

· 研究论文 ·

冬青油微囊悬浮剂的制备及其杀蚜活性研究

周一万, 冯俊涛*, 张 兴

(陕西省生物农药工程技术研究中心/西北农林科技大学 无公害农药研究服务中心, 陕西 杨凌 712100)

摘 要:以脲醛树脂为壁材,采用原位聚合法制备了20%冬青油微囊悬浮剂,同时研究了芯/壁材质量比、反应温度、搅拌速率、pH值及乳化分散剂等因素对微胶囊形成的影响,对所制备微胶囊的性能进行了表征,并测定了其缓释性能及其对菊小长管蚜 *Macrosiphoniella sanborni* (Gillette) 的田间防治效果。结果表明:当芯、壁材质量比为3:2、添加质量分数为3%的分散剂[30%苯乙烯-马来酸酐共聚物(SMA)与Tween-80按质量比为1:1混合]、乳化搅拌速率为800 r/min、在120~150 min内将pH值调至2.0,在60~70℃下固化反应1 h时,可制备出形貌较好、平均粒径为7 μm左右的冬青油微胶囊。失重法测定结果表明,其缓释性能良好。田间试验结果表明,采用20%冬青油微囊悬浮剂在有效剂量300 g/hm²下进行常量喷雾处理,施药后第11天其对菊小长管蚜的防效仍维持在90%以上,具有较长的持效期。

关键词:冬青油;微囊悬浮剂;原位聚合法;制备工艺;杀蚜活性

DOI:10.3969/j.issn.1008-7303.2013.02.17

中图分类号:TQ450.6

文献标志码:A

文章编号:1008-7303(2013)02-0228-06

Preparation of wintergreen oil capsule suspension and control efficacy on *Macrosiphoniella sanborni*

ZHOU Yiwan, FENG Juntao*, ZHANG Xing

(Biopesticide Technology and Engineering Center, Shaanxi Province/Research and Development Center of Biorational Pesticide, Northwest A&F University, Yangling 712100, Shaanxi Province, China)

Abstract: Wintergreen oil 200 g/kg capsule suspension (CS) was prepared using aphicidal wintergreen oil as core material and urea-formaldehyde as wall materials, and the preparation process was then optimized. *In-situ* polymerization was used to prepare the microcapsule. Experiments were performed to produce controlled-release microcapsules of wintergreen oil using a single factorial design. The independent variables were the weight ratio of core/shell material, agitation speed, pH, temperature and dispersant. The microcapsules were prepared with optimum properties under the following conditions: weight ratio of core/shell material at 3:2, 3% mixture of SMA and tween 80 (1:1) as dispersant, agitation speed at 800 r/min, adjusting pH value to 2.0 within 120–150 min, and reaction 1 h at 60–70℃. The wintergreen oil 200 g/kg capsule suspension was applied to control *Macrosiphoniella sanborni* (Gillette) in the field at 300 g a. i/hm², and the control efficacy was still higher than 90% after 11 days, indicating that 20% wintergreen oil capsule suspension is of long effective duration.

Key words: wintergreen oil; microcapsules; *in situ* polymerization; preparation technology; control efficacy

收稿日期:2012-09-11;修回日期:2013-01-27.

作者简介:周一万,男,博士,主要从事农药加工教学和科研工作, **E-mail:** yiwan1021@163.com; *冯俊涛,通信作者(Author for correspondence),男,教授,博士生导师,主要从事农药学方面的教学与研究工作, **E-mail:** jtfeng@126.com.

基金项目:陕西省“13115”科技创新工程计划项目(2010ZDKG-73);国家高技术研究发展计划(863计划)项目(2011AA10A202-1).

