

# 异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊制备及其对蓟马的引诱效果分析



陈艺欣 林 硕 田厚军 林凌鸿 李 恒 陈 勇\* 魏 辉\*

(福建省农业科学院植物保护研究所, 国家农业生物安全科学中心华东分中心, 福建省作物有害生物监测与治理重点实验室, 福建省作物有害生物绿色防控工程研究中心, 福州 350013)

**摘要:** 为研制环境友好型和可控释放的蓟马信息化合物新剂型, 通过饱和溶液搅拌法制备异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊, 采用  $L_9(3^4)$  正交试验确定最佳包埋条件, 通过红外光谱、X-衍射和扫描电镜对微胶囊结构进行分析, 探讨微胶囊的释放动力学, 并应用于田间大棚诱集蓟马明确其引诱效果。结果显示, 微胶囊最佳包埋条件是温度为 40 °C、搅拌速率为 800 r/min、芯壁质量比为 0.3:1.0、反应时间为 3 h, 该条件下的包埋率为 53.16%; 制备的微胶囊呈球状结构, 分散均匀; 微胶囊释放动力学符合 Korsmeyer-Peppas 模型, 其释放机制由 Fickian 扩散控制。微胶囊诱集瓜蓟马 *Thrips palmi* 的平均数量达到 475.5 只/板, 分别是对照和异烟酸甲酯原药诱集数量的 2.58 倍和 1.96 倍, 说明微胶囊具有良好的缓释性能、持效期和引诱效果。表明蓟马引诱剂微胶囊化可提高其稳定性和持久性, 可用于昆虫信息素缓释载体产品研发。

**关键词:**  $\alpha$ -环糊精; 异烟酸甲酯; 微胶囊; 释放动力学; 蓟马; 引诱效果

## Preparation of methyl isonicotinate/ $\alpha$ -cyclodextrin microcapsules and their attractant effect on thrips

Chen Yixin Lin Shuo Tian Houjun Lin Linghong Li Heng Chen Yong\* Wei Hui\*

(Fujian Engineering Research Center for Green Pest Management, Fujian Key Laboratory for Monitoring and Integrated Management of Crop Pests, East China Branch of the National Center For Agricultural Biosafety Sciences, Institute of Plant Protection, Fujian Academy of Agricultural Sciences, Fuzhou 350013, Fujian Province, China)

**Abstract:** To develop an environmentally friendly and controllable release formulation of thrips pheromone, methyl isonicotinate/ $\alpha$ -cyclodextrin microcapsules were prepared using a saturated solution stirring method. The optimal embedding conditions were determined through an  $L_9(3^4)$  orthogonal experiment. The microcapsules structures were analyzed using infrared spectroscopy, X-ray diffraction, and scanning electron microscopy. The release kinetics of the microcapsules were investigated, and their attractant effect on thrips was evaluated in the greenhouses. The results showed that the optimal embedding conditions for the microcapsules were as follows: a reaction temperature of 40 °C, a stirring rate of 800 r/min, a core-to-wall mass ratio of 0.3:1.0, and a reaction time of three hours. Under these conditions, the encapsulation efficiency reached 53.16%. The microcapsules exhibited a spherical morphology with even dispersion. The release kinetics of the microcapsules followed the Korsmeyer-Peppas model, with the release mechanism being controlled by Fickian diffusion. The field attraction results showed

基金项目: 福建省自然科学基金(2021J01475, 2023J06040), 中央引导地方科技发展专项(2023L3021), 福建省农业科学院科技创新团队(CXTD2021002-1), “5511”协同创新工程(XTCXGC2021011)

\* 通信作者 (Authors for correspondence), E-mail: chen0903@163.com, weihui@faas.cn

收稿日期: 2022-11-28

that the average number of *Thrips palmi* attracted by the microcapsules was 2.58 times higher than the control and 1.96 times higher than methyl nicotinate, reaching 475.5 thrips per trap. This demonstrated that the microcapsules had good sustained-release performance, duration, and attractant effect. These results indicated that the microencapsulation of thrips attractants can improve their stability and durability and can be used in the development of insect pheromone sustained-release carrier products.

**Key words:**  $\alpha$ -cyclodextrin; methyl isonicotinate; microcapsule; release kinetic; thrips; attractive effect

化学通信在昆虫生存中起着至关重要的作用。信息化合物是昆虫用来传递特定信号的有机化合物,影响着昆虫觅食、求偶、产卵、定向栖息场所及搜索寄主等生命行为,其中影响植食性昆虫行为的信息化合物主要是植物次生物质和昆虫释放的各种信息素(李晓维等,2019;张真等,2022)。蓟马是缨翅目昆虫的统称,其体型微小,繁殖力强,世代重叠严重,暴发频次高,常隐匿于花与嫩叶中为害(Morse & Hoddle, 2006; Mirab-Balou et al., 2011)。当前,全球贸易活动和气候变暖加速了蓟马类害虫的扩散和为害,已成为世界上重要的农业害虫类群,其中对农作物生产造成重大损失的种类有蓟马属 *Thrips* 的瓜蓟马 *T. palmi*、烟蓟马 *T. tabaci* 和黄胸蓟马 *T. hawaiiensis*、花蓟马属 *Frankliniella* 的丽花蓟马 *F. intonsa* 和西花蓟马 *F. occidentalis*、大蓟马属 *Megalurothrips* 的豆大蓟马 *M. usitatus* 等(Stuart et al., 2011; 孙丽娟等, 2019; 禹云超等, 2020)。目前对蓟马类害虫的防治主要依赖化学农药,但大量施用化学农药使其普遍产生了抗药性(Jouraku et al., 2019; Moretti et al., 2019; Ding et al., 2020)。基于信息化化合物的害虫监测、诱杀和取食、产卵及交配干扰技术是害虫绿色防控体系的重要组成部分,被广泛用于害虫综合治理。

