

植物源杀螨剂 40% 川芎油·冬青油环保型乳油的研制

黄乾龙,周一万,马志卿,冯俊涛*,张 兴

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

摘 要:以朱砂叶螨(*Tetranychus cinnabarinus*)为供试害螨,采用玻片浸渍法,进行川芎油和冬青油的复配增效研究。结果表明:川芎油与冬青油以质量比(W:W)为 1:1.5 混用对朱砂叶螨具显著增效作用,LC₅₀为 622.93 mg·L⁻¹,共毒系数达 616.94;通过溶剂、乳化剂等助剂筛选,确定了 40% 川芎油·冬青油环保型乳油的配方;质量检测表明以该配方配制的制剂符合商品农药的各项要求;田间药效试验表明,40% 川芎油·冬青油环保型乳油对朱砂叶螨(*T. cinnabarinus*)和山楂叶螨(*T. viennensis*)均具有较好的防治效果,800 mg·L⁻¹处理药后 7 d 防效均在 90% 以上,与对照药剂 1.8% 阿维菌素 EC 9 mg·L⁻¹处理防效相当,值得在经济作物上推广。

关键词:川芎油;冬青油;朱砂叶螨;混用增效;植物源杀螨剂

中图分类号:S482.5

文献标志码:A

文章编号:1001-7461(2013)03-0155-06

Development of Botanical Acaricide with 40% Cnidium Oil & Holly Oil Emulsifiable Concentrate

HUANG Qian-long, ZHOU Yi-wan, MA Zhi-qing, FENG Jun-tao*, ZHANG Xing

(Research & Development Center of Biorational Pesticide, Northwest A&F University,

Research Center of Biopesticide Technology and engineering, Shaanxi Province, Yangling, Shaanxi 712100, China)

Abstract:Based on acaricidal toxicity, the synergistic interaction between cnidium oil and holly oil against *Tetranychus cinnabarinus* was determined by slide dip method in laboratory. The results indicated that cnidium oil and holly oil in a ratio of 1:1.5(W/W) had significant synergistic activity against *T. cinnabarinus* with the LC₅₀ value of 622.93 mg·L⁻¹, and co-toxicity coefficient (CTC) of 616.94. By screening on solvent and emulsifier, the emulsifiable concentrate (EC) of 40% cnidium oil and holly oil was developed, which conformed to the demands of commercializing pesticide. The results of field efficacy showed that the control efficacy of the EC of 40% cnidium oil and holly oil on *T. cinnabarinus* and *T. viennensis* was over 90% after 7 d with the concentrate of 800 mg·L⁻¹, equivalent to control efficacy of 1.8% avermectin EC with the concentrate of 9 mg·L⁻¹. Therefore, the botanical pesticide developed by this research has a better applicable prospect.

Key words:cnidium oil; holly oil; *Tetranychus cinnabarinus*; synergism; botanical acaricide

叶螨科(Tetranychidae)属节肢动物门(Arthropoda)蛛形纲(Arachnida)真螨目(Acari-formes),通称叶螨,俗称红蜘蛛,世界已记录 900 余种,我国已知的有 16 属 200 余种,如朱砂叶螨(*Tetranychus cinnabarinus*)、山楂叶螨(*Tetranychus vi-*

ennensis)等,是一类危害较为严重的农业害虫^[1]。目前,防治农业害螨主要以化学农药为主,而化学农药长期使用导致了严重的害螨抗药性,显著缩短了化学杀螨剂的使用寿命。而植物源杀螨剂具有环保、安全、低毒、低残留等优点^[2-5],随着人们健康理

收稿日期:2012-10-16 修回日期:2012-11-28

基金项目:陕西省“13115”科技创新工程重大科技专项(2010ZDKG-73);公益性行业(农业)科研专项(200903052);宁陕合作项目(KGX-09-10-10)。

