

· 研究论文 ·

梨小食心虫性信息素微囊化及释放特性

徐妍^a, 吴国林^a, 吴学民^{*a}, 秦玉川^b

(中国农业大学 a 应用化学系, b 昆虫学系, 北京 100193)

摘要:以乙基纤维素为囊壳,采用相分离法制备了梨小食心虫性信息素微囊粒剂;同时研究了乳化剂、控释剂、搅拌速度、有机相中溶剂加入量及水相中聚乙烯醇浓度、有机相滴加速度等因素对该微囊粒剂的平均粒径及包覆率的影响,并进行了室内释放分析。结果表明,使用乳化剂 700[#]较为理想;以油酸甲酯、邻苯二甲酸二丁酯或正十二烷为控释剂,均能制得包覆率较高的微囊粒剂;搅拌速度、有机相中溶剂加入量及水相中聚乙烯醇浓度、有机相滴加速度对微囊粒剂的平均粒径及包覆率的影响较明显。控制释放研究结果表明,在室内较稳定的条件下,能持续释放 110 d 以上。

关键词:梨小食心虫;性信息素;微囊粒剂;释放

中图分类号: TQ 450.68

文献标志码: A

文章编号: 1008-7303(2009)01-0065-07

Microcapsulating and Controlled Release Characteristics of Sex Pheromone of *Grapholitha molesta*

XU Yan^a, WU Guo-lin^a, WU Xue-min^{*a}, QIN Yu-chuan^b

(a Department of Applied Chemistry, b Department of Entomology, China Agricultural University, Beijing 100193, China)

Abstract: The encapsulated granule of the sex pheromone of *Grapholitha molesta* Busck was prepared by phase separating, using ethyl cellulose as shell material. The factors which affect the average diameter and encapsulating rate of encapsulated granule of sex pheromones of *G. molesta*, such as the varieties and quantities of emulsifier, the varieties and quantities of release controlling agent, the stir speeds, the content of organic phase, concentrate of PVA (polyvinyl alcohol) in water phase and the dropping speeds of organic phase, were studied. The results showed that encapsulated granule of sex pheromone of *G. molesta* can be prepared with high encapsulating rate using emulsifier 700[#] as emulsifier and methyl oleate, di-n-butylphthalate or n-dodecane as release controlling agent; the effects of stir speeds, the content of organic phase, concentrate of PVA in water phase and the dropping speed of organic phase are obvious on the average diameter and encapsulating rate of encapsulated granule. The results showed that the encapsulated granules of sex pheromone of *G. molesta* have a sustained-releasing time of more than 110 days indoor.

Key words: *Grapholitha molesta* Busck; sex pheromone; encapsulated granule; release

与化学农药相比,昆虫性信息素具有选择性、无毒、不杀伤天敌、不污染环境等优点,国内外

对昆虫性信息素的研究由来已久。诱芯是用昆虫性信息素加工成的一种剂型,是指装有化学引诱

收稿日期: 2008-10-14; 修回日期: 2008-12-16

作者简介: 徐妍(1975-),女,辽宁昌图人,博士研究生, E-mail: 888xuyan@163.com; *通讯作者(Author for correspondence): 吴学民(1968-),男,重庆人,博士,教授,主要从事农药剂型及使用技术研究,联系电话: 010-62732961; E-mail: wuxuemin@cau.edu.cn

基金项目: 农业部“948项目”(2006-G54)。

剂的载体。人工合成的引诱剂多数为具有特殊气味的液体,在田间使用时必须选择适当的载体,将化学引诱剂制成诱芯,以控制其释放速率,保证其引诱效果。早期使用的诱芯载体是滤纸和脱脂棉球,虽然其取材方便,制作简单,但无法控制引诱剂的释放速率。用这种载体制成的诱芯一般前期挥发量高,后期低,加上日晒雨淋,引诱剂损失较大,效果不稳定,一般 3~4 d 后即失效。目前种群监测和诱杀防治中常用的载体主要是橡胶(硅橡胶薄片和橡胶帽)、塑料(塑料夹层薄片、聚乙烯空心毛细管和塑料管等)和新近研发的微胶囊载体^[1]。与常规农药剂型相比,微胶囊制剂具有持效期长、农药有效利用率高、可减少或避免农药因外界环境造成的分解流失、具有稳定的释放速率等特点。国外已有利用性信息素微胶囊作为缓释剂型进行舞毒蛾^[2]、柞蚕夜蛾^[3]和棉铃虫^[4]等害虫迷向防治的报道,国内有小菜蛾性信息素微胶囊的制备及其防治效果的报道^[5]。

