤的微生态环境,影响土壤的高效持续使用,其本质是对自然环境的破坏;另一种方法是物理涂层法,这种涂层方式使缓释肥料有很好的疏水表面,但是当表面未破坏时,肥力不易释放,而在表层膜破坏后,肥力迅速释放,由于植物根系不可能迅速吸收所有释放的肥力,造成了含氮离子的挥发或反硝化而损失的肥力,因而不能达到缓释氮肥的有益效果,同时不利于植物长期生长过程中对氮肥的需求。

[0005] 纳米材料具有较高的比表面积和体积比等特性,能极大细化材料与环境中生物组织接触的精确度和准确度,使得其在农业生产中有着较高的应用潜力,另外纳米肥料的生物活性高于常规材料,表现出较好的抑菌作用。

[0006] 因此,针对上述问题,需要提供一种新型氮肥,来提高氮肥利用率、减少氮素损失、避免氮污染,并且提供一种步骤温和、生产工艺简单易行,可大规模生产的新型氮肥的合成方法。

发明内容

[0007] 为了解决上述问题,本发明提供一种羟基磷灰石基底的纳米缓释氮肥的合成方

法,实现氮肥的缓慢释放,解决了现有技术中存在的氮肥肥料利用率低等问题。

[0008] 本发明所采用的技术方案是,一种羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥的合成方法,包括以下步骤:

[0009] S10,将纳米级尿素与高孔隙率的纳米级羟基磷灰石共同投入容器中,向容器中加入蒸馏水,搅拌至纳米级尿素全部溶解,用氨水调节溶液pH至7.6~8.6,再继续搅拌100min~180min,得到前驱液;

[0010] S20,使用真空抽滤机对S10得到的前驱液进行抽滤、收集产物,所得产物经干燥后得到纳米级缓释氮肥初品;

[0011] S30,将S20得到的纳米级缓释氮肥初品置于圆形模具内,经加压、卸压、脱模后得到所述羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥;

[0012] 其中,根据市面上已有的缓释肥颗粒与尿素的颗粒形状,圆形颗粒模具比较适宜生产,且圆形颗粒状肥料易溶解,不易结块,施用较方便且有利于肥料的缓释;

[0013] 其中,S10中,高孔隙率的纳米级羟基磷灰石的制备方法,包括:

[0014] S11,将纳米级羟基磷灰石加入至高浓度碳酸氢钾溶液中,然后立即转移至水热反应釜中,封闭水热反应釜,在常温下静置12h~14h;

[0015] 其中,纳米级羟基磷灰石的平均纯度为99.9%,平均粒径为20nm,平均比表面积为 $50\text{m}^2/\text{g}$,形貌为针/杆状;

[0016] S12,将经过S11静置后的水热反应釜放入水热仪中,在 160°C ~ 180°C 进行水热反应,反应结束后,所得产物经干燥,得到前驱粉体;

[0017] S13,将S12得到的前驱粉体转移至气氛炉中,升温至 300°C ~ 350°C ,保温0.5h~1h,冷却后,取出热处理产物;

[0018] S14,将S13得到的热处理产物进行研磨,得到高孔隙率的纳米级羟基磷灰石。

[0019] 进一步地,S10中,纳米级尿素与高孔隙率的纳米级羟基磷灰石的质量比为1~2:1。

[0020] 进一步地,S10中,纳米级尿素与加入的蒸馏水的质量体积比为2g~5g:1L。

[0021] 进一步地,S10中,搅拌时的温度为 30°C ~ 35°C ,搅拌时的转速为200rpm~300rpm。

[0022] 进一步地,S20中,干燥的温度为 25°C ~ 28°C ,干燥的时间为48h。

[0023] 进一步地,S20中,纳米级缓释氮肥初品还包括采用磷酸盐进行浸泡,再进行干燥处理的步骤。

[0024] 进一步地,S30中,羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥的平均粒径为40nm~50nm、包封率为34.57%~48.12%、载药量为55.64mg/g~78.12mg/g。