将农药微囊化,具有活性成分缓慢释放、延长农药持效期、提高农药稳定性和田间利用率等优良性能。植物源农药活性物质大多在环境中稳定性差,从而导致其持效期太短或者防治失败的现象出现,而将其微囊化则是提高其在环境中稳定性的重要手段,目前已成功地对鱼藤酮、除虫菊素、印楝素、印楝油等植物源农药活性物质实现了微囊化^[1-4]。

植物精油(essential oil)是植物体内的次生代谢物质。已有研究表明,许多植物精油具有很好的杀虫活性,具有熏蒸、触杀、胃毒、拒食、抑制生长发育、驱避及引诱等作用方式,是极具开发前景的一类植物源农药活性物质^[5-6]。但植物精油大多具有较强的挥发性,且其有效成分在日光照射下易分解,因此在田间应用的持效期很短,这在很大程度上影响了其在田间的实际应用。因而对植物精油的研究目前大多集中在其室内活性上,真正商品化的产品很少^[7]。在食品、纺织品、日化等工业中将植物精油微囊化的应用已经较为广泛,但在农业生产中应用的报道很少^[8]。

冬青油(wintergreen oil)是从植物冬青的叶和种子中提取得到的一种植物精油,其主要成分为水杨酸甲酯。侯华民等^[9-11]研究发现,冬青油对多种害虫具有很好的毒杀和驱避活性,具备开发成为环境友好型农药的潜力。笔者以冬青油为试验材料,研究了采用原位聚合法制备冬青油脲醛树脂微胶囊的较佳条件和微囊悬浮剂的加工技术,并进行了其对菊小长管蚜的田间药效试验,旨在为植物精油在农作物病虫害防治中的合理应用提供参考。

1 材料与方法

1.1 主要药剂和仪器

冬青油(水杨酸甲酯含量>95%):购自江西省吉水县水南威霸香料厂;10%冬青油乳油(自制:10 g冬青油+80 g二甲苯+7.5 g OP-10+2.5 g 农乳500#);10%吡虫啉(imidacloprid)可湿性粉剂,红太阳集团南京第一农药厂生产。

助剂:十二烷基苯磺酸钠(LAS)、辛基酚聚氧乙烯醚(OP-10)、Tween-80、30%苯乙烯-马来酸酐钠盐(SMA)乳液、海藻酸钠(SA)、亚甲基二萘磺酸钠(NNO)、分散剂FM、木质素磺酸钠等均为工业品;其余试剂均为分析纯。

主要仪器:Motic生物摄像显微镜(Motic 中国有限公司);IKA RW20 电动机械搅拌器;Agilent 4890D 气相色谱仪(安捷伦科技有限公司);BT-

9300H 激光粒度分布仪(丹东百特仪器有限公司)。

供试昆虫:菊小长管蚜 *Macrosiphoniella sanborni* (Gillette),为西北农林科技大学花圃内的自然种群。

1.2 实验方法

1.2.1 冬青油微囊悬浮剂的制备 在装有搅拌装置的三口瓶中加入30 g尿素、68 g甲醛和适量的去离子水至220 g,用氢氧化钠调节pH=8.0,升温至70℃,100 r/min下搅拌反应1 h,得到25%脲醛树脂预聚体水溶液。

常温下将10.0 g冬青油、1.5 g乳化分散剂[30%苯乙烯-马来酸酐共聚物(SMA)与Tween-80按质量比为1:1混合]、27.0 g脲醛树脂预聚体水溶液和7.0 g蒸馏水加入三颈瓶中,振荡摇匀后以800 r/min搅拌20 min,形成稳定的O/W型乳液,降低转速至100 r/min后缓慢用2%盐酸溶液调节pH=2.0,继续搅拌2 h,升温至65℃固化反应1 h;用氢氧化钠调节pH=7.0,得到冬青油微胶囊悬浮液。加入适量增稠剂及其他助剂后用水补足至50.0 g,即得20%冬青油微囊悬浮剂。

1.2.2 冬青油微胶囊的性能表征

1.2.2.1 形态观察和粒径测定 将冬青油微囊悬浮液过滤,用纯净水和少量乙醇充分洗涤、干燥后得到微胶囊样品,在Motic生物摄像显微镜下观察微胶囊的形态并拍照。微胶囊的粒径分布和平均粒径采用激光粒度分布仪测定。