吡啶类化合物及其衍生物都含有苯羰基,结构类似于蓟马寄主植物花朵中的花香化合物,在田间对蓟马具有引诱作用(Davidson et al., 2007; Teulon et al., 2007a)。目前已报道对蓟马有引诱作用的吡啶类化合物逾 17 种,其中以异烟酸甲酯可引诱的蓟马种类最多,诱捕效果最好(李晓维等, 2022)。在田间和温室的诱捕试验、风洞和 Y 型嗅觉仪试验中,异烟酸甲酯对 12 种以上蓟马的诱捕量有增效作用,且可以同时诱捕雌雄两性蓟马,包括具有传播病毒能力的世界性害虫西花蓟马、烟蓟马和瓜蓟马(Davidson et al., 2007; Nielsen et al., 2016)。根据不同的蓟马种类、环境条件和生物测定方法,以异烟酸甲酯作为蓟马引诱剂能使诱捕量增加约 2~5 倍,最大诱捕量能增加 60 倍(Teulon et al., 2017)。将异烟酸甲酯与其他信息化合物混合使用时,对不同种类蓟马既可

能表现为拮抗作用也可能表现为相加作用,却没有增效作用,因此本研究采用异烟酸甲酯单剂作为蓟马引诱剂组分(Teulon et al., 2007b; Wogin et al., 2010; 陈艺欣等, 2023)。

微胶囊是由具聚合物特性的壳材料包裹形成的半透性或密封微型容器或包装物(Patra et al., 2010)。通过微胶囊化可降低被包裹物受不利环境的影响程度,延长活性物质的持效期,降低其毒性,还可避免有效成分中混入杂质等。Chen et al. (2018) 利用两亲嵌段共聚物作为壁材,将斜纹夜蛾 *Spodoptera litura* 性信息素组分微胶囊化,可以控制性信息素释放速度,延长引诱剂的使用时间;林健等(2014)利用微胶囊缓释剂可以延长 3 种单萜类挥发物对落叶松毛虫 *Dendrolimus superans* 的作用时间;Chang et al. (2017) 研制出含 2% 烯丙硫醇的微胶囊,对米象 *Sitophilus oryzae* 有明显的趋避作用,同时胶囊化后可以防止驱避剂对粮食产生污染;Light & Beck (2010) 利用苹果蠹蛾 *Cydia pomonella* 种间信息素 2-反-4-顺-癸二烯酸乙酯胶囊化后制成喷雾剂,与杀虫剂同时施用能干扰幼虫对寄主的定位,延长害虫对杀虫剂的接触时间,提高致死率。缓释材料是信息化合物微胶囊的重要载体,影响信息化化合物的释放速度、持效期和实际应用效果。 $\alpha$ -环糊精具有轴对称性的截锥形环状结构,内腔疏水,外腔亲水,利用这个独特空间结构和性质,通过环糊精包埋客体分子制备环糊精微胶囊,可以改善客体分子的稳定性,增强其生物活性,对其产生保护和控释作用(Li et al., 2014; Ryzhakov et al., 2016; Erdős et al., 2021)。本研究采用饱和溶液搅拌法,以  $\alpha$ -环糊精为壁材,异烟酸甲酯为芯材,制备异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊,对其结构进行分析,并通过室内和田间蔬菜大棚试验评价其缓释性能和对蓟马的引诱效果,以期对环境友好型和可控释放的信息化合物新剂型提供参考依据。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料

供试植物:茄子品种为东方长茄,种子购自瑞克

斯旺(中国)种子有限公司。

试剂和仪器:异烟酸甲酯、 $\alpha$ -环糊精,纯度均大于98%,上海阿拉丁生化科技股份有限公司;其余试剂均为国产分析纯。RH Digital White 电磁搅拌器,艾卡(广州)仪器设备有限公司;KQ2200E 超声清洗仪,昆山市超声仪器有限公司;AB204-N 电子天平,瑞士梅特勒-托利多仪器公司;7890B 气相色谱仪,美国安捷伦公司;ALPHA1-2/LD-plus 冷冻干燥机,德国 Marin Christ 公司;AVATAR360 智能型傅立叶红外光谱仪,美国尼高力仪器公司;Empyrean 多功能 X 射线多晶衍射仪,英国 Malvern Panalytical 公司;Hitachi ht7700 透射电子显微镜,日本日立股份有限公司;MGC-450HP2 室内人工气候箱,上海一恒仪器有限公司;长 25 cm×宽 20 cm 蓝色诱虫板,泉州绿普森生物科技有限公司。