[0025] 进一步地,S11中,高浓度碳酸氢钾溶液未使用前密封保存,高浓度碳酸氢钾溶液的浓度为10mol/L~20mol/L。

[0026] 进一步地,S12中,水热反应的时间为4h~12h。

[0027] 进一步地,S12中,水热反应是微波水热反应,微波水热反应时间为1h~3h。

[0028] 本发明的原理是:

[0029] (1) 本发明选用合成的高孔隙率的纳米级羟基磷灰石为基底材料,合成的高孔隙率的纳米级羟基磷灰石具有高比表面积和较强的物理吸附性,这种材料无毒无害、新型高效,具有良好的力学、物理稳定性、生物相容性和亲和性;由于植物细胞壁的孔径大概为5~

50nm,吸收纳米颗粒的范围也在50nm左右,粒径过大不利于植物对养分的吸收,因此,本申请采用合成的高孔隙率的纳米级羟基磷灰石为基底材料制备纳米级缓释氮肥,相比现有的传统尿素肥料具有巨大优势,可以达到控制养分释放速率、提高氮肥利用率、减少环境污染的目的。

[0030] (2) 本发明制备纳米级缓释氮肥采用一步合成法,相对于现有技术具有技术进步,现有的缓释肥料的合成方法为了提高基底材料和肥料的相容性,先分别对基底材料和肥料加水进行搅拌使其达到均匀状态,再混合起来进行包膜处理,这种方法不仅时效低,制得成品的载药率等性能指标也不高。而本发明由于参与合成缓释氮肥的两种原料均是纳米级材料,且经预处理的纳米级羟基磷灰石具有高孔隙率性能,因此,其通过一步合成法即可达到高吸附效果,其合成效率相比现有技术显著提高,并且制得的成品的缓释效果更好。上述优势都使得本发明合成的羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥具有显著的产品优势和良好的市场前景。

[0031] (3) 本发明制备高孔隙率的纳米级羟基磷灰石的方法简单、便捷,提高了纳米级羟基磷灰石的孔隙率,扩大了孔隙的孔径,使其更适合作为基底材料用来吸附纳米肥料。具体是:纳米级羟基磷灰石经高浓度碳酸氢钾溶液浸泡,其晶体发生溶胀,使其孔隙的孔径发生扩大,并且由于钾离子的半径大于钙离子,钾离子进入纳米级羟基磷灰石晶体结构中,进一步扩大纳米级羟基磷灰石的孔隙孔径;经过浸泡的纳米级羟基磷灰石再进行水热反应,使得纳米级羟基磷灰石和高浓度的碳酸氢钾充分反应,所得产物再经300℃~350℃热处理,热处理温度高于碳酸氢钾的分解温度,进入纳米级羟基磷灰石的碳酸氢钾分解,气体分解产物随气氛炉的气氛排出炉外,使得纳米级羟基磷灰石内原本碳酸氢钾占位出现孔隙,进而使得纳米级羟基磷灰石的孔隙率提高、孔径增大、孔隙的无序性增加,有利于作为缓释肥料的基底材料。此时得到的高孔隙率的纳米级羟基磷灰石产物中还留存有钾元素,采用这种高孔隙率的纳米级羟基磷灰石作为基底材料的缓释肥料还具有向植物提供钾元素的功效,进一步提高了缓释氮肥的利用率,有助于增益植物的生长。

[0032] 本发明的有益效果是,

[0033] (1) 本发明选用高孔隙率的纳米级羟基磷灰石为基底材料,利用高孔隙率的纳米级羟基磷灰石的高比表面积和较强的物理吸附性,这种材料新型高效,具有良好的力学、物理稳定性、生物相容性和亲和性。

[0034] (2) 本发明采用一步法在高孔隙率的纳米级羟基磷灰石表面和空腔内成功包被上纳米级尿素,制得一种羟基磷灰石基底的纳米缓释氮肥,这种羟基磷灰石基底的纳米缓释氮肥由于其纳米级粒度和高孔隙率、大孔径、孔隙无序化程度高等优点,大幅提高了植物的肥料吸收率,从而达到控制养分释放速率,提高氮肥利用率,减少环境污染的目的。