梨小食心虫 *Grapholitha molesta* Busck 是一种世界性果树害虫,常简称梨小,主要为害梨、苹果、桃、山楂、杏等果树^[6]。1965年,Geogre等^[7]从梨小雌蛾的腹部分离得到其性信息素。国内外对其生物活性进行了大量的田间效果试验^[8~10],结果表明,梨小性信息素具有活性高、无毒、特异性强、使用方便、不危害天敌等优点,对梨小等多种害虫具有较好的引诱效果,已引起国内外研究者的广泛兴趣^[11~13]。主要应用在虫情测报、害虫检疫、干扰交配和大量诱捕等方面,其中尤以利用梨小性信息素进行干扰交配,从而进行大面积的害虫防治最为广泛^[14]。目前,国内有天然橡胶诱芯与糖醋酒混合液防治梨小食心虫的报道^[15];国外有梨小食心虫性信息素熏蒸剂(VP)、管剂(Tube)、手工安放的迷向释放装置等^[16],但尚未见微胶囊剂的报道。笔者以乙基纤维素为囊壳,采用相分离法,制备了梨小性信息素微胶囊剂,重点研究了乳化剂、控释剂、搅拌速度、有机相中溶剂加入量及水相中聚乙烯醇浓度、有机相滴加速度等因素对梨小性信息素微胶囊剂的平均粒径和包覆率的影响,并进行了室内控制释放分析。

1 材料与方 法

1.1 主要仪器和试剂

梨小性信息素乙酸乙酯溶液(中国农业大学

研制,Z/E=90:10);正己烷(色谱纯),乙基纤维素、油酸甲酯均为化学纯,邻苯二甲酸二丁酯、正十二烷、乙酸乙酯、聚乙烯醇、正十二醇均为分析纯,以上试剂均为北京化学试剂公司产品;乳化剂700[#]、600[#]、吐温-20、吐温-80和消泡剂均为工业品。

Agilent 6890 HP-5973 气质联用仪; Agilent 7673 自动进样器; JJ-1 型数字显微测速电动搅拌器(常州国华电器有限公司); Sartorius 电子天平,精度 0.1 mg; 超声波细胞粉碎机(宁波新芝生物科技股份有限公司); 生物摄像显微镜(日本奥林巴斯)W inner 2000 激光粒度分布仪(济南微纳仪器有限公司)。

1.2 梨小性信息素微囊粒剂的制备

1.2.1 水相的制备 配制含有乳化剂和聚乙烯醇的水溶液 250 mL。

1.2.2 有机相的制备 称取 2.0 g 乙基纤维素和一定量控释剂于 50 mL 烧杯中,加入 4.0 g 质量分数为 0.75% 的梨小性信息素乙酸乙酯溶液和 30 mL 乙酸乙酯,搅拌使乙基纤维素完全溶解。

1.2.3 微囊粒剂的制备 将 1.2.1 节配制的 250 mL 水溶液倒入 500 mL 装有机械搅拌器的四口烧瓶中,调节转速至 1 000 r/min,水温控制在(30 ± 2) 左右,以适当速度滴加有机相。滴毕,继续搅拌 10 min,缓慢升温至 50~60 。待乙酸乙酯挥发干净时,抽滤,用去离子水洗涤粒子 3 次,真空干燥,即得梨小性信息素微囊粒剂。