## 1.2 方法

### 1.2.1 异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊的制备

采用饱和溶液搅拌法制备微胶囊(薛小连等, 2014;孙伟等, 2018)。准确称取  $\alpha$ -环糊精 2.0 g 于平底烧瓶中,加入蒸馏水,于热水浴中完全溶解,配制浓度为 0.1 g/mL 的  $\alpha$ -环糊精溶液。准确称取异烟酸甲酯 0.05 g,加入无水乙醇配制浓度为 0.05 g/mL 的乙醇溶液。量取  $\alpha$ -环糊精溶液 20 mL 加入到平底烧瓶中,在 40~60 °C 反应温度和 600~1 000 r/min 搅

拌速度下,边搅拌边滴加一定量含异烟酸甲酯的乙醇溶液,滴加量以芯壁质量比计算,反应 2~4 h。在 4 °C 冰箱中,将反应液静置反应 24 h,析出固体,抽滤;所得固体用适量无水乙醇洗涤 3 次,经真空冷冻干燥得白色粉末,即微胶囊样品(图 1)。采用  $L_9(3^4)$  正交试验设计探索最佳包埋条件,以芯壁质量比(0.1:1.0、0.2:1.0、0.3:1.0)、反应温度(40、50、60 °C)、搅拌速度(600、800、1 000 r/min)、反应时间(2、3、4 h)为 4 个考察因素,每个因素设 3 个水平(1、2、3),以包埋率为考察指标,试验设 3 次重复。

### 1.2.2 异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊的包埋率测定

准确称取 1.2.1 制备的微胶囊 0.2 g,加水溶解后加入 2 mL 正己烷,摇匀,超声处理 15 min,使异烟酸甲酯转移至有机相中,反复 4 次,将有机相合并脱水后,用气相色谱仪测定微胶囊中异烟酸甲酯的实际含量。试验设 3 次重复。气相色谱的载气为氮气,采用无分流进样,通过氢火焰离子化检测器检测。升温程序:起始温度 50 °C,保留 5 min,以 5 °C/min 升温至 90 °C 后保留 1 min,以 5 °C/min 升温至 100 °C 后保留 1 min,以 5 °C/min 升温至 120 °C 后保留 4 min。包埋率=微胶囊中异烟酸甲酯的实际含量/微胶囊中异烟酸甲酯的理论含量×100%,微胶囊中异烟酸甲酯的理论含量是指制备微胶囊时加入的量。

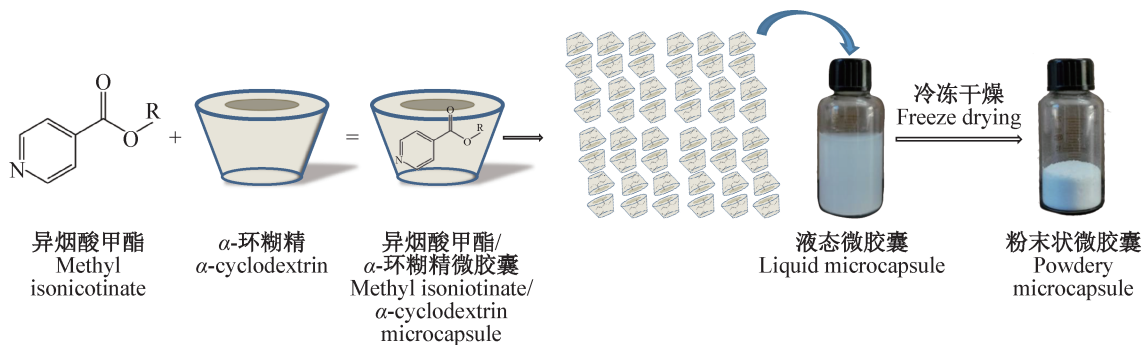


图 1 异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊制备过程示意图

Fig. 1 Diagram of methyl isoniocinate/ $\alpha$ -cyclodextrin microcapsules preparation process

### 1.2.3 异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊的结构分析

红外光谱分析:分别对  $\alpha$ -环糊精、异烟酸甲酯和 1.2.1 所制微胶囊进行红外光谱测试。固体样品  $\alpha$ -环糊精和微胶囊采用溴化钾压片法处理,即将 100 mg 溴化钾分别与 1 mg 样品在干燥状态下充分研磨,混合均匀,压成 1 mm 厚的薄片后进行扫描。液态异烟酸甲酯采用溴化钾涂膜法处理,即将少量液体滴加到 2 片溴化钾窗片中,压成薄膜后进行扫描。测试条件为扫描波数范围 400~4 000  $\text{cm}^{-1}$ ,扫描