1.2.2.2 包封率和载药量的测定 称取干燥的微胶囊样品0.05 g(精确至0.000 2 g),加入到适量甲醇中,用超声波细胞破碎机破囊,再用甲醇定容至100 mL,气相色谱法测定其中冬青油的含量。

色谱条件:进样口温度为200℃,FID检测器温度200℃,色谱柱为OV-1701毛细管柱(30 m×0.53 mm×0.25 μm);氮气压力100 kPa,空气压力250 kPa,氢气压力180 kPa;毛细管柱采用分流进样方式,分流比1:10,进样量0.5 μL。

分别按公式(1)和(2)计算载药量和包封率^[12]。

$$\text{微胶囊载药量}/\% = \frac{\text{微胶囊中冬青油质量(g)}}{\text{微胶囊干样质量(g)}} \times 100 \quad (1)$$

$$\text{冬青油包封率}/\% = \frac{\text{微胶囊中冬青油质量(g)}}{\text{加入的冬青油质量(g)}} \times 100 \quad (2)$$

1.2.2.3 贮存稳定性测定 取同一批次制备的微囊悬浮剂样品6份,每份5 g,将其中3份置于(54±

2)℃下贮存 14 d,另 3 份置于 0℃下贮存 14 d,用生物摄影显微镜观察贮存后微囊的形态变化情况,用气相色谱仪测定贮存后微囊的包封率,由此确定微囊的贮存稳定性。

1.2.2.4 缓释性能测定 采用失重法测定^[13]。准确称取 15.5 g 干燥的微胶囊样品于 25℃真空干燥器中,每隔一定时间称其质量,直至质量恒定,将所得数据进行拟合,求出释放曲线方程,并绘制微胶囊释放曲线图。

1.2.3 田间试验 于西北农林科技大学花圃内进行,菊花品种为龙爪菊,3 年生,防治对象为菊小长管蚜。试验设 10% 冬青油乳油有效成分 300 g/hm²、20% 冬青油微囊悬浮剂有效成分 300 g/hm²、10% 吡虫啉可湿性粉剂有效成分 75 g/hm² 3 个药剂处理,常量喷雾,以喷施清水为空白对照(CK),共 4 个处理,每处理重复 4 次。小区面积为 50 m²,随机区组排列。采用工农-16 喷雾器喷药,喷液量 750 kg/hm²。

分别于施药前和施药后 1、3、7、11 d 调查虫口数。每小区采用对角线法调查 5 个点,每点固定 10 个枝条挂牌标记并记录枝条上的蚜虫数,计算防治效果,并用“DMRT”法比较各处理间的差异显著性。按(3)式计算校正防效。

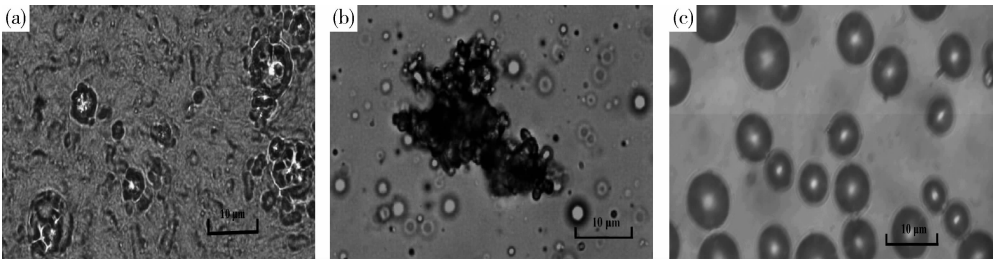
校正防效 /% =

$$\left(1 - \frac{\text{处理区药后虫数} \times \text{对照药前虫口数}}{\text{处理区药前虫数} \times \text{对照药后虫口数}}\right) \times 100$$