1.3 梨小性信息素微囊粒剂的性能表征

1.3.1 微囊粒剂外观和粒径的测定 采用生物显微镜转换 4 个视野观察微囊粒剂外观,用激光粒度分布仪测定微囊粒剂的平均粒径。

1.3.2 微囊粒剂包覆率的测定 准确称取充分干燥的微囊粒剂样品 0.05 g(精确到 0.000 1 g),加入 5 mL 正己烷溶液(含有 0.5 mg 内标物正十二醇);经超声波细胞破碎机破囊 5 次,每次间隔 15 s。微囊内的梨小性信息素随之完全溶解到溶液中,用气相色谱法测定其含量。

气相色谱操作条件:色谱柱为 HP-51 Crosslinked 5% pH Me Siloxane 15 m × 0.53 mm, 1.5 μm; 气化室温度 280 ; 检测室温度 280 ; 程序升温:初始柱温 80 ,以 15 /min 升至 180 ,再以 30 /min 升至 250 ,保持 5 min; 氮气 80 mL /min; 氢气 40 mL /min; 空气 400 mL /min; FID 检测器; 进样量 1 μL。

微囊剂剂包覆率按式(1)计算^[17]:

$$\text{微囊包覆率}(\%) = \frac{\text{微囊剂剂中芯材含量}}{\text{原料中芯材含量}} \times 100 \quad (1)$$

1.3.3 微囊剂剂释放速率的测定 将制得的不同配方、不同平均粒径的微囊剂剂各称取 5.0 g 置

$$\text{保留率}(\%) = \frac{\text{释放后微胶囊内梨小性信息素的量}}{\text{初始释放时微胶囊内梨小性信息素的量}} \times 100 \quad (2)$$

2 结果与讨论

2.1 乳化剂对梨小性信息素微囊剂剂平均粒径及包覆率的影响

2.1.1 不同种类乳化剂的影响 以 2.0 g 乙基纤维素为囊壳, 2.0 g 油酸甲酯为控释剂, 加入 4.0 g 质量分数为 0.75% 的梨小性信息素乙酸乙酯溶液和 30 mL 乙酸乙酯, 在有机相滴加速度为 0.50 mL/min、搅拌速度为 1 000 r/min 下, 固定乳化剂的用量为质量分数 0.50%, 对其种类进行筛选。结果(表 1)表明, 乳化剂 600[#]、700[#]和吐温-80 均能将乙基纤维素乳化分散, 在粒子表面形成保护, 且在固化过程中不会粘结, 从而得到微囊剂剂。

表 1 不同种类乳化剂对平均粒径和包覆率的影响

Table 1 Effect of different emulsifiers on the average diameter and encapsulating rate

乳化剂种类 Emulsifiers	平均粒径 Average diameter / μm	包覆率 Encapsulating rate (%)
无 None	不成颗粒 No granule	-
600 [#]	呈椭圆形颗粒 Oval granule	85.7
700 [#]	177	95.2
吐温-20 Tween-20	不成颗粒 No granule	-
吐温-80 Tween-80	610	93.5

其中, 以 700[#]为乳化剂制备的微囊剂剂颗粒形状好(图 1), 粒径呈正态分布(图 2), 包覆率较高。

2.1.2 不同乳化剂浓度的影响 对乳化剂 700[#]的用量进行了筛选。结果(表 2)表明, 当乳化剂的质量分数为 0.10%~0.80% 时, 微囊的平均粒径随乳化剂用量增大而减小; 当乳化剂的质量分

于培养皿中, 放在室内自由释放(25 \pm 2 $^{\circ}\text{C}$), 定期取样, 并按 1.3.2 节方法进行梨小性信息素的测定, 计算微囊内梨小性信息素的残留量。微囊内梨小性信息素的保留率按式(2)计算^[15]。

数大于 0.80% 时, 平均粒径变大、颗粒变黄、颗粒之间较易粘结成块, 这可能是由于微囊表面吸附过多的乳化剂所致。粒度分布范围随乳化剂用量的增大而变窄; 当乳化剂的用量增大到使微囊颗粒粘结时, 粒度分布又变宽。包覆率则随乳化剂用量的增大而降低, 这是由于水中乳化剂浓度增大, 对有机相的乳化能力增强, 使性信息素的损失增多, 从而包覆率相应降低。