次数 32 次,分辨率 4  $\text{cm}^{-1}$  (Zhang et al., 2015)。

X-衍射分析:分别对  $\alpha$ -环糊精、糊化空白  $\alpha$ -环糊精和 1.2.1 所制微胶囊进行 X-衍射测试。测定条件为 Cu K $\alpha$  射线,管电压 40 kV,管电流 200 mA,扫描范围 3°~60°,扫描速率 8°/min,步长 0.02°。

扫描电镜分析:对  $\alpha$ -环糊精和 1.2.1 所制微胶囊进行扫描电镜测试,用导电双面胶将样品固定在样品台上,吹去多余的样品,喷金后在 15 kV 条件下观察,放大倍数 700 倍。



### 1.2.4 异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊的缓释性能测定

准确称取微胶囊 2.0 g 置于 5 mL 离心管中,分别放置于福建省农业科学院植物保护研究所试验基地大棚和室内人工气候箱,试验时间为 2021 年 6 月 1 日—7 月 5 日。大棚内平均气温 29.97 °C,最高气温 54.91 °C,最低气温 18.01 °C;平均相对湿度 86.17%,最高相对湿度 100.00%,最低相对湿度 33.64%;室内人工气候箱温度为 (35±3) °C、相对湿度为 (75±5)%、光周期为 12 h 光照/12 h 黑暗。微胶囊释放周期为 35 d,前 21 d 每天检测 1 次异烟酸甲酯的释放量,后 14 d 每隔 6 d 检测 1 次异烟酸甲酯的释放量。微胶囊中异烟酸甲酯的实际含量检测方法同 1.2.2,试验设 3 次重复。以 0 d 对应的异烟酸甲酯含量为初始含量,计算微胶囊中异烟酸甲酯含量的累积释放率。累积释放率=(微胶囊中异烟酸甲酯的初始含量-释放后微胶囊中异烟酸甲酯的实际含量)/微胶囊中异烟酸甲酯的初始含量×100%。

### 1.2.5 异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊释放动力学模型构建

选择适合的动力学模型来拟合异烟酸甲酯释放数据,以确定微胶囊中异烟酸甲酯的缓释特性。常采用的数学模型包括零级模型  $C_t=C_0+K_0 \cdot t$ 、一级模型  $\ln C_t=\ln C_0+K_1 \cdot t$ 、Higuchi 模型  $C_t=C_0+K_H \cdot t^{1/2}$ 、Korsmeyer-Peppas 模型  $C_t=C_0+K_{KP} \cdot t^n$  和 Hixson-Crowell 模型  $C_0^{1/3}-C_t^{1/3}=K_{HC} \cdot t$  (Andreani et al., 2015)。其中,  $C_t$  为释放  $t$  d 后异烟酸甲酯的实际含量,  $C_0$  为异烟酸甲酯的初始含量,  $K_0$  为零级模型常数,  $t$  为释放天数,  $K_1$  为一级模型常数,  $K_H$  为 Higuchi 模型常数,  $K_{KP}$  为 Korsmeyer-Peppas 模型常数,  $n$  为扩散系数,  $K_{HC}$  为 Hixson-Crowell 模型常数。

### 1.2.6 异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊的引诱效果测定

田间试验时间为 2021 年 7—8 月,试验地点为漳州市云霄县东厦镇佳州岛蔬菜大棚,种植作物为茄子,行长为 44 m,行距×株距为 0.8 m×0.4 m,于开花结果期进行试验,生长期大棚内蓟马种群主要为瓜蓟马。将 0.25 g 异烟酸甲酯原药和 5.00 g 微胶囊分别置于 5 mL 离心管中,固定在长 25 cm×宽 20 cm 的蓝色诱虫板中央。空白对照为未添加引诱剂的蓝色诱虫板。每个处理重复 10 次。将上述 3 个处理随机排列在大棚中,不同诱虫板间相距 1.5 m,最边缘诱虫板距大棚边缘约 1.5 m,板悬挂于植株上方 10 cm 处,呈一字形排列。在布置后第 1、3、7、14、21、28 和 35 天进行诱集虫量调查,记录数据后更换新的诱虫板。

### 1.3 数据分析

试验数据采用 SPSS 21 软件对制备微胶囊的各因素进行极差分析和方差分析,对田间诱集试验中诱集数量进行单因素方差分析,应用 Tukey 法进行差异显著性检验。

## 2 结果与分析

### 2.1 正交试验结果

从各因素的极差值可知,影响异烟酸甲酯包埋效果因素的顺序从大到小为搅拌速度(C)>芯壁质量比(A)>反应时间(D)>反应温度(B)(表 1)。包埋率  $K$  值分析结果表明,异烟酸甲酯的最优包埋条件均为  $A_3B_1C_2D_2$ 。进一步通过方差分析可知,芯壁质量比和搅拌速度对包埋率有极显著影响,反应温度和反应时间对包埋率有显著影响(表 2)。由方差分析与极差分析得出影响包封效果因素的大小顺序相同, $\alpha$ -环糊精包埋异烟酸甲酯的最佳包埋条件是反应温度为 40 °C、搅拌速率为 800 r/min、芯壁质量比为 0.3:1.0、反应时间为 3 h,该条件下进行 3 次平行验证试验,微胶囊的平均包埋率为 (53.16±1.72)%,比正交试验其他组合的平均包埋率高,表明此包埋条件可行。