[0035] (3) 本发明羟基磷灰石基底的纳米缓释氮肥实现了氮肥的动力学缓慢释放,保证氮素肥力稳定,有利于植物对肥力的吸收。

[0036] (4) 本发明制备高孔隙率的纳米级羟基磷灰石的方法简单、便捷,提高了纳米级羟基磷灰石的孔隙率,扩大了孔隙的孔径,使其更适合作为基底材料用来吸附纳米肥料。

[0037] (5) 本发明羟基磷灰石基底的纳米缓释氮肥的一步合成方法合成步骤环保、温和、生产工艺简单易行,可大规模生产。

附图说明

[0038] 为了更清楚地说明本发明实施例或现有技术中的技术方案,下面将对实施例或现有技术描述中所需要使用的附图作简单地介绍,显而易见地,下面描述中的附图仅仅是本发明的一些实施例,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据这些附图获得其他的附图。

[0039] 图1是本发明实施例3合成的羟基磷灰石基底的纳米缓释氮肥的SEM电镜图。

[0040] 图2是本发明实施例3合成的羟基磷灰石基底的纳米缓释氮肥的TEM电镜图。

[0041] 图3是本发明实施例3合成的羟基磷灰石基底的纳米缓释氮肥的定量结果分析图。

[0042] 图4是本发明实施例3合成的羟基磷灰石基底的纳米缓释氮肥的EDS元素图谱。

[0043] 图5是本发明实施例3合成的羟基磷灰石基底的纳米缓释氮肥的动力学释放图。

[0044] 图6是本发明实施例3合成的羟基磷灰石基底的纳米缓释氮肥的氮素利用率结果。

[0045] 图7是本发明实施例3合成的羟基磷灰石基底的纳米缓释氮肥的辣椒长势对比和叶片对比图。

具体实施方式

[0046] 下面将结合本发明实施例,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0047] 实施例1

[0048] 一种羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥的合成方法,其特征在于,包括以下步骤:

[0049] S10,将纳米级尿素与高孔隙率的纳米级羟基磷灰石以1.5:1的质量比共同投入容器中,向容器中加入蒸馏水,纳米级尿素与加入的蒸馏水的质量体积比为3.5g:1L,在30℃下以200rpm的转速搅拌至纳米级尿素全部溶解,用氨水调节溶液pH至8,再继续相同的搅拌温度和转速下搅拌100min,得到前驱液;

[0050] S20,使用真空抽滤机对S10得到的前驱液进行抽滤、收集产物,所得产物经25℃干燥48h后得到纳米级缓释氮肥初品;

[0051] S30,将S20得到的纳米级缓释氮肥初品置于圆形模具内,经加压、卸压、脱模后得到平均粒径为48nm、封装率为34.57%、载药量为55.64mg/g的羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥;

[0052] 其中,S10中,所述高孔隙率的纳米级羟基磷灰石的制备方法,包括:

[0053] S11,将纳米级羟基磷灰石加入至高浓度碳酸氢钾溶液中,然后立即转移至水热反应釜中,封闭水热反应釜,在常温下静置12h;高浓度碳酸氢钾溶液未使用前密封保存,高浓度碳酸氢钾溶液的浓度为10mol/L;

[0054] S12,将经过S11静置后的水热反应釜放入水热仪中,在160℃进行水热反应4h,反应结束后,所得产物经干燥,得到前驱粉体;

[0055] S13,将S12得到的前驱粉体转移至气氛炉中,升温至300℃,保温0.5h,冷却后,取出热处理产物;