作者简介:黄乾龙,男,在读硕士,研究方向:生物源杀蚜、杀螨剂。E-mail:hql1987414@163.com

* 通信作者:冯俊涛,男,教授,博士,研究方向:生物源农药和农药毒理学。E-mail:jtfeng@126.com

念的转变以及对环境安全的日益重视,植物源杀螨剂在农业生产中逐渐引起人们关注,成为农药研究中的热点。

目前,已报道发现的具杀螨活性的植物主要分布于菊科、茄科、豆科、楝科等科。曹挥^[6]等和孙双艳^[7]等分别研究了菊科植物万寿菊甲醇提取物和氯仿提取物对朱砂叶螨和山楂叶螨的触杀、杀卵、忌避以及抑制产卵作用;烟草等茄科植物的主要活性成分是烟碱,赵国林^[8]等研究报道了烟碱的衍生物硫酸烟碱对山楂叶螨、麦岩螨和针叶小爪螨均有较强的毒杀活性;从豆科植物中分离得到的鱼藤酮、苦参碱以及苦豆子碱也表现出较高的杀螨活性^[9],其中鱼藤提取物活性显著;刘燕萍^[10]等发现苦参乙醇提取物对二斑叶螨、柑橘全爪螨均表现出较好的拒食活性,尤其是对柑橘全爪螨,随处理时间的延长,活性有增强的趋势;印楝素对柑橘锈螨及柑橘全爪螨有生物活性并且田间防效良好^[11],苦楝种核提取物对柑橘全爪螨的成螨、若螨和卵均有极强的生物活性,田间防效也较好,且对其天敌纽氏钝绥螨较安全^[12]。西北农林科技大学无公害农药研究服务中心在研究植物精油对朱砂叶螨的生物活性时发现川芎油、冬青油均对朱砂叶螨具有较强的毒杀活性^[13],基于此,在测定川芎油和冬青油对朱砂叶螨室内毒力基础上,通过科学合理配伍及助剂筛选,研制植物源杀螨剂 40% 川芎油·冬青油环保型乳油(EC),并测试该药剂对朱砂叶螨、山楂叶螨的田间药效。

1 材料与方法

1.1 供试材料

供试害螨:室内毒力测定试验,朱砂叶螨(*Tetranychus cinnabarinus*),为西北农林科技大学无公害农药研究服务中心提供;田间药效试验,朱砂叶螨为陕西大荔县田间自然种群;山楂叶螨(*T. viennensis*),陕西白水苹果试验基地田间自然种群。

供试药剂:20% 川芎油 EC,20% 冬青油 EC,为西北农林科技大学无公害农药研究服务中心提供;川芎油(藁本内酯含量≥35%)、冬青油(水杨酸甲酯含量≥90%)以及常用的农药助剂均由市场购得。

1.2 试验方法

1.2.1 生物活性测定方法 采用 FAO 推荐的玻片浸渍法^[14]对供试害螨进行室内生物活性测定。

1.2.2 配方筛选及 2 种药剂合理配比的确

1)参照杨瑞典^[15]的方法测定 2 种药剂联合毒力,公式(P_a 、 P_b 分别为各单剂的试虫死亡率)为:

混剂理论死亡率:

$$P_m=1-(1-P_a) \cdot (1-P_b) \tag{1}$$

协同毒力指数:

$$(c \cdot f)=\frac{\text{实际死亡率}-\text{理论死亡率}}{\text{理论死亡率}} \times 100 \tag{2}$$

以 $c \cdot f$ 值大小来评判 2 种药剂混用的联合作用,当 $c \cdot f>20$ 时为增效作用; $c \cdot f<-20$ 时为拮抗作用; $-20<c \cdot f<20$ 时为相加作用。

2)参照张宗炳^[16]方法确定 2 种药剂合理配比。

1.2.3 2 种物质混用作用效果的测定与评判 参考张瑞亭^[17]的共毒系数(CTC)法对植物源杀螨混剂的增效作用进行测定和评判,室内杀螨生物活性测定方法参考 1.2.1。当 $CTC>120$ 时,为增效作用; $CTC<80$,为拮抗作用; $80<CTC<120$ 为相加作用, $CTC>200$,为显著增效作用。

1.2.4 植物源杀螨剂的研制

1.2.4.1 溶剂筛选方法 环保型乳油溶剂筛选过程中,弃用三苯类、芳烃类及氯仿等溶剂,具体方法参考乳油溶剂筛选方法^[18]。

1.2.4.2 乳化剂筛选方法 一般采用非离子表面活性剂和阴离子表面活性剂的复配型乳化剂。通过对多种乳化剂组合的筛选、复配,观察所配制剂的外观、乳化性能及低温冷贮(0℃,3 d)稳定性选择乳化剂,以能形成均相透明、乳化性能均好,且在低温冷贮中无结晶析出的乳化剂组合入选。