### 2.2 异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊的结构分析

#### 2.2.1 红外光谱分析结果

由红外光谱图可知,异烟酸甲酯主要在 3 446.22、3 034.39 和 2 954.81  $\text{cm}^{-1}$  处有 C-H 的伸缩振动吸收峰,在 1 732.18  $\text{cm}^{-1}$  处有 C=O 的伸缩振动吸收峰,在 1 644.96  $\text{cm}^{-1}$  处有 C=N 的伸缩振动吸收峰,在 1 598.22  $\text{cm}^{-1}$  处有 C=C 伸缩振动吸收峰,在 1 286.02  $\text{cm}^{-1}$  处有 C-O-C 的伸缩振动吸收峰,在 1 120.90  $\text{cm}^{-1}$  处有 C-C 的伸缩振动吸收峰(图 2-a)。 $\alpha$ -环糊精在 3 396.41  $\text{cm}^{-1}$  处有 O-H 的伸缩振动吸收峰,在 2 927.67  $\text{cm}^{-1}$  处有 C-H 的伸缩振动吸收峰,在 1 640.91  $\text{cm}^{-1}$  处有 H-O-H 伸缩振动吸收峰,在 1 155.30  $\text{cm}^{-1}$  和 1 077.33  $\text{cm}^{-1}$  处有 C-O 的伸缩振动吸收峰,在 1 030.77  $\text{cm}^{-1}$  处有 C-C 伸缩振动吸收峰(图 2-b)。微胶囊的红外光谱图与  $\alpha$ -环糊精相似,但与异烟酸甲酯存在很大差异。与异烟酸甲酯的红外光谱图相比,微胶囊在 3 446.22  $\text{cm}^{-1}$  和 3 034.39  $\text{cm}^{-1}$  处的特征峰消失,在 1 732.18  $\text{cm}^{-1}$  处的 C=O 特征峰和 1 644.96  $\text{cm}^{-1}$  处的 C=N 特征峰明显减弱且有轻微蓝移(图 2-c),这可能是由于特征峰进入环糊精空腔,且与环糊精分子中的 O-H 发生氢键缔合作用,从而证明形成了异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊。



表1 异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊制备的 $L_9(3^4)$ 正交试验结果Table 1 The results of  $L_9(3^4)$  orthogonal experiment on embedding conditions of methyl isonicotinate with  $\alpha$ -cyclodextrin

| 试验号<br>Factor | 芯壁质量比<br>Mass ratio of pheromone to<br>wall-forming materials (A) | 反应温度<br>Reaction temperature<br>(B) | 搅拌速度<br>Stirring speed<br>(C) | 反应时间<br>Reaction time<br>(D) | 包埋率<br>Encapsulation<br>efficiency/% |
|---------------|-------------------------------------------------------------------|-------------------------------------|-------------------------------|------------------------------|--------------------------------------|
| 1             | 0.1:1.0                                                           | 40 ℃                                | 600 r/min                     | 2 h                          | 36.39±5.75                           |
| 2             | 0.1:1.0                                                           | 50 ℃                                | 800 r/min                     | 3 h                          | 42.90±1.59                           |
| 3             | 0.1:1.0                                                           | 60 ℃                                | 1 000 r/min                   | 4 h                          | 28.01±6.39                           |
| 4             | 0.2:1.0                                                           | 40 ℃                                | 800 r/min                     | 4 h                          | 50.89±5.12                           |
| 5             | 0.2:1.0                                                           | 50 ℃                                | 1 000 r/min                   | 2 h                          | 35.75±3.38                           |
| 6             | 0.2:1.0                                                           | 60 ℃                                | 600 r/min                     | 3 h                          | 45.11±4.47                           |
| 7             | 0.3:1.0                                                           | 40 ℃                                | 1 000 r/min                   | 3 h                          | 46.19±1.90                           |
| 8             | 0.3:1.0                                                           | 50 ℃                                | 600 r/min                     | 4 h                          | 40.45±3.42                           |
| 9             | 0.3:1.0                                                           | 60 ℃                                | 800 r/min                     | 2 h                          | 48.89±3.46                           |
| $K_1$         | 107.30                                                            | 133.47                              | 121.95                        | 121.03                       |                                      |
| $K_2$         | 131.75                                                            | 119.11                              | 142.68                        | 134.20                       |                                      |
| $K_3$         | 135.54                                                            | 122.00                              | 109.96                        | 119.35                       |                                      |
| $k_1$         | 35.77                                                             | 44.49                               | 40.65                         | 40.34                        |                                      |
| $k_2$         | 43.92                                                             | 39.70                               | 47.56                         | 44.73                        |                                      |
| $k_3$         | 45.18                                                             | 40.67                               | 36.65                         | 39.78                        |                                      |
| $R$           | 9.41                                                              | 4.79                                | 10.91                         | 4.95                         |                                      |

$K_i$ 代表各因素在*i*水平下的包埋率之和;  $k_i$ 代表 $K_i$ 的平均值;  $R$ 代表各因素极差值。  $K_i$  is the sum of the encapsulation efficiency of the *i* level of different factors;  $k_i$  represents the average of  $K_i$ ;  $R$  represents the range.