2 结果与分析

2.1 乳化分散剂对冬青油微胶囊粒径及外观的影响

在固定搅拌转速 700 r/min、芯壁材质量比 = 1:1、120 min 内调节 pH 至 2.0、固化温度 60℃条件下,向反应体系中加入质量分数为 1.0% 的不同乳化分散剂进行微胶囊制备,对体系乳化情况和所得微胶囊的形态、粒径进行考察。结果表明:虽然 OP-10 和 Tween-80 具有较好的乳化性能,但不能形成微胶囊;单用 SMA 作为分散剂时,所制备的微胶囊表面粗糙,有结块、粘连现象,干燥后易破囊(图 1a);以 LAS 和 SA 作为分散剂时,有大量囊壁材料不能沉积在微胶囊表面,在囊周围形成许多囊壁材料团块,所形成的微胶囊粒径谱较宽(图 1b);由于以 $m(\text{SMA}):m(\text{Tween-80}) = 1:1$ 的混合物作为分散剂所制备的微胶囊为圆球状,表面较光滑,粒径主要分布在 10 μm 附近,形态较好,干燥后也能够保持良好的形态(图 1c),故以此混合物作为乳化分散剂制备冬青油微胶囊。



a,以 SMA 作为分散剂;b,以 LAS 或 SA 作为分散剂;c, $m(\text{SMA}):m(\text{Tween-80}) = 1:1$ 的混合物作为分散剂
a-SMA as dispersant;b-LAS or SA as dispersant;c-SMA: Tween-80 = 1:1 as dispersant

图 1 不同乳化分散剂对微胶囊粒径及外观的影响(400 ×)

Fig. 1 Effect of dispersant on size distribution and surface morphology of microcapsules(400 ×)

2.2 芯、壁材质量比对冬青油微胶囊粒径及包封率的影响

在固定搅拌转速 700 r/min、分散剂 $[m(\text{SMA}):m(\text{Tween-80}) = 1:1]$ 质量分数为 1%、聚合温度 60℃、120 min 调节 pH 至 2.0 条件下,分别考察了不同芯、壁材质量比对微胶囊的包封率及平均粒径的影响,结果见表 1。从中可以看出,芯、壁质量比对微胶囊的粒径分布范围和包封率有较大影响。在芯、壁材质量比为 2:3 时,包封率最高,为 95.61%,但其粒径分布范围较宽,不利于制剂的后期贮存稳定;在芯、壁材质量比为 3:2 时,平均粒径为 7.69 μm,

包封率达 93.76%,与其质量比为 1:1 时相当,但所得微胶囊粒径分布范围较窄,有利于制剂贮存稳定,因此最终选择以 $m(\text{芯材}):m(\text{壁材}) = 3:2$ 制备微胶囊。

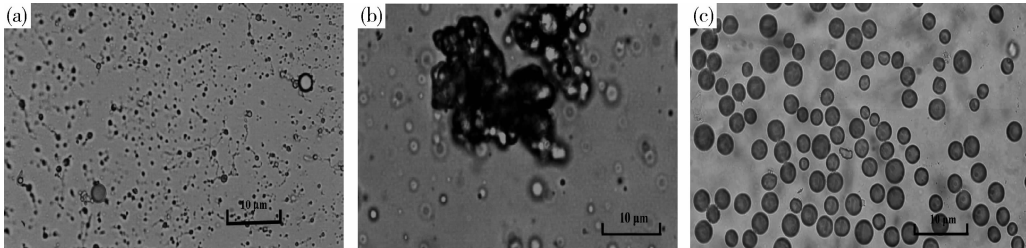
2.3 温度对微胶囊形成及外观的影响

在固定搅拌转速 700 r/min、分散剂 $[m(\text{SMA}):m(\text{Tween-80}) = 1:1]$ 质量分数为 1%、 $m(\text{芯材}):m(\text{壁材}) = 3:2$ 、120 min 调节 pH 至 2.0 条件下,考察了聚合反应温度对微胶囊形成的影响。显微观察发现,当聚合反应的温度低于 50℃时,反应速度较慢,反应不完全,不易形成微胶囊,在搅拌条件下形