1.2.4.3 制剂配方的确定 对入选的制剂进行较为全面的质量检测,主要包括制剂的乳化性能及冷、热贮稳定性等,根据质量检测结果确定制剂的最终配方。

1.2.4.4 制剂的质量控制及检测方法 采用 GB/603-79 对制剂的外观、乳化分散性及乳液稳定性进行检测;乳化分散性包括乳油的分散性和初乳态两个方面,其评价指标分为 5 级,具体为:

I 级:乳油滴入水中迅速自动地分散成带蓝色荧光的云雾状分散体系,稍加搅动可成淡蓝色或浅白色透明乳状液;

II 级:乳油滴入水中自动地分散成带蓝色荧光的云雾状分散体系,稍加搅动成淡蓝色半透明乳状液;

III 级:乳油滴入水中成白色云雾状或丝状分散,稍加搅动后成蓝色不透明乳状液;

IV 级:乳油滴入水中成白色微粒状下沉,稍加搅动后成白色不透明乳状液;

V 级:乳油滴入水中成油珠状下沉,搅动后能乳化,但很快又析出油状物并沉淀;

上述标准中,I~III 级为合格,IV、V 级为不合格。

采用 GB/T1603-93 对制剂的 pH 值进行测定;
采用 HG/T2467. 2-2003 对制剂的低温稳定性、
热贮稳定性进行检测,并采用气相色谱法分析热贮前
后制剂中主要化学成分的含量,评判热贮稳定性;

采用生物活性测试法比较热贮前后的制剂的室
内毒力,进一步对制剂的热贮稳定性进行检测。

1. 2. 5 田间药效试验方法

1. 2. 5. 1 防治朱砂叶螨田间药效试验 采用小区
试验方法,在陕西大荔县东捻村玉米为材料。药剂
川芎油·冬青油混剂设置梯度浓度:有效成分(川芎
油和冬青油, $W:W=1:1.5$)质量浓度分别为 400
 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、533 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、800 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、1. 8%阿维
菌素 EC 有效成分浓度 9 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$,以及清水对照 5
个处理。试验每小区面积为 25 m^2 ,重复 4 次,随机
区组排列。在朱砂叶螨(若螨)危害盛期以工农-16 型
喷雾器进行喷雾。每小区定株标记 5~10 片有螨叶
片,调查全叶螨量(每小区虫数不少于 120 头)。药前
调查虫口基数,药后 1、3、7 d 调查残存的活螨数。通
过各药剂处理施药前后虫口数,计算各药剂处理后的
防治效果。防效计算公式如下:

$$\text{防效}/\%=\{1-\frac{Ta\cdot Cb}{Tb\cdot Ca}\}\times 100$$

(3)

式中, Ta :药剂处理后虫口数, Tb :药剂处理前虫口
数, Ca :对照处理后虫口数, Cb :对照处理前虫口数。

试验数据采用 SAS 6. 12 统计分析软件进行分

析,用邓肯氏新复极差检验法比较各处理间的差异。

1. 2. 5. 2 防治山楂叶螨田间药效试验 采用小区
试验方法,在陕西省渭南市白水苹果试验基地苹
果树上进行。药剂川芎油·冬青油混剂设置梯度浓
度:有效成分(川芎油和冬青油, $W:W=1:1.5$)质
量浓度分别为 500 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、800 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、1. 8%
阿维菌素 EC 有效成分质量浓度 9 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$,以及
清水对照 4 个处理。试验每小区面积为 20 m^2 ,重
复 4 次,随机区组排列。在山楂叶螨(若螨)危害盛
期以工农-16 型喷雾器进行喷雾。每小区定株标记
5~10 片有螨叶片,调查全叶螨量(每小区虫数不少
于 120 头)。药前调查虫口基数,药后 1、3、7 d 调
查残存的活螨数。通过各药剂处理施药前后虫口数,
计算各药剂处理的防治效果。防效计算公式及数据
处理方法均参照 1. 2. 5. 1。