表2 异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊制备的 $L_9(3^4)$ 正交试验方差分析表Table 2 Variance analysis table of  $L_9(3^4)$  orthogonal experiment of methyl isonicotinate/ $\alpha$ -cyclodextrin microcapsules

| 变异来源<br>Source of variation                                       | 平方和<br>Sum of square | 自由度<br>Degree of freedom | 均方<br>Mean square | $F$    | $P$   |
|-------------------------------------------------------------------|----------------------|--------------------------|-------------------|--------|-------|
| 芯壁质量比<br>The mass ratio of pheromone to<br>wall-forming materials | 469.959              | 2                        | 234.979           | 14.937 | 0.000 |
| 反应温度 Reaction temperature                                         | 115.341              | 2                        | 57.671            | 3.666  | 0.046 |
| 搅拌速度 Stirring speed                                               | 548.035              | 2                        | 274.018           | 17.419 | 0.000 |
| 反应时间 Reaction time                                                | 132.259              | 2                        | 66.129            | 4.204  | 0.032 |
| 误差 Error                                                          | 283.159              | 18                       | 15.731            |        |       |

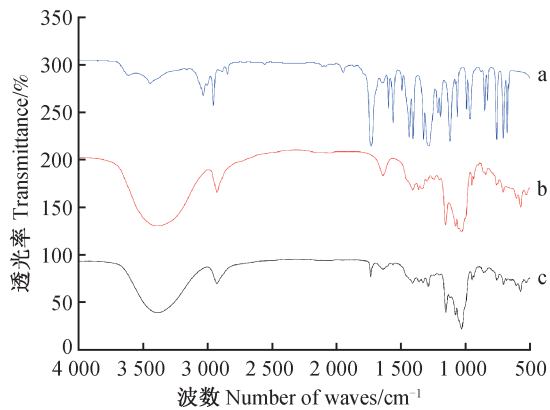
图2 异烟酸甲酯(a)、 $\alpha$ -环糊精(b)和异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊(c)的红外光谱图

Fig. 2 Infrared spectra analysis of methyl isonicotinate (a),  $\alpha$ -cyclodextrin (b), and methyl isonicotinate/ $\alpha$ -cyclodextrin microcapsules (c)

## 2.2.2 X-衍射分析结果

从 $\alpha$ -环糊精和异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊的X-衍射图可知,3种物质皆有多且尖锐的衍射峰,说明它们都包含不同拟晶态的物质。 $\alpha$ -环糊精的最强衍射峰出现在 $2\theta=14.29$ 、 $12.09$ 、 $11.38$ 、 $21.63$ 等处(图3-a),异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊的最强衍射峰出现在 $2\theta=19.93$ 、 $12.00$ 、 $12.94$ 、 $11.20$ 等处(图3-c)。 $\alpha$ -环糊精和异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊的衍射峰发生改变,衍射峰减少并变宽,表明环糊精包合后形态发生变化且结晶度降低,形成了新的物相。对比 $\alpha$ -环糊精和糊化空白 $\alpha$ -环糊精的衍射图可知,糊化空白 $\alpha$ -环糊精的衍射峰强度大幅度减弱,但两者出峰位置几乎一样(图3-b),表明试验过程中各处理对 $\alpha$ -环糊精结晶形式没有影响,但对结晶程度存在影响。

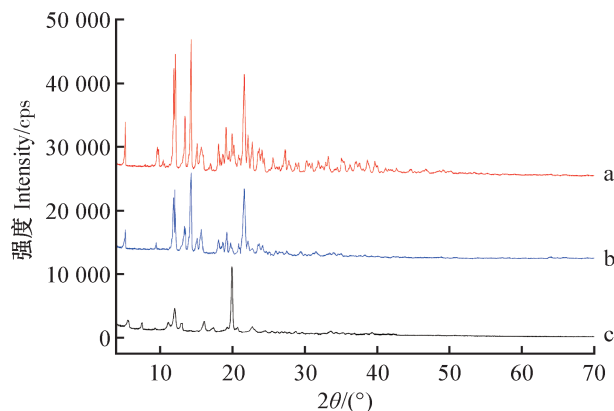


图3  $\alpha$ -环糊精(a)、糊化空白 $\alpha$ -环糊精(b)和异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊(c)的X-衍射图

Fig. 3 X-ray diffraction patterns of  $\alpha$ -cyclodextrin (a), gelatinized  $\alpha$ -cyclodextrin (b) and methyl isoniotate/ $\alpha$ -cyclodextrin microcapsules (c)

### 2.2.3 扫描电镜分析结果

扫描电镜观察发现 $\alpha$ -环糊精呈不规则的薄片状,质地松散;异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊呈球状,分散均匀,微胶囊间未出现粘连现象,其形态与 $\alpha$ -环糊精相比发生了明显变化,表明生成了新的物相,微胶囊已形成(图4)。