- [0056] S14,将S13得到的热处理产物进行研磨,得到高孔隙率的纳米级羟基磷灰石。
- [0057] 实施例2
- [0058] 一种羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥的合成方法
- [0059] S10,将纳米级尿素与高孔隙率的纳米级羟基磷灰石以2:1的质量比共同投入容器中,向容器中加入蒸馏水,纳米级尿素与加入的蒸馏水的质量体积比为5g:1L,在35℃下以300rpm的转速搅拌至纳米级尿素全部溶解,用氨水调节溶液pH至8.6,再继续相同的搅拌温度和转速下搅拌180min,得到前驱液;
- [0060] S20,使用真空抽滤机对S10得到的前驱液进行抽滤、收集产物,所得产物经28℃干燥48h后得到纳米级缓释氮肥初品;
- [0061] S30,将S20得到的纳米级缓释氮肥初品置于圆形模具内,经加压、卸压、脱模后得到粒径为50nm、包封率为44%、载药量为68.04mg/g的羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥;
- [0062] 其中,S10中,所述高孔隙率的纳米级羟基磷灰石的制备方法,包括:
- [0063] S11,将纳米级羟基磷灰石加入至高浓度碳酸氢钾溶液中,然后立即转移至水热反应釜中,封闭水热反应釜,在常温下静置14h;高浓度碳酸氢钾溶液未使用前密封保存,高浓度碳酸氢钾溶液的浓度为20mol/L;
- [0064] S12,将经过S11静置后的水热反应釜放入水热仪中,在180℃进行微波水热反应3h,反应结束后,所得产物经干燥,得到前驱粉体;
- [0065] S13,将S12得到的前驱粉体转移至气氛炉中,升温至350℃,保温1h,冷却后,取出热处理产物;
- [0066] S14,将S13得到的热处理产物进行研磨,得到高孔隙率的纳米级羟基磷灰石。
- [0067] 实施例3
- [0068] 一种羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥的合成方法
- [0069] S10,将纳米级尿素与高孔隙率的纳米级羟基磷灰石以1:1的质量比共同投入容器中,向容器中加入蒸馏水,纳米级尿素与加入的蒸馏水的质量体积比为2g:1L,在32℃下以238rpm的转速搅拌至纳米级尿素全部溶解,用氨水调节溶液pH至7.6,再继续相同的搅拌温度和转速下搅拌120min,得到前驱液;
- [0070] S20,使用真空抽滤机对S10得到的前驱液进行抽滤、收集产物,所得产物经26℃干燥48h后得到纳米级缓释氮肥初品;得到的纳米级缓释氮肥初品采用磷酸盐进行浸泡,再干燥处理。
- [0071] S30,将S20中经磷酸盐浸泡再次干燥的纳米级缓释氮肥初品置于圆形模具内,经加压、卸压、脱模后得到粒径为40nm、包封率为48.12%、载药量为78.12mg/g的羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥;
- [0072] 其中,S10中,所述高孔隙率的纳米级羟基磷灰石的制备方法,包括:
- [0073] S11,将纳米级羟基磷灰石加入至高浓度碳酸氢钾溶液中,然后立即转移至水热反应釜中,封闭水热反应釜,在常温下静置13h;高浓度碳酸氢钾溶液未使用前密封保存,高浓度碳酸氢钾溶液的浓度为16mol/L;
- [0074] S12,将经过S11静置后的水热反应釜放入水热仪中,在170℃进行水热反应8h,反应结束后,所得产物经干燥,得到前驱粉体;
- [0075] S13,将S12得到的前驱粉体转移至气氛炉中,升温至315℃,保温45min,冷却后,取

出热处理产物；

[0076] S14,将S13得到的热处理产物进行研磨,得到高孔隙率的纳米级羟基磷灰石。

[0077] 实验例1

[0078] 对实施例3制得的羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥的微观形貌进行SEM测试,测试结果如图1所示,由电镜表征可见该合成产物为针/杆状结构的纳米级材料,颗粒平均粒径在48nm左右。