2 结果与分析

2. 1 川芎油和冬青油对朱砂叶螨的毒力及其混用
协同毒力指数测定

2. 1. 1 川芎油和冬青油对朱砂叶螨的室内毒力测
定 20%川芎油 EC、20%冬青油 EC 对朱砂叶螨的
室内毒力结果(表 1)表明其均表现较强的毒杀活
性,冬青油对朱砂叶螨的毒杀活性略高于川芎油,其
 LC_{50} 为 1 536. 64 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 。

表 1 2 种杀螨活性物质对朱砂叶螨室内毒力

Table 1 Laboratory bioassay of two acaricidal substances to *T. cinnabarinus*

样品名称	毒力曲线	$LC_{50}/(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1})$	相关系数/ r	95%的置信区间/ $(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1})$	卡方值(χ^2)
20%川芎油 EC	$Y=2. 096\ 7+0. 863\ 2x$	2 308. 95	0. 997 6	1 510. 34~3 529. 84	3. 60
20%冬青油 EC	$Y=2. 361\ 2+0. 828\ 1x$	1 536. 64	0. 997 4	1 071. 76~2 203. 16	0. 13

2. 1. 2 川芎油和冬青油二者混用协同毒力指数的
测定 川芎油和冬青油二者混用的协同毒力指数结
果(表 2)可见,以 $V:V=1:1$ 混用时(质量浓度分
别为 2 300 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 和 1 500 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$), $c\cdot f$ 值为
20. 95, >20 ,说明二者混配具有增效作用。

表 2 川芎油和冬青油混配的协同毒力指数($c\cdot f$ 值)
Table 2 Co-operative virulence index ($c\cdot f$) of the mixtures
combined by cnidium oil and holly oil

组合	供试浓度	理论死亡率	实际死亡率	$c\cdot f$ 值
	$/(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1})$	$/\%$	$/\%$	
川芎油	2 300	—	41. 56	—
冬青油	1 500	—	44. 01	—
川芎油+冬青油	—	67. 18	81. 25	20. 95

注:表中数据为 3 次重复平均值,表 3 同。

2. 2 混剂合理配比的确立及增效作用的测定

表 3 川芎油和冬青油不同配比对朱砂叶螨的效果

Table 3 Bioassay results of mixtures with different ratios
of cnidium oil and holly oil to *T. cinnabarinus*

川芎油 比率/%	冬青油 比率/%	实测 死亡率/%	预期 死亡率/%	毒性 比率
100	0	40. 84	40. 84	1. 00
90	10	46. 15	41. 38	1. 12
80	20	45. 55	41. 93	1. 09
70	30	46. 73	42. 47	1. 10
60	40	53. 25	43. 02	1. 24
50	50	54. 23	43. 56	1. 25
40	60	55. 76	44. 10	1. 26
30	70	71. 42	44. 65	1. 60
20	80	70. 96	45. 19	1. 57
10	90	53. 75	45. 74	1. 34
0	100	46. 28	46. 28	1. 00

注:表中川芎油质量浓度为 2 300 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ($LC_{50}=2\ 308. 95\ \text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$),冬青油质量浓度为 1 500 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ($LC_{50}=1\ 536. 64\ \text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)。

不同配比混用测定结果(表 3)表明,川芎油与冬青油在 LC_{50} 浓度下,剂量比 9 : 1~1 : 9 间均具有不同程度的增效作用;二者在 LC_{50} 浓度下,以剂量比 3 : 7(有效成分质量比为 1 : 1.5)时毒性比率最高,为 1.60,增效作用显著。

表 4 川芎油与冬青油混剂共毒系数(CTC)

Table 4 Co-toxicity coefficient of the mixture of cnidium oil and holly oil to *T. cinnabarinus*

样品名称	毒力曲线	$LC_{50}/(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	95%置信限/ $(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	卡方值 χ^2	CTC
20%川芎油 EC	$Y=2.096\ 7+0.863\ 2x$	2 308.95	1 510.34~3 529.84	3.60	—
20%冬青油 EC	$Y=2.361\ 2+0.828\ 1x$	1 536.64	1 071.76~2 203.16	0.13	—
川芎油·冬青油混剂	$Y=5.334\ 2+1.625\ 8x$	622.93	523.77~741.07	0.41	616.94