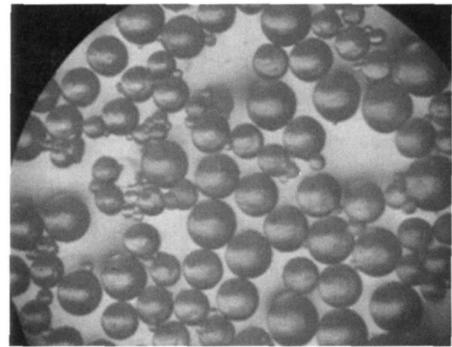


图 1 以 700[#]为乳化剂制备的梨小性信息素微囊剂剂显微镜图(40 \times)

Fig. 1 Encapsulated granules of sex pheromone of *G. molesta* by emulsifier 700[#] (40 \times)

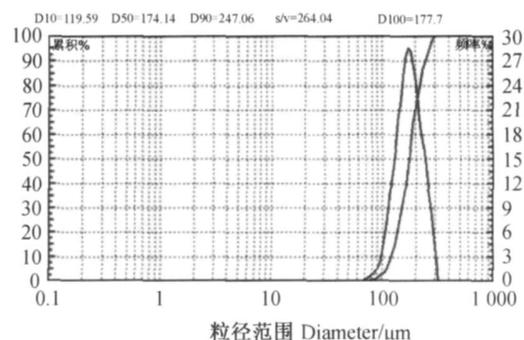


图 2 以 700[#]为乳化剂制备的梨小性信息素微囊剂剂激光粒度分布图

Fig. 2 Encapsulated granules of sex pheromone of *G. molesta* by emulsifier 700[#]

表 2 不同乳化剂浓度对平均粒径和包覆率的影响

Table 2 Effect of different amount of emulsifier on the average diameter and encapsulating rate

乳化剂质量分数 Mass fraction of emulsifier (%)	现象 Phenomenon	平均粒径 Average diameter /μm	包覆率 Encapsulating rate (%)
0	不成颗粒,成片状固体 No granule, flake solid was prepared	-	-
0.10	得到无色透明颗粒,颗粒不均匀 Colorless, transparent and uneven granule	473	98.3
0.20	得到无色透明颗粒,颗粒不很均匀 Colorless, transparent and very uneven granule	352	97.4
0.40	得到淡黄色透明颗粒,颗粒较均匀 yellowy, transparent and even granule	250	94.9
0.80	得到淡黄色透明颗粒,颗粒较均匀 yellowy, transparent and even granule	220	90.1
1.60	水相发白;所成颗粒发黄,有点粘结 white water phase, yellow and cohere granule	264	82.7

2.2 控释剂对梨小性信息素微囊剂的影响

由于性信息素含量很低,制备中需加入其他物质作为控释剂,以改善微胶囊模块壳材料的致密程度以及粒度分布,从而有效控制微囊的释放性能。本实验采用油酸甲酯、邻苯二甲酸二丁酯、正十二烷 3种不同结构的油性物质作为控释剂。在以 2.0 g 乙基纤维素为囊壳、乳化剂 700[#]的质量分数为 0.50%、0.75% 梨小性信息素乙酸乙酯溶液 4.0 g、乙酸乙酯 30 mL、滴加速度 0.50 mL/min、搅拌速度 1000 r/min 条件下,研究了不同控释剂不同用量对微胶囊性状的影响。结果(表 3)表

明,供试的 3种控释剂在一定配比范围内(囊壳/控释剂质量配比为 1.0.5~1.1.5)对梨小性信息素都有较好的包覆率(>90%),但随着控释剂加入量的增加,包覆率迅速降低,以至无法制得较好的微囊剂。微囊剂的平均粒径也与控释剂的加入比例有关,起初随控释剂比例的增大而降低,当囊壳与控释剂的质量比为 1.1 时,微囊的平均粒径最小;当控释剂的比例再增大时,微囊的粒径又增大,且容易黏结;当控释剂增大到一定程度时,由于有机液体过多而使囊壳无法固化,从而无法形成微囊。