[0079] 对实施例3制得的羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥的微观形貌进一步进行了TEM测试,测试结果如图2所示,图2a为高孔隙率的纳米级羟基磷灰石,图2b为纳米级缓释氮肥的TEM图像,通过对比,可见图2b为纳米级缓释氮肥的外围包覆了一层纳米级尿素,颗粒出现一定的团聚,从图2c的纳米级缓释氮肥内部结构的高分辨透射电镜图(HRTEM)可以看出,在5nm标尺下可分辨出尿素与羟基磷灰石两个晶相的存在,羟基磷灰石为六边形形貌晶格,与尿素具有明显的晶格条纹分界,说明高孔隙率的纳米级羟基磷灰石与纳米级尿素发生了物理吸附。

[0080] 对实施例3制得的羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥的进行定量结果分析和EDS分析,分析结果如图3和图4所示,综合图3结果和图4结果,表明实施例3制得的羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥的主要元素为C(13.72%)、O(37.78%)、Ca(31.81%)和N(1.83%),同时还有P、K和Si等元素。

[0081] 实验例2

[0082] 对实施例3制得的羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥的具体缓释效果进行25℃静水浸提试验。实验结果如图5所示。

[0083] 由图5可知,实施例3制得的羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥的氮素释放特性明显优于传统尿素。与传统尿素肥料(Urea)相比,实施例3制得的羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥(HANNS)的氮素释放速率更慢。

[0084] 传统尿素肥料(Urea)的氮素快速释放时间为360s左右,氮素释放达到86-90%。而实施例3制得的羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥(HANNS)在3600s左右达到86%左右,此后氮素持续释放周期长达7天。图5结果表明,与传统尿素肥料(Urea)相比,实施例3制得的羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥(HANNS)的氮素释放速率降低了12倍,说明本发明羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥显著改善了缓释肥料的氮素释放性能,尽可能使氮素营养供应与植物对养分的需求同步。

[0085] 实验例3

[0086] 将实施例3制得的羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥作为实验例,传统尿素肥料作为对照例,分别施用于辣椒,测试其氮肥实际施用效果。

[0087] 样品选择:辣椒为浅根系植物,茄科辣椒属,为典型的喜温喜光性蔬菜,是我国主栽蔬菜作物之一,也是世界蔬菜之首。生长期间辣椒对肥料的需求大,但其耐肥能力差,不耐贫瘠,但又有研究表明过量施肥会导致辣椒品质和产量。因此,缓释肥料对其生长的研究至关重要。

[0088] 两种氮肥的氮素利用率实验结果如图6所示。图6显示,在相同施氮肥条件下,辣椒实际施用两种肥料后植物对肥料的吸收情况。辣椒施用实施例3制得的羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥,相对于传统尿素肥料,有利于辣椒的生长,氮肥利用率较传统尿素肥料平

均提高5%，表明实施例3制得的羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥释放期的延长对提高辣椒的氮素利用率有促进作用，同时减少了施肥次数和氮的损失，既达到节肥效果又避免了短期局部肥料浓度过高对作物造成伤害。

[0089] 对辣椒分别施用实施例3制得的羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥与传统尿素肥料，记录其生长情况，结果表明：

[0090] 在辣椒施用实施例3制得的羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥与传统尿素肥料前10d，各处理净重和根茎增长都比较缓慢，处理间差异不显著。

[0091] 定植15d后，施用实施例3制得的羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥的辣椒净重较传统尿素肥料高2.4%；根系方面，施用实施例3制得的羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥处理的辣椒的总根长、总根表面积较施用传统尿素肥料的辣椒分别高2%，茎长较施用传统尿素肥料的辣椒高4%；光合特性方面，叶绿素含量显著高于施用传统尿素肥料的辣椒，达10%；净光合速率和气孔导度较传统尿素肥料处理的辣椒均高4%，蒸腾速率高3.5%。

[0092] 两种氮肥对辣椒的生化指标差异也均在应用15d后差异较为明显。施用实施例3制得的羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥的辣椒的蛋白含量在前10d低于施用传统尿素肥料的辣椒，但无显著差异，但在15d后，其含量显著高于使用普通尿素肥料的辣椒10%。氮转运相关的酶活性方面，施用实施例3制得的羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥的辣椒的谷氨酰胺合成酶(GS)和硝酸还原酶(NR)活性变化在初期较平缓，但在应用后期施用实施例3制得的羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥的辣椒的GS和NR酶活分别高于传统尿素肥料处理组的9%和14%。