成大量小凝胶块(图 2a);当温度达到 70 ~ 80 ℃时,(图 2b);当温度控制在 60 ~ 70 ℃时,所得微胶囊的形状较为规则,干燥后不破囊(图 2c)。

表 1 芯、壁材质量比对微胶囊粒径及包封率的影响

处理 Treatment	$m(\text{芯材}):m(\text{壁材})$ $m(\text{Core}):m(\text{Shell})$	平均粒径 Mean size/ μm	包封率 Encapsulation efficiency/%	粒径分布范围 Microcapsule size distribution/ μm
1	1:2	8.10	94.31	5.10 ~ 54.24
2	2:3	8.51	95.86	6.32 ~ 35.65
3	1:1	7.45	95.61	6.65 ~ 34.32
4	3:2	7.69	93.76	5.72 ~ 12.41
5	2:1	27.95	54.51	4.75 ~ 125.36



a,50℃;b,70 ~ 80℃;c,60 ~ 70℃

图 2 不同固化温度制备的微胶囊(400 ×)

Fig. 2 Microcapsules prepared at different reaction temperatures(400 ×)

2.4 酸化速度对冬青油微胶囊粒径及外观的影响

实验过程中发现,溶液酸化速度对微胶囊的平均粒径、粒径分布及外观均有很大影响,因此在固定搅拌转速 700 r/min、分散剂[$m(\text{SMA}):m(\text{Tween-80})=1:1$]质量分数为 1%、 $m(\text{芯材}):m(\text{壁材})=3:2$ 、固化温度为 65 ℃条件下,测定了在不同时间内将溶液 pH 值调至 2.0 对制备冬青油微胶囊的影响,结果见表 2。

表 2 酸化速度对冬青油微胶囊粒径的影响

调酸时间 Time/min	平均粒径 Mean size/ μm	粒径范围 Microcapsule size distribution/ μm
30	—	—
60	21.56	13.85 ~ 84.96
90	10.61	8.67 ~ 35.43
120	8.55	6.76 ~ 30.84
150	7.34	5.23 ~ 30.69
180	6.43	4.62 ~ 29.85

从表 2 可以看出,溶液酸化速度过快,不利于微胶囊的形成,酸化速度越慢,所制备的微胶囊粒径越小,粒径分布范围越窄。当调酸时间在 120 ~ 150 min 时,所制备的微胶囊平均粒径较小,粒径分布范围较

窄;而当调酸时间达 180 min 时,体系中出现了凝胶小颗粒,这可能是由于在搅拌条件下,调酸速度过慢导致未及时固化的囊壁被打碎形成凝胶小颗粒。因此,最终选择在 120 ~ 150 min 内将溶液 pH 值调至 2.0。

2.5 体系搅拌速率对微胶囊粒径及包封率的影响

搅拌速率直接影响到所制备微胶囊的粒径大小和粒径分布范围,为了选择适宜的搅拌转速,在固定分散剂[$m(\text{SMA}):m(\text{Tween-80})=1:1$]质量分数为 1%、 $m(\text{芯材}):m(\text{壁材})=3:2$ 、120 min 调节 pH 至 2.0、固化温度为 65 ℃条件下,考察了在转速分别为 400、600、800、1 000 r/min 下所制备的微胶囊的平均粒径、粒径范围和冬青油的包封率,结果见表 3。从中可以看出,当乳化转速在 800 r/min 时冬青油的包封率最高,达到 94.10%,平均粒径较小,粒径分布范围较窄。因此选择搅拌转速为 800 r/min。

2.6 乳化分散剂用量的选择

在确定上述微胶囊制备条件后,测定了不同分散剂用量对微胶囊平均粒径的影响(图 3)。当分散剂的质量分数在 0.5% ~ 3.0% 时,微胶囊的平均粒径随着其质量分数的增加而减小(由 36.46 μm 减小到 8.65 μm),而当其质量分数超过 3.0% 时,平均粒径有增大的趋势。因此,选择乳化分散剂的质