表 3 不同控释剂用量对平均粒径和包覆率的影响

Table 3 Effect of different content of release controlling agent on the average diameter and encapsulating rate

控释剂 Release controlling agent/g	0.75% 梨小性信息素乙酸 乙酯溶液 0.75% of the synthetic sex pheromone in ethyl acetate/g	平均粒径 Average diameter/μm			包覆率 Encapsulating rate (%)		
		油酸甲酯	邻苯二甲酸二丁酯	正十二烷	油酸甲酯	邻苯二甲酸二丁酯	正十二烷
		Methyl oleate	Di-n-butyl phthalate	n-Dodecane	Methyl oleate	Di-n-butyl phthalate	n-Dodecane
0.5	2.5	480	456	273	95.1	95.6	95.5
1.0	3.0	319	320	252	96.7	95.0	96.8
2.0	4.0	231	233	175	95.8	95.9	94.6
3.0	5.0	372	382	214	90.7	91.3	89.5
4.0	6.0	胶囊聚结 Encapsulated granule coalescing	胶囊聚结 Encapsulated granule coalescing	胶囊胶粘 Encapsulated granule gluing	84.1	83.3	80.5

2.3 搅拌速度对平均粒径和包覆率的影响

以质量分数为 0.50% 的 700[#]为乳化剂、2.0 g 乙基纤维素为囊壳、2.0 g 油酸甲酯为控释剂,在

0.75% 梨小性信息素乙酸乙酯溶液 4.0 g、乙酸乙酯 30 mL、有机相滴加速度为 0.50 mL/min 条件下,考查不同搅拌速度对梨小性信息素微囊剂平均

粒径和包覆率的影响。结果(表4)表明,当搅拌速度在 250 ~ 1 500 r/min 时,平均粒径随搅拌速度的增大而减小;当搅拌速度在 1 500 ~ 2 000 r/min

时,平均粒径变化不大,而包覆率则随搅拌速度的增大而降低。因此,若要得到颗粒较均匀的微囊剂,应该同时考虑包覆率的问题。

表 4 搅拌速度对平均粒径和包覆率的影响

Table 4 Effect of different stir speed on the average diameter and encapsulating rate

搅拌速度 Stir speed /(r/min)	现象 Phenomenon	平均粒径 Average diameter /μm	包覆率 Encapsulating rate (%)
250	颗粒较大 Granule is bigger	448	96.7
500	颗粒较小,均匀 Granule is smaller and even	250	95.5
1 000	溶液有乳化现象,较难抽滤;颗粒小,均匀 Solution is little emulsified, difficult to filtrate by air pump, diameter of granule is small and even	187	92.3
1 500	溶液乳化很严重,无法抽滤;颗粒小,均匀 Solution is emulsified seriously, can not to filtrate by air pump, diameter of granule is small and even	156	75.0
2 000	溶液乳化很严重;得到少量微小粒子 Solution is emulsified seriously, little of granules is prepared	152	50.1

2.4 有机相中溶剂加入量对微囊剂平均粒径和包覆率的影响

在其他条件与 2.3 节相同且搅拌速度为 1 000 r/min 下,考查了乙酸乙酯加入量对梨小性信息素微囊剂平均粒径和包覆率的影响。结果(图 3)表明,微囊剂的平均粒径随乙酸乙酯加入量的增加而减小,且在加入量较小时,随乙酸乙酯加入量的增大而减小较快;当乙酸乙酯加入量增大到一定程度时,变化不再明显。乙酸乙酯加入量增加,有机相的流动性增强,粘度降低;乙酸乙酯加入量越小,有机相粘度越大,在水中越难以打碎,容易形成大液滴,固化后形成粒径较大的微囊。同时,包覆率随乙酸乙酯加入量的增大也有所降低。因此,应综合考虑包覆率、粒子平均粒径及溶剂成本来选择溶剂的用量。