[0093] 如图7所示，辣椒在施用实施例3制得的羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥前后其长势显著提升，叶片明显成熟。

[0094] 综上，说明本发明一步合成的羟基磷灰石基底的纳米级缓释氮肥相比于传统尿素肥料实现了氮肥的动力学缓慢释放，保证氮素肥力稳定，有利于植物对肥力的吸收。

[0095] 以上所述仅为本发明的较佳实施例而已，并非用于限定本发明的保护范围。凡在本发明的精神和原则之内所作的任何修改、等同替换、改进等，均包含在本发明的保护范围内。

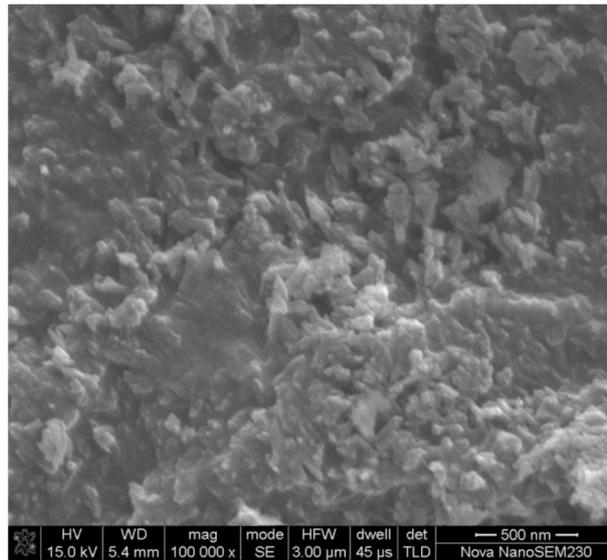


图1

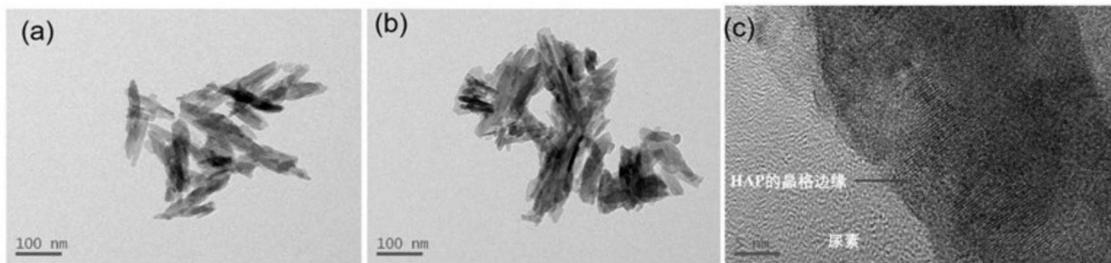
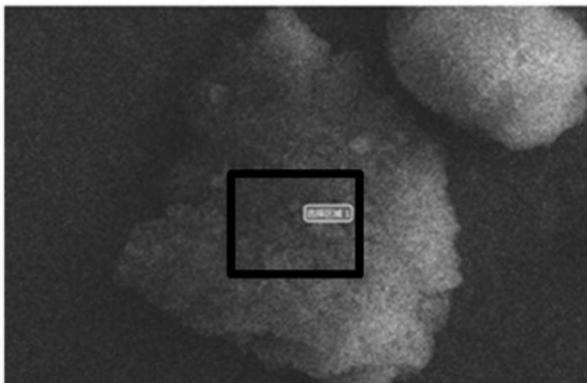


图2



元素	重量%	原子%	Error %
CK	13.72	23.27	9.62
NK	1.83	2.66	17.3
OK	37.78	48.1	10.03
SiK	0.46	0.33	5.75
PK	14.4	9.47	2.62
CaK	31.81	16.17	1.73