注:川芎油·冬青油混剂中川芎油和冬青油所占比率分别是 16%和 24%。

2.3 40%川芎油·冬青油环保型 EC 的研制

2.3.1 溶剂筛选结果 2[#]、3[#]、5[#]、6[#]溶剂组合对 2 种精油的溶解性均较好(表 5);综合考虑成本、环境安全性等因素的影响,最后确定 2[#]溶剂组合进入下一步乳化剂筛选试验。

表 5 不同溶剂组合对 2 种植物精油的溶解性能

Table 5 Testing of the solubility of two botanical oils in different solvent combinations

组合	溶剂/%					溶解性
	乙酸乙酯	丙酮	乙醇	二甲基甲酰胺	环己酮	
1 [#]	90	—	10	—	—	++
2 [#]	80	—	10	10	—	+++
3 [#]	80	—	10	—	10	+++
4 [#]	—	90	10	—	—	++
5 [#]	—	80	10	10	—	+++
6 [#]	—	80	10	—	10	+++

注:表格中“+++”表示易溶;“++”表示能溶解。

表 6 川芎油·冬青油混剂的乳化剂组合分析

Table 6 List of emulsifier combination of preparation of homogeneous transparent and emulsifying qualified mixture of cnidium oil and holly oil

组合名称	乳化剂/%					乳化剂加入量/%	乳化分散等级
	乳化剂 S1	农乳 500	OP-10	1601	农乳 700		
A ₁	40	—	60	—	—	12	Ⅲ
A ₂	40	—	40	20	—	15	Ⅲ
A ₃	40	—	40	—	20	10	Ⅱ
A ₄	—	40	60	—	—	12	Ⅲ
A ₅	—	40	40	20	—	15	Ⅲ
A ₆	—	40	40	—	20	10	Ⅱ

综上所述,得出 40%川芎油·冬青油环保型乳油配方:16%川芎油(折百)、24%冬青油、4%农乳 500[#]、4%OP-10、2%农乳 700[#]、余为溶剂补齐至 100%。

2.4 40%川芎油·冬青油环保型 EC 的质量检测

根据上述配方,制成 40%川芎油·冬青油环保型 EC,并采用 GB/603-79、GB/T1603-93、HG/T2467.2-2003 以及与生物活性测试相结合的方法对制剂各项指标进行质量检测(表 7 和表 8)。

由表 7 可以看出,所研制的 40%川芎油·冬青油 EC 制剂,经过各项指标检测,均为合格,达到商品农药要求标准。

基于上述结果,初步配制川芎油与冬青油(W : W=1 : 1.5)的混剂,并测定其室内毒力,结果(表 4)表明,混剂 LC_{50} 为 622.93 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$,CTC 值为 616.94,远>200,表现为显著增效作用。

2.3.2 乳化剂筛选结果 以上述 2[#]溶剂组合配制成川芎·冬青油混合溶液,设计不同的乳化剂组合并测定其乳化性能,初步筛选出对川芎·冬青油混合溶液有较好的乳化分散性的 6 个乳化剂组合;以此 6 个乳化剂组合分别配制成乳油制剂样品,并测试各样品的乳化分散效果,结果(表 6)表明,在乳化剂加入量方面,乳化剂组合 A₃、A₆ 均为 10%,小于乳化剂组合 A₁(12%)、A₄(12%)、A₂(15%)、A₅(15%);乳化分散等级方面,以乳化剂组合 A₃、A₆ 配制的乳油样品均为Ⅱ级,优于以乳化剂组合 A₁、A₂、A₄、A₅ 配制的乳油样品为Ⅲ级;综合考虑成本等因素,最终确定乳化剂组合 A₆ 为最佳乳化剂组合。

表 7 40%川芎油·冬青油 EC 的质量

Table 7 Quality test results of the EC of 40% cnidium oil and holly oil

检测指标	检测结果
藜本内酯含量	≥5.6%
水杨酸甲酯含量	≥21.6%
外观	无色透明液体
热贮稳定性	合格 ²
冷贮稳定性	合格 ³
乳液稳定性	无浮油、沉油及沉淀析出
乳化分散性	能自动均匀分散,稍加搅拌呈蓝色半透明状乳液,达到乳化Ⅱ级
pH 值	6.50