### 2.3 异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精的缓释性能

异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊在大棚和人工气候箱内的缓释特性基本相似,在释放初期(2 d内)快速释放,可能是由于微胶囊不仅内芯包埋异烟酸甲酯,表面也附着少量异烟酸甲酯,导致初期释放大;随后的3~20 d内缓慢释放,累积释放率相对稳定;后期累积释放率降低,逐渐趋于平稳(图5)。释放曲线显示异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊释放缓慢,未见明显的突释现象,表明其缓释性能良好。

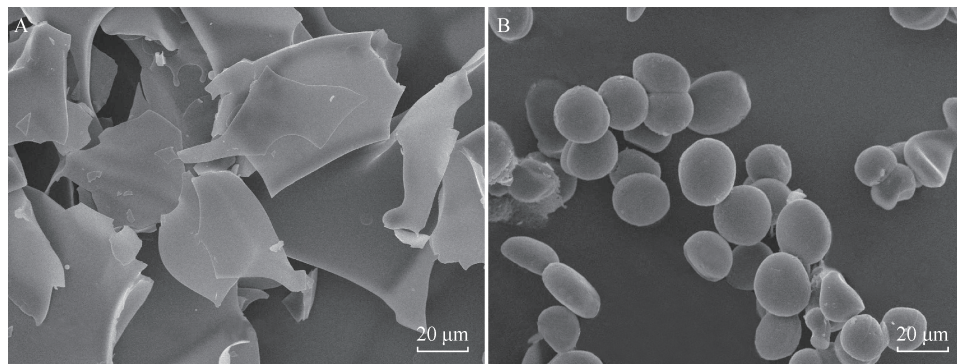


图4  $\alpha$ -环糊精(A)和异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊(B)的扫描电镜图

Fig. 4 SEM micrographs of  $\alpha$ -cyclodextrin (A) and methyl isoniotate/ $\alpha$ -cyclodextrin microcapsules (B)

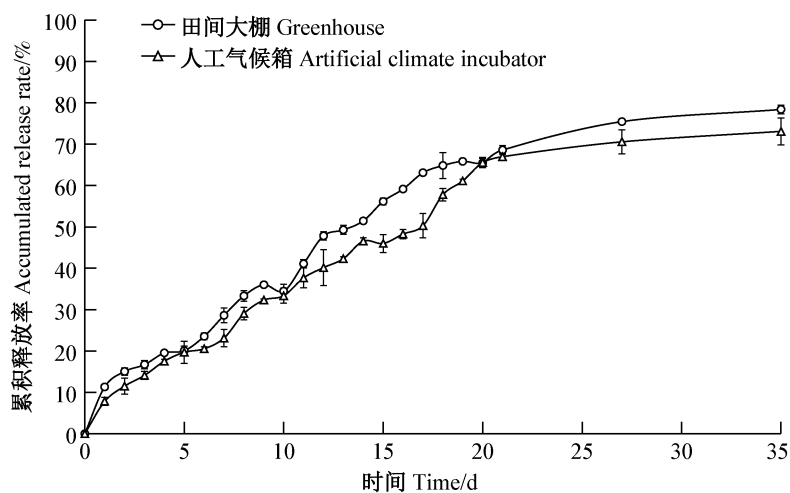


图5 异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊在田间大棚和人工气候箱的累积释放曲线

Fig. 5 Plot of accumulated release of methyl isoniotate/ $\alpha$ -cyclodextrin microcapsules in field greenhouses and artificial climate chambers

### 2.4 异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊释放动力学

5种动力学模型对微胶囊缓释结果的拟合分析

显示,Korsmeyer-Peppas动力学模型拟合方程的相关系数最高,表明该模型的拟合结果优于一级模型、

Higuchi 模型、零级模型和 Hixson-Crowell 模型(表 4)。同时 Korsmeyer-Peppas 动力学模型拟合的扩散系数在田间大棚和人工气候箱中分别为 0.386 和 0.369,表明微胶囊主要释放机制由 Fickian 扩散控制。

表 4 异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊释放动力学模型模拟结果  
Table 4 Results of release kinetics model fitting of methyl isonitinate/ $\alpha$ -cyclodextrin microcapsules

| 模型<br>Model                                   | 田间大棚 Greenhouse          |                                 |                            | 人工气候箱 Artificial climate incubator |                                 |                            |
|-----------------------------------------------|--------------------------|---------------------------------|----------------------------|------------------------------------|---------------------------------|----------------------------|
|                                               | 模型常数<br>Kinetic constant | 相关系数<br>Correlation coefficient | 扩散系数<br>Diffusion constant | 模型常数<br>Kinetic constant           | 相关系数<br>Correlation coefficient | 扩散系数<br>Diffusion constant |
| 零级模型 Zero-order model                         | 2.342                    | 0.956                           | —                          | 2.343                              | 0.962                           | —                          |
| 一级模型 First-order model                        | 0.044                    | 0.983                           | —                          | 0.042                              | 0.977                           | —                          |
| Higuchi 模型 Higuchi model                      | 0.150                    | 0.982                           | —                          | 0.148                              | 0.976                           | —                          |
| Korsmeyer-Peppas 模型<br>Korsmeyer-Peppas model | 0.073                    | 0.985                           | 0.386                      | 0.073                              | 0.982                           | 0.369                      |
| Hixson-Crowell 模型<br>Hixson-Crowell model     | 0.018                    | 0.794                           | —                          | 0.019                              | 0.819                           | —                          |

—: 不涉及该指标。—: The index is not involved.