图3

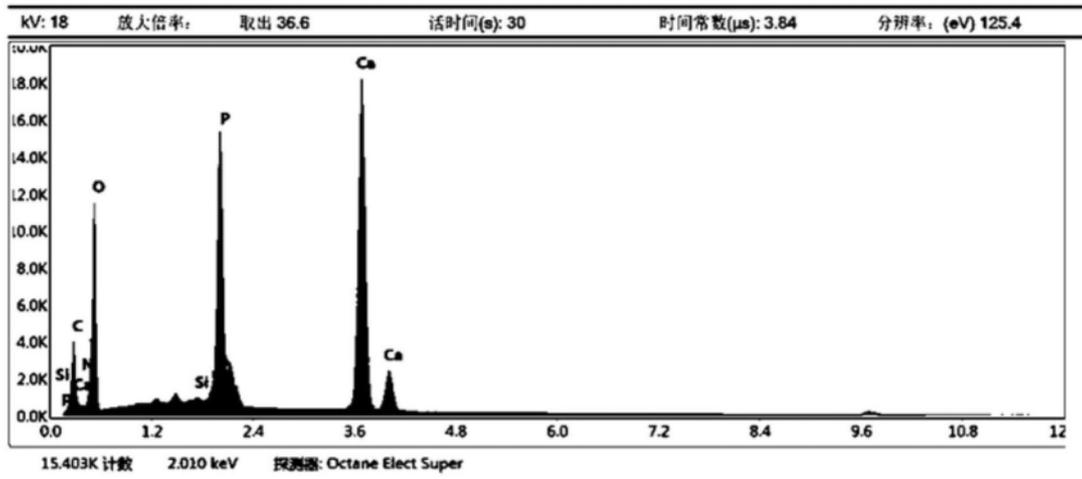


图4

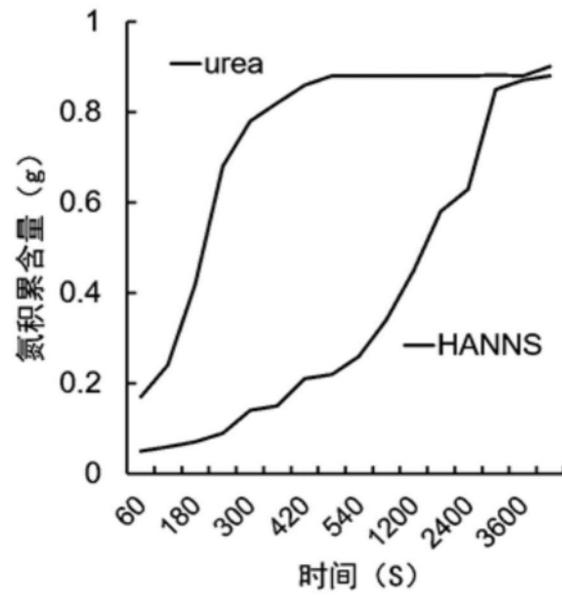