2.5 水相中聚乙烯醇浓度对微囊剂平均粒径和包覆率的影响

在其他条件与 2.3 节相同且搅拌速度为 500 r/min 条件下,考查了水相中聚乙烯醇的加入量对梨小性信息素微囊剂平均粒径和包覆率的影响。结果(图 4)表明,随着聚乙烯醇浓度的增大,微囊剂的平均粒径降低,同时由于粒径变小也使包覆率有所降低。本实验中,水相中乳化剂的量不多(质量分数 0.5%),搅拌速度不高(500 r/min),溶剂用量也不多,而包覆率却随粒径的减小而降低,其中除聚乙烯醇作为表面活性剂溶解了一些有机相外,另一方面还由于微囊粒径

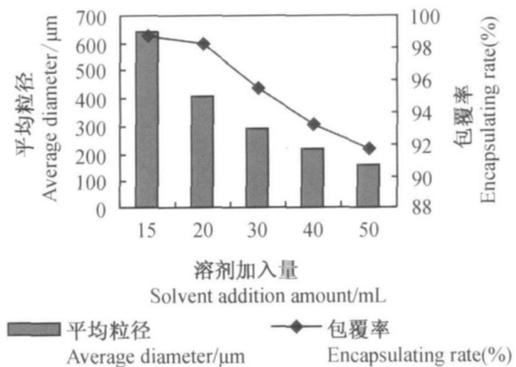


图 3 有机相中乙酸乙酯加入量对平均粒径、包覆率的影响
Fig. 3 Effect of organic phase content on the average diameter and the encapsulating rate

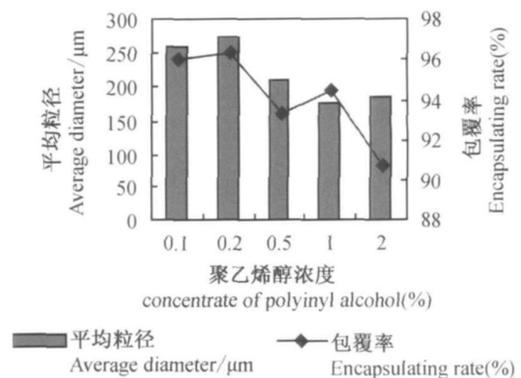


图 4 水相中聚乙烯醇浓度对平均粒径、包覆率的影响
Fig. 4 Effect of concentrate of PVA in water phase on the average diameter and the encapsulating rate

变小,总表面积增大,使接触到表面活性剂溶液的面积增大,从而溶解到水相中的有机相也增多,包覆率相应降低。

2.6 有机相滴加速度对微囊粒剂平均粒径和包覆率的影响

在其他条件与 2.3 节相同且搅拌速度为 500 r/min 条件下,考查了有机相滴加速度对梨小性信息素微囊粒剂平均粒径和包覆率的影响。结果(表 5)表明,微囊的平均粒径随有机相滴加速

度的增加而减小,同时包覆率也随之而降低。其原因是,当滴加速度较慢时,制备体系中有有机相溶剂量较少,溶剂挥发较快,微囊固化得较快,即当粒子还未被充分乳化打碎时就已经固化,因此所得的微囊粒子就较大。当有机相滴加速度增加时,体系中有有机溶剂挥发较慢,能保证有机相的粘度较低,粒子容易被充分打碎,从而得到较小的粒子。但溶剂过量,乳化现象严重,包覆率降低。

表 5 有机相滴加速度对平均粒径和包覆率的影响

Table 5 Effect of different dropping speed of organic phase on the average diameter and encapsulating rate