量分数为 3.0%。

表 3 搅拌转速对微胶囊粒径及包封率的影响
Table 3 Effect of agitation speed on size distribution and encapsulation efficiency of microcapsules

转速 Agitation speed/(r/min)	平均粒径 Mean size/ μm	粒径范围 Microcapsule size distribution/μm	包封率 Encapsulation efficiency/%
400	15.54	5.25 ~ 44.56	85.85
600	9.32	6.25 ~ 30.96	89.33
800	7.13	5.10 ~ 15.58	94.10
1 000	6.55	3.65 ~ 8.76	75.45

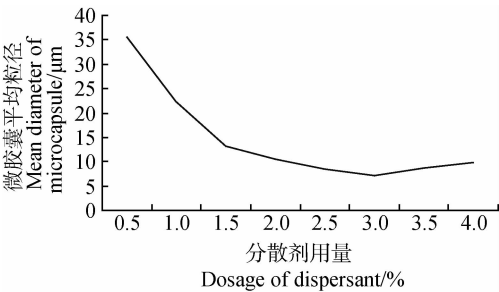


图 3 乳化分散剂用量对微胶囊粒径的影响
Fig. 3 Effect of dispersant dosages on the size of microcapsules

2.7 冬青油微胶囊的载药量、包封率和贮存稳定性

综合上述影响成囊的因素,按芯材:壁材=3:2、添加质量分数为 3% 的分散剂[30% 苯乙烯-马来酸酐共聚物(SMA)与 Tween-80 按质量比为 1:1 混合]、乳化搅拌速率为 800 r/min、在 120 ~ 150 min 内将 pH 值调至 2.0、在 60 ~ 70 ℃下固化反应 1 h 时的最佳条件制备了以水为分散介质的 20% 冬青油微囊悬浮剂。经测定,制剂中微胶囊的平均粒径

为 7.07 μm,载药量为 58.16%,包封率达 95.86%。制剂在 54 ℃和 0 ℃分别保存 14 d 后,其微胶囊形态和粒径均未发生明显变化,也未见破囊。在 54 ℃下贮存 14 d 后,制剂中微胶囊的平均包封率略有下降,为 93.25%;在 0 ℃下保存的微胶囊平均包封率为 95.49%,与冷贮前无明显差异。表明该微胶囊具有良好的稳定性,可以长期保存。

2.8 冬青油微胶囊的释放曲线

结果(图 4)表明,冬青油微胶囊的释放符合一级动力学方程,释放方程为 $m = 9.824 7e^{-0.125 6t}$, $t_{1/2} = 7.67$ d,具有较好的缓释性能。

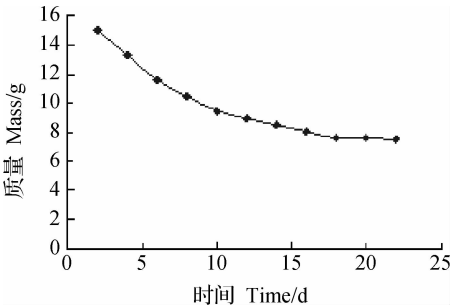


图 4 冬青油微胶囊的释放曲线
Fig. 4 The releasing curve of wintergreen oil microcapsules

2.9 田间试验结果

由表 4 可知,在有效成分 300 g/hm² 施药剂量下,2 种冬青油制剂对菊小长管蚜均有较好的速效性,施药后 1 d 的校正防效均在 90% 以上。其中 10% 冬青油乳油的持效期较短,施药后第 7 天时防效下降至 76.19%;而 20% 冬青油微囊悬浮剂的持效期明显优于乳油,施药后第 11 天其防效仍然能够维持在 90% 以上,与对照药剂 10% 吡虫啉 WP 75 g/hm²

表 4 20%冬青油微囊悬浮剂对菊小长管蚜的田间防治效果
Table 4 Efficacy of wintergreen oil CS on *M. sanborni* in field