图5

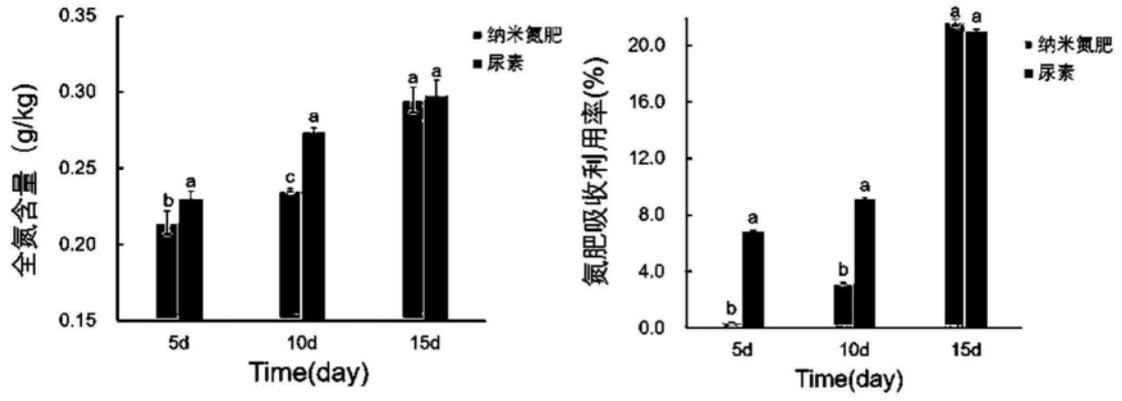


图6

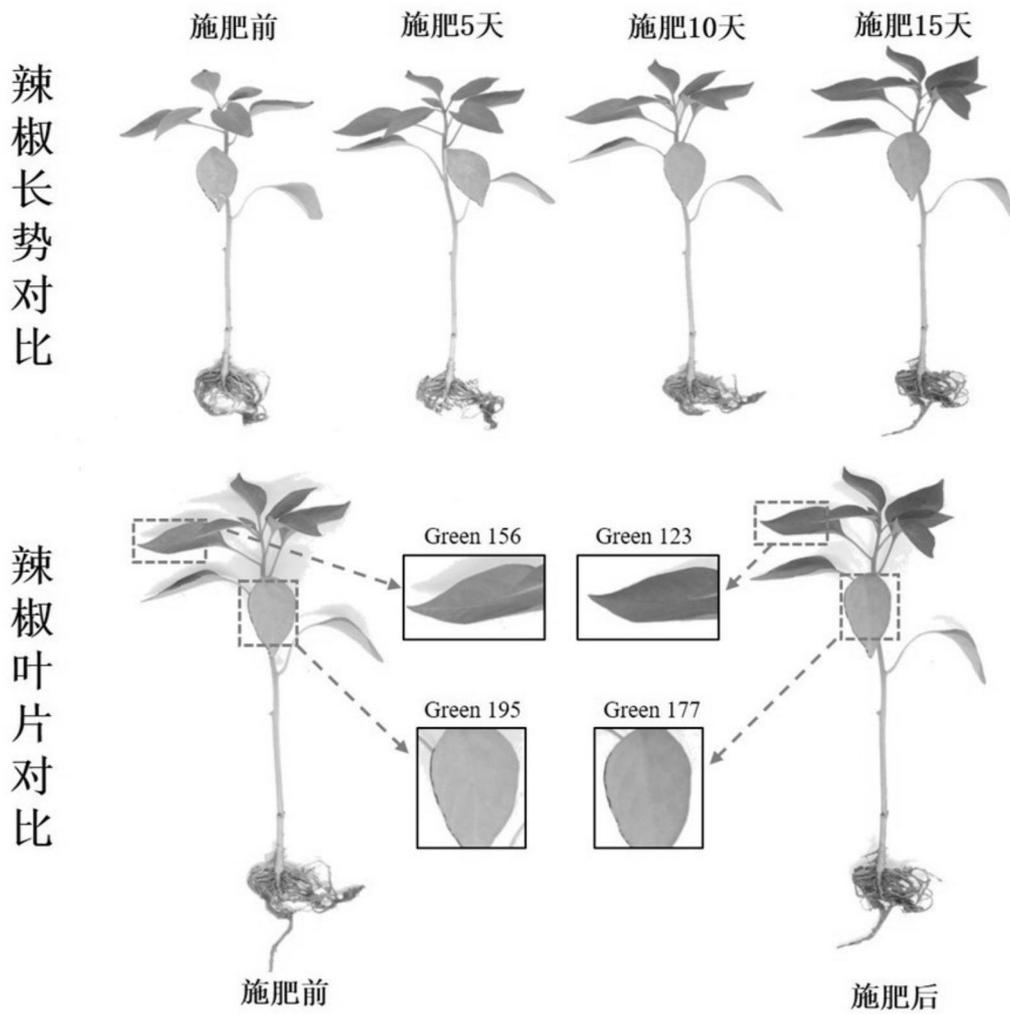


图7