滴加速度 Dropping speed /(mL/min)	现象 Phenomenon	平均粒径 Average diameter /μm	包覆率 Encapsulating rate (%)
0.25	水相透明,所得粒子较大,不均匀 Water phase is transparent, diameter of granule is big and uneven	408	95.3
0.50	水相基本不乳化,所得粒子小,均匀 Water phase is not emulsified, diameter of granule is small and even	241	95.6
1.00	水相有轻微乳化,所得粒子小,均匀 Water phase is little emulsified, diameter of granule is small and even	213	90.6
20.5	水相乳化严重,干燥后得到白色半透明粒子 Water phase is emulsified seriously, granule is white and translucent when dry	197	87.1
直接倒入 Pour directly	水相乳化很严重,干燥后得到白色半透明粒子 Water phase is emulsified seriously, granule is white and translucent when dry	163	75.7

2.7 梨小性信息素微囊粒剂释放行为分析

梨小性信息素微囊粒剂在室内空气中的释放曲线见图 5。可以看出,以邻苯二甲酸二丁酯为控释剂制备的微囊粒剂,其释放速率与颗粒大小有关。颗粒越大,释放速度越慢;颗粒越小,释放速度越快。在田间实际应用中,若释放速度太慢,会影响诱虫效果;若释放速度太快,则药效持续时间较短。因此,应控制一定的实验条件,制备适当粒径的微囊粒剂,才能得到较好的释放效果。

3 结论

采用本实验室合成的顺反异构之比较为理想的梨小食心虫性信息素,通过以乙基纤维素为囊壳,用相分离法制备得到了平均粒径为 150~650 μm,含量(质量分数)约 0.72%的梨小食心虫性信息素微囊粒剂。较系统地探讨了乳化剂、控释剂、搅拌速度、有机相溶剂加入量及水相中聚乙烯醇浓度、有机相滴加速度等不同因素对梨小食心虫性信息素微囊粒剂的平均粒径及包覆率的影响,并

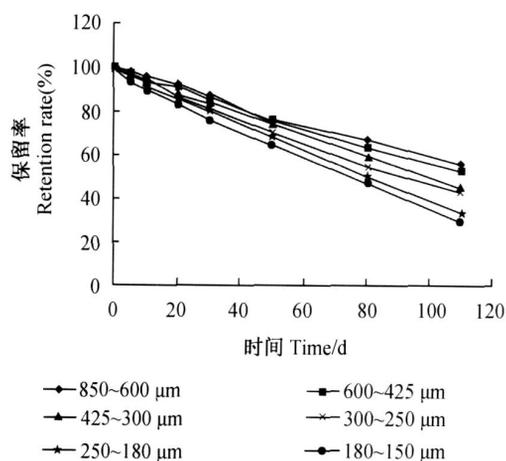


图 5 梨小性信息素微囊粒剂的释放曲线

Fig 5 Release profiles from encapsulated granule of sex pheromone of *G. molesta*

进行了室内释放分析。结果表明,乳化剂采用 700#较为理想;以油酸甲酯、邻苯二甲酸二丁酯或正十二烷为控释剂,均能制得包覆率较高的梨小食心虫性信息素微胶囊;当搅拌速度在 250~

1 500 r/min时,平均粒径随搅拌速度的增大而减小;当搅拌速度在 1 500 ~ 2 000 r/min时,平均粒径变化不大,而包覆率则随搅拌速度的增大而降低;微囊的平均粒径随有机相滴加速度的增快而减小,同时包覆率也随之而降低;随着水相中聚乙烯醇浓度增大,制得的微囊粒剂的平均粒径降低,同时由于粒径变小也使得包覆率有所降低;微囊的平均粒径随有机相滴加速度的增快而减小,同时包覆率也随之而降低。从分析结果得出,梨小食心虫性信息素微囊粒剂在室内较稳定的条件下能持续释放 110 d以上。

本文的微囊粒剂释放分析都是在室内进行的,与田间的实际情况会有一定的差距。因此,为实现微囊粒剂性能最优化,其性能评价还应在田间进行,并考查相对作用时间、空间分布情况以及天气等因素的影响,才能合理地对制剂进行选择。

谨以此文敬贺陈万义教授八十华诞!