注:1.表中含量分析采用气相色谱法进行;2.制剂中主要成分藜本内酯和水杨酸甲酯的热贮分解率分别为 3.8%和 4.0%,均<5.0%,合格;3.制剂无冻结、浑浊、分层或沉淀,合格。

从表 8 可知,40％川芎油・冬青油 EC 在热贮前后对朱砂叶螨的 LC_{50} 的 95％置信限有重叠交叉,说明该药剂在热贮前后生物活性并无显著差异,由此可进一步判定所研制的 40％川芎油・冬青油 EC 制剂的热贮稳定性合格。

表 8 40％川芎油・冬青油 EC 热贮前后对朱砂叶螨室内毒力

Table 8 Results of toxicity of the EC of 40％cnidium oil and holly oil to *T. cinnabarinus* before and after high temperature storage

样品名称	毒力曲线	LC_{50} /($mg \cdot L^{-1}$)	95％置信区间 /($mg \cdot L^{-1}$)
热贮前	$Y=5.334\ 2+1.625\ 8x$	622.93	523.77~741.07
热贮后	$Y=-0.654\ 4+2.036\ 4x$	591.96	515.65~679.57

2.5 40％川芎油・冬青油环保型 EC 对朱砂叶螨、山楂叶螨的田间药效试验

2.5.1 40％川芎油・冬青油环保型 EC 防治朱砂叶螨田间试验 以陕西大荔县东捻村玉米上的朱砂叶螨为供试害螨,进行了 40％川芎油・冬青油 EC 田间防治朱砂叶螨的药效试验,结果(表 9)可以看出,该植物源杀螨剂在田间表现出了较好的防治效果,在 $800\ mg \cdot L^{-1}$ 质量浓度下,7 d 后防效为 90.67％,与对照药剂 1.8％阿维菌素 EC 9 $mg \cdot L^{-1}$ 处理防效相当;该植物源杀螨剂 1 d 后防效不到 70％,而阿维菌素 1 d 后防效则为 84.86％,说明该植物源杀螨剂速效性较阿维菌素差。

表 9 40％川芎油・冬青油 EC 防治朱砂叶螨田间试验
Table 9 Field efficacy trials results of the EC of 40％cnidium oil and holly oil to *T. cinnabarinus*

药剂名称	供试质量浓度		防效/％		
	/($mg \cdot L^{-1}$)	药后 1 d	药后 3 d	药后 7 d	
40％川芎油・冬青油 EC	800	64.74b	83.72b	90.67a	
	533	46.82c	70.94c	76.53b	
	400	35.47d	55.03d	64.09c	
1.8％阿维菌素 EC	9	84.86a	91.96a	91.23a	

注:表中同列数据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;表中数据为 4 次重复之平均值,表 10 同。

2.5.2 40％川芎油・冬青油环保型 EC 防治山楂叶螨田间试验结果 以陕西白水苹果试验基地苹果树上的山楂叶螨为供试害螨,进行了 40％川芎油・冬青油 EC 田间防治山楂叶螨的药效试验,结果(表 10)可知,该植物源杀螨剂对山楂叶螨也表现出了较好的防治效果,在 $800\ mg \cdot L^{-1}$ 质量浓度下,7 d 后防效为 92.53％,与对照药剂 1.8％阿维菌素 EC 9 $mg \cdot L^{-1}$ 处理防效相当;就速效性而言,供试药剂仍较阿维菌素差,其 1 d 后的防效仅为 63.07％。

表 10 40％川芎油・冬青油 EC 防治山楂叶螨田间试验
Table 10 Field efficacy trial results of the EC of 40％cnidium oil and holly oil to *T. viennensis*

药剂名称	供试质量浓度		防效/％		
	/($mg \cdot L^{-1}$)	药后 1 d	药后 3 d	药后 7 d	
40％川芎油・冬青油 EC	800	63.07b	82.15b	92.53a	
	500	43.79c	71.87c	82.46b	
	9	88.04a	95.01a	92.60a	

3 结论与讨论

以天然植物精油川芎油、冬青油为原料,通过配方筛选,最终研制出 40％川芎油・冬青油环保型 EC;田间药效试验表明,该药剂对朱砂叶螨和山楂叶螨均具有较好的防治效果,与对照药剂 1.8％阿维菌素 EC 9 $mg \cdot L^{-1}$ 处理防效相当。