供试药剂 Tested pesticide	有效剂量 Dosage, a. i/ (g/hm ²)	药前活虫数 Individuals before spraying	校正防效 Control efficacy/%			
			药后 1 d 1 d after spraying	药后 3 d 3 d after spraying	药后 7 d 7 d after spraying	药后 11 d 11 d after spraying
10% 冬青油(wintergreen oil) EC	300	541.0	90.34 a	95.14 a	76.19 b	62.52 b
20% 冬青油(wintergreen oil) CS	300	561.5	93.63 a	97.93 a	99.40 a	91.51 a
10% 吡虫啉(imidacloprid) WP	75	617.3	96.54 a	100 a	100 a	98.86 a
CK		521.3	-	-	-	-

注:表中虫数为 4 个重复的平均数,CK 药后 1、3、7 和 11 d 的平均活虫数分别为 546.5、561.3、578.8 和 617.8。“防效”栏中数列后标相同小写字母者表示在方差分析(DMRT 法)中于 5% 水平上无显著差异。

Note:Data on individuals before spraying are the mean of four replications. Individuals of CK after spraying at 1,3,7 and 11 d were 546.5, 561.3,578.8,617.8. The same letter in each column indicates no significant difference at 5% .

的防效相当。

3 小结与讨论

本研究考察了原位聚合法制备冬青油微胶囊的几个关键影响因素,采用优化的工艺条件——芯材:壁材=3:2、添加质量分数为3%的分散剂[30%苯乙烯-马来酸酐共聚物(SMA)与Tween-80按质量比为1:1混合]、乳化搅拌速率为800 r/min、在120~150 min内将pH值调至2.0,在60~70℃下固化反应1 h,制备了20%冬青油微囊悬浮剂,其中的微胶囊平均粒径在7.0 μm左右,载药量在58%左右,包封率在95%以上。田间试验结果表明,采用20%冬青油微囊悬浮剂在有效成分300 g/hm²下进行常量喷雾处理,药后11 d其对菊小长管蚜的防效仍维持在90%以上,具有较高的防治效果和较长的持效期。

冬青油对螨类、同翅目昆虫和鞘翅目的多种昆虫都有较好的毒杀、熏蒸和驱避作用^[8-10],西北农林科技大学无公害农药研究服务中心在对其进行杀虫活性研究过程中发现,在一定剂量冬青油的熏蒸下,对蚜虫、红蜘蛛等害虫有较快的击倒速度,中毒昆虫迅速出现麻痹和瘫软症状;如果在该剂量下持续熏蒸10~15 min,则会最终导致中毒昆虫死亡;将出现中毒症状后的昆虫转移至新鲜空气中,试虫可逐渐复苏恢复(待发表)。由于冬青油有较强的挥发性,以上研究结果在很大程度上解释了冬青油加工成乳油直接应用到田间持效期短甚至防治失败的原因。将其微囊化后,冬青油可以在田间环境中持续稳定地释放,在提高药效的同时可延长持效期。

参考文献(Reference):

- [1] 熊忠华,曾鑫年,李保同,等.鱼藤酮微胶囊化参数的确定[J]. 农药学报,2005,7(2):165-170.
XIONG Zhonghua, ZENG Xinnian, LI Baotong, et al. Parameters for microencapsulation of rotenone[J]. *Chin J Pestic Sci*, 2005, 7(2):165-170. (in Chinese)
- [2] 李拥军,张茂新,谷文祥,等.印楝油微胶囊的制备与生物活性研究[J]. 华南农业大学学报,2006,27(2):53-55.
LI Yongjun, ZHANG Maixin, GU Wenxiang, et al. Preparation of neem oil microcapsule and its bioactivity[J]. *J South China Agric Univ*, 2006, 27(2):53-55. (in Chinese)
- [3] 江定心,徐汉虹,杨晓云.植物源农药印楝素微胶囊化工艺及防虫效果[J]. 农业工程学报,2008,24(2):205-208.
JIANG Dingxin, XU Hanhong, YANG Xiaoyun. Technology for microencapsulations of botanical pesticide azadirachtin and its insecticidal effect[J]. *Transactions of the CSAE*, 2008, 24(2):