参考文献:

- [1] TANG jin-gen(唐进根). 缓释剂微胶囊防治林业害虫 [J]. *J Jiangsu Forestry Sci Tech (江苏林业科技)*, 1998, 25 (4): 58-62.
- [2] CARO J H, FREEMAN H P, BROWER D L, et al Comparative Distribution and Persistence of Dispersure in Woodland Air after Aerial Application of Three Controlled-release Formulations [J]. *J Chem Ecol*, 1981, 7 (5): 867-880.
- [3] SANDERS C J, WEATHERSTON I Sex Pheromone of the Eastern Spruce Budworm: Optimum Blend of trans- and cis-11-Tetradecenyl [J]. *Can Entomol*, 1976, 108: 1285-1290.
- [4] MITCHELL E R. Management of Insect Pests with Semiochemicals: Concepts and Practice [M]. New York: Plenum Press, 1981: 253-265.
- [5] CHEN Zeng-liang (陈增良), FANG Yu-ling (方宇凌), ZHANG Zhong-ning (张钟宁). 小菜蛾性信息素微胶囊的合成及其田间诱捕和迷向活性研究 [J]. *Chinese Science Bulletin (科学通报)*, 2007, 52 (7): 797-802.
- [6] SANDERS C J, LUCIUK G S. Disruption of Male Oriental Fruit Moth to Calling Female in a Wind Tunnel by Different Concentration of Synthetic Pheromone [J]. *J Chem Ecol*, 1996, 22 (11): 1971-1974.
- [7] ROELOFS W L, COMEAU A, SELLE R. Sex Pheromone of the Oriental Fruit Moth [J]. *Nature*, 1969: 224, 723.
- [8] RUMBO E R, VICKERS R A. Prolonged Adaptation as Possible Mating Disruption Mechanism in Oriental Fruit Moth, *Cydia (Grapholitha) Molesta* [J]. *J Chem Ecol*, 1997, 23 (2): 445-457.
- [9] BAKER T C. Pheromone-mediated Optomotor Anemotaxis and Atitude Control Exhibited by Male Oriental Fruit Moths in the Field [J]. *Physiol Entomol*, 1996, 21 (1): 20-32.
- [10] INN, CHARLES. The Effects of Different Blend Ratios and Temperature on the Active Space of the Oriental Fruit Sex Pheromone [J]. *Physiol Entomol*, 1991, 16 (2): 211-212.
- [11] Peking Institute of Zoology Academia (中国科学院北京动物研究所). 梨小食心虫性外激素顺-8-正十二碳烯醋酸酯的合成 [J]. *Acta Chimica Sinica (化学学报)*, 1977, 55: 221-222.
- [12] ZHONG Tong-sheng (仲同生), LIN Guo-qiang (林国强). 梨小食心虫性信息素顺-8-十二碳烯-1-醇乙酸酯及其反式异构体的合成 [J]. *Acta Chimica Sinica (化学学报)*, 1982, 40: 381-385.
- [13] ATTERHOLT C A. Controlled Release of Insect Sex Pheromones from Paraffin Wax Emulsion for Mating Disruption [J]. *Proceedings of the International Symposium on Controlled Release of Bioactive Materials*, 1995, 22: 93 ~ 94.
- [14] ZAVELISHKO I A. Use of Pheromone in Film from for Disruption of *Grapholitha Funebrana* [J]. *Agrokhimiya*, 1993, (8): 88.
- [15] LIBO (李波), QIN Yu-chuan (秦玉川), HE Liang (何亮), et al 不同性诱芯与糖醋酒液防治梨小食心虫 [J]. *Acta Phytophylacica Sinica (植物保护学报)*, 2008, 35 (3): 285-286.
- [16] TOMLIN C D S. The Pesticide Manual, 14th ed [M]. The British Crop Protection Council, 2006: 377-378.
- [17] LIU Xun (刘徇), ZHANG Zhong-ning (张钟宁), KONG Jie (孔杰), et al 小菜蛾合成性信息素田间诱蛾活性 [J]. *Acta Ecologica Science (生态学报)*, 1985, (3): 46-52.

(Ed. JIN S H)