40％川芎油・冬青油环保型 EC 值得在经济作物或有机作物上推广使用。由于杀螨剂产品相对单一,且主要为化学杀螨剂,长期使用后导致了害螨抗性增强、用药次数和用药量增加,导致在许多经济作物如枸杞、茶叶、烟草等上面出现了较为严重的残留问题,影响了这些产品的出口,损失巨大。本研究所研制的植物源杀螨剂 40％川芎油・冬青油环保型 EC 对多种害螨均有较好的防治效果,且有一定的持效期,在环境中容易降解,具有对人、畜及环境安全、不易使害螨产生抗药性等特点,值得在经济作物上推广应用。

用低毒溶剂或植物精油等代替三苯类等有机溶剂成为乳油剂型研制的必然发展趋势。目前传统型乳油仍然是农药使用中的一大类,占据着农药市场中相当大的份额。传统乳油基本选用三苯类、芳烃类及氯仿等作为溶剂,这有助于药剂中的活性成分快速渗透害螨体壁,从而提高药效。但传统乳油中三苯类等有机溶剂的大量使用,大大增加了环境的压力,并且对人畜及害虫天敌有较大的危害。进入 21 世纪后,人们对食品、环境的要求开始向绿色、环保、和谐发展,这不仅要求所使用的农药做到低毒、低残留,也推动了农药剂型的更新换代。在江苏苏州 2010 年召开的“第二届环境友好型农药制剂加工技术及生产设备研讨会”上,提出了加快乳油品种的替换工作的决议,使得这一传统剂型面临削减和替代,取而代之的是乳油的升级产品,如微乳剂、水乳剂、水悬浮剂、水分散粒剂、微囊剂等水基型制剂。而植物源杀螨剂活性成分由于组分复杂,质量难以控制,水基型制剂有可能导致制剂中部分活性成分的失效,而非液体制剂由于有效成分的粒径难以控制,难以对害螨起到较好防治效果。因此,本研究以低毒溶剂及植物精油等代替三苯类、芳烃类及氯仿

等有机溶剂,保证了植物源杀螨剂的药效,并且大大降低了传统型乳油药剂对环境及对非靶标生物体的危害,故称之为“环保型乳油”。随着研究的深入,环保型乳油必将引起极大的关注。

植物源农药的质量检测,尤其是热贮稳定性检测宜采用主要活性成分分析与生物活性测定相结合的方法来进行。目前市场上的植物源制剂多数是以植物材料的粗提取物直接加工而成,其有效成分不是单一的化合物,而是多组分的混合。如果仅以单一的化学分析或仪器分析测定的仅是某一种或几种有效成分的含量,而不能测得所有活性成分的含量。此外,化学分析或仪器分析也测不出植物性农药制剂中各种物质之间(有效成分之间、有效成分和无效成分之间)生物活性的相互作用(如增效作用或拮抗作用)^[19]。所研制的植物源杀螨剂 40%川芎油·冬青油环保型 EC,以天然植物精油川芎油、冬青油为原材料,其主要成分分别为藁本内酯、水杨酸甲酯,同时还分别含有相对含量较高的烷基苯酚类化合物^[20]和单萜、倍半萜类化合物^[21];可见制剂中化学成分及可能的有效成分均极为复杂。基于此,本研究对 40%川芎油·冬青油环保型 EC 的质量检测,尤其是热贮稳定性检测,采用了主要活性成分含量分析与室内生物活性测定相结的方法来检测,这样才能较为全面的反映制剂的整体稳定性,但该方法是否适合于在其他植物源农药的质量检测上进行推广还有待进一步探讨。

参考文献:

[1] 徐汉虹. 植物化学保护学[M]. 北京:中国农业出版社,2007.

[2] 赵千,杨春清,孙明舒. 3 种植物源杀虫剂防治蚜虫效果研究[J]. 安徽农业科学,2008,36(4):1488-1489.

ZHAO Q,YANG C Q,SUN M S. Preliminary study on the control effects of 3 kinds of botanical insecticides including Shenyu to Aphids [J]. Journal of Anhui Agricultural Sciences, 2008,36(4):1488-1489. (in Chinese)

[3] 刘新,林永. 辣椒碱对桃蚜的生物活性及其与几种杀虫剂的联合作用[J]. 农药学报,2003,5(2):94-96.