- 205-208. (in Chinese)
- [4] 武锦,陈静,周艺峰,等.天然除虫菊素和阿维菌素纳米胶囊结构表征及杀虫活性测定[J]. 农药,2007,46(10):672-674.
WU Jin, CHEN Jing, ZHOU Yifeng, et al. Structure characterization and insecticidal activity tests of natural pyrethrin and abemectin nanocapsules[J]. *Agrochemicals*, 2007, 46(10):672-674. (in Chinese)
- [5] 侯华民,张兴.植物精油杀虫活性的研究进展[J]. 世界农业,2001(4):263-265.
HOU Hamin, ZHANG Xing. Research progress on insecticidal activity of plant essential oil[J]. *World Agriculture*, 2001(4):263-265. (in Chinese)
- [6] BAKKALI F, AVERBECK S, AVERBECK D, et al. Biological effects of essential oils-A Review[J]. *Food Chem Toxicol*, 2008, 46(2):446-475.
- [7] 刘学文,徐汉虹,鞠荣,等.植物精油在农药领域中的研究进展[J]. 香料香精化妆品,2004(2):36-39.
LIU Xuewen, XU Hanhong, JU Rong, et al. Advance of plant essential oils research in pesticide[J]. *Flavour Fragrance Cosmetics*, 2004(2):36-39. (in Chinese)
- [8] 王延圣,苏平.微胶囊技术在植物精油中的应用及研究进展[J]. 食品工业科技,2012,33(10):453-456.
WANG Yansheng, SU Ping. Application and research development of microencapsulation in plant essential oil[J]. *Sci Tech Food Ind*, 2012, 33(10):453-456. (in Chinese)
- [9] 王秀芳,任广伟,王新伟,等.植物精油对烟草甲触杀、熏蒸和驱避作用研究[J]. 中国烟草学报,2011,17(2):67-70.
WANG Xiufang, REN Guangwei, WANG Xinwei, et al. Contact and fumigant activities of plant essential oils against *Lasioderma serricorne* (Fabricius) [J]. *Acta Tabacaria Sin*, 2011, 17(2):67-70. (in Chinese)
- [10] 王玉赞,凌冰,陆永跃,等.几种植物精油对桔小实蝇的产卵忌避作用[J]. 华南农业大学学报,2010,43(2):22-26.
WANG Yuzan, LING Bing, LU Yongyue, et al. Oviposition deterrent effects of several plant essential oils on *Bactrocera dorsalis* (Diptera: Tephritidae) [J]. *J South China Agric Univ*, 2010, 43(2):22-26. (in Chinese)
- [11] 方才君,胡仕林.植物精油对朱砂叶螨的毒性试验[J]. 西南师范大学学报,1997,22(4):470-472.
FANG Caijun, HU Shilin. Toxicity evaluation of essential oils on *Tetranychus cinubrinus* [J]. *J Southwest China Normal Univ(Nat Sci)*, 1997, 22(4):470-472. (in Chinese)
- [12] 赵德,刘峰,慕卫,等.毒死蜱微胶囊制备中表面形貌和包封率的影响因素[J]. 应用化学,2007,24(5):589-592.
ZHAO De, LIU Feng, MU Wei, et al. Factors affecting morphology and encapsulation ratio of chlorpyrifos microcapsules with UF-resin during preparation[J]. *Chin J Appl Chem*, 2007, 24(5):589-592. (in Chinese)
- [13] 冯微,葛艳蕊,王申.用脲醛树脂制备溴氰菊酯农药微胶囊[J]. 农药,2004,43(2):73-75.
FENG Wei, GE Yanrui, WANG Shen. Urea-formaldehyde resin microencapsulation of deltamethrin, pesticide [J]. *Chinese J Pestic*, 2004, 43(2):73-75. (in Chinese)

(责任编辑:金淑惠)