LIU X,LIN Y. Biological activity of capsaicine and its joint action with other pesticides[J]. Chinese Journal of Pesticide Science,2003,5(2):94-96. (in Chinese)

[4] EL S H,BASEDOW T. The efficacy of different neem preparations for the control of insects damaging potatoes and eggplants in the Sudan[J]. Crop Prot,2003,22(8):1015-1021.

[5] LIU CH,MISHRA AK,TAN RX,*et al.* Repellent and insecticidal activities of essential oils from *Artemisia princeps* and *Cinnamomum camphora* and their effect on seed germination of wheat and broad bean[J]. Bioresour Technol,2006,97(15):

1969-1973.

[6] 曹挥,刘素琪,王鸿雷,等. 万寿菊根提取物对山楂叶螨几种酶活性的影响[J]. 林业科学,2003,39(2):114-118.

CAO H,LIU S Q,WANG H L,*et al.* The effects of extracts of *Tateges erecta* on activities of several enzyme of *Tetranychus viennensis* Zacher [J]. Scientia Silvae Sinicae,2003,39(2):114-118. (in Chinese)

[7] 孙双艳,胡敦孝. 万寿菊粗提物对朱砂叶螨和烟粉虱生物活性的研究[A]//李典谟. 中国昆虫学会 2002 年学术年会论文集. 北京:中国科学技术出版社,2002:700-704.

[8] 赵国林,姜双林,刘斌. 烟碱的室内毒力及大田药效测定[J]. 甘肃农业科技,1997(10):31-32.

[9] 赵善欢,谢尊逸. 鱼藤一应该推广繁殖的国产杀虫植物[J]. 科学通报,1952(5):324-326.

[10] 刘燕萍,高平,潘为高,等. 紫茎泽兰等几种植物提取物对两种农业害螨的毒力作用研究[J]. 四川大学学报:自然科学版,2004,41(1):212-215.

LIU Y P,GAO P,PAN W G,*et al.* Effect of several plant extracts on *Tetranykhuss cticae* and *Panoychus citri*[J]. Journal of sichuan University: Natural Science Edition,2004,41(1):212-215. (in Chinese)

[11] KALAISEKAR A,NAIDU V G,RAO N V. Efficacy of some pesticides against citrus rust mite *Phylloco-ptruta oleivora* [J]. Indian Journal of Entomology,2003,65(3):308-310.

[12] 韦成礼,陆清妹,韦东胜,等. 苦楝核提取物对柑桔红蜘蛛卵的毒杀试验[J]. 广西农业科学,1995(4):176-177.

[13] 李涛. 植物源增效复配杀螨剂的研制[D]. 陕西杨陵:西北农林科技大学,2010.

[14] FAO. Plant production and protection 21 recommended methods for measurement of resistance to pesticides[M]. Rome,Italy,1980:49-54.

[15] 杨瑞典. 混合制剂联合毒力测定方法[J]. 农药,1981(2):36-37.

[16] 张宗炳. 杀虫药剂的毒力测定[M]. 北京:科学出版社,1988.

[17] 张瑞亭. 农药的混用与混剂[M]. 北京:化学工业出版社,1987.

[18] 郭武隸. 液体农药[M]. 北京:化学工业出版社,2003

[19] 吴文君,曹金娟. 植物源农药的质量控制[J]. 农药科学与管理,1997,61(1):24-25.

[20] 吴琦,杨秀伟. 国家药材 GAP 基地产的川芎挥发油化学成分的 GC-MS[J]. 中国中药杂志,2008,33(3):276-280.

WU Q,YANG X W. GC-MS analysis of essential oil from rhizomes of *Ligusticum chuanxiong* cultivated in GAP base for Chinese medicinal materials of China[J]. China Journal of Chinese Materia Medica,2008,33(3):276-280. (in Chinese)

[21] 邢莹莹,岑颍渊,冯顺卿,等. 大叶冬青挥发油化学成分的 GC-MS 分析[J]. 分析试验室,2003,22(Supp.):27-28.

XING Y Y,CEN Y Z,FENG S Q,*et al.* Determination of chemical compositions of essential oil from *Ilex latifolia* by GC-MS[J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory,2003,22(Supp.):27-28. (in Chinese)