2.5 异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊的田间引诱效果

放置异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊的蓝色诱虫板诱捕到的瓜蓟马数量最多,在 7 次调查中均显著高于对照( $P<0.05$ )。在调查的第 1 天和第 3 天,放置异烟酸甲酯原药的蓝色诱虫板诱捕到的瓜蓟马数量显著高于对照( $P<0.05$ ),而与异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊的诱集数量没有显著差异;在调查的第 7、14、21、28 和 35 天,放置异烟酸甲酯原药的蓝色诱

虫板的诱捕数量均高于对照,但与对照无显著差异,而显著低于异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊的诱集数量( $P<0.05$ )(图 6)。异烟酸甲酯原药在 3 d 后完全挥发,释放期短,而异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊诱集瓜蓟马的平均数量分别是对照和异烟酸甲酯原药的 2.58 倍和 1.96 倍,达到 475.5 只/板,表明异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊在田间大棚对蓟马有较好的引诱效果。

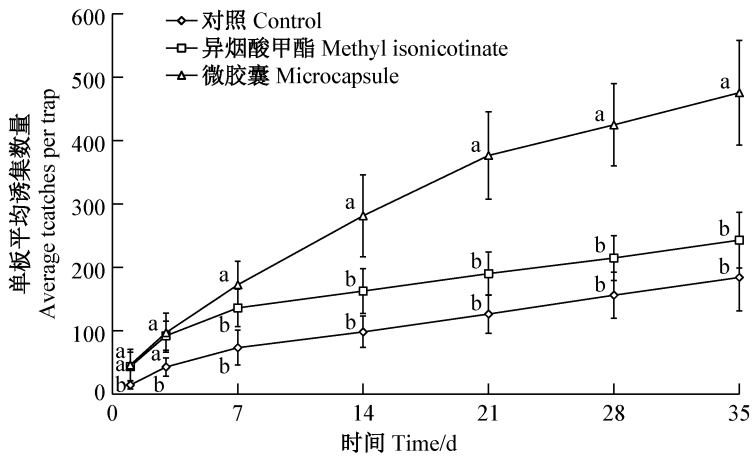


图 6 异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊对瓜蓟马的田间诱集数量

Fig. 6 The number of *Thrips palmi* caught in traps baited with methyl isonitinate/ $\alpha$ -cyclodextrin microcapsules  
图中数据为平均数 $\pm$ 标准差。不同字母表示同一时间点不同处理间经 Tukey 法检验差异显著( $P<0.05$ )。Data are mean $\pm$  SD. Different letters indicate significant difference among different treatments at the same time by Tukey test ( $P<0.05$ ).

3 讨论

本研究以  $\alpha$ -环糊精为壁材,异烟酸甲酯为芯材,采用饱和溶液搅拌法制备微胶囊,不同的包埋因素影响包埋效果,其中搅拌速率和芯壁质量比的影响

更显著。搅拌速度对微胶囊的形成起着重要作用,这是因为微胶囊在形成过程中要与异烟酸甲酯充分混合均匀,同时将异烟酸甲酯溶液滴入  $\alpha$ -环糊精饱和溶液的过程中需要有一定转速,可以促进异烟酸甲酯分子与水溶液中的  $\alpha$ -环糊精分子充分相互作用



用,形成稳定的微胶囊。李海亮等(2011)利用 $\beta$ -环糊精包合甘松挥发油,发现搅拌速率是影响微胶囊形成的主要制备因素,本研究结果与其一致。合适的芯壁质量比有利于形成稳定的微胶囊,当 $\alpha$ -环糊精浓度过低时,提供的空腔数量不足,不能对异烟酸甲酯分子进行充分包合,包埋率低;而当 $\alpha$ -环糊精浓度过高时,体系中的 $\alpha$ -环糊精分子过多,阻碍主客体的相互作用,使包合不能充分进行(徐晶等,2014; Ryzhakov et al., 2016; Saokham et al., 2016)。本研究结果表明, $\alpha$ -环糊精对异烟酸甲酯的最佳包埋条件是反应温度为40℃、搅拌速率为800 r/min、芯壁质量比为0.3:1.0、反应时间为3 h。以该条件进行制备时微胶囊平均包埋率为53.16%,表明该方法稳定可行,重复性良好。

本研究制备的异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊,在 $\alpha$ -环糊精逐渐润湿过程中,异烟酸甲酯缓慢释放,但当将微胶囊完全润湿之后,异烟酸甲酯扩散速率会达到最大,同时由于内芯异烟酸甲酯浓度降低,促使释放速率也逐渐降低,这与Li et al. (2007)和Nguyen & Yoshii (2018)研究结果一致。温度和湿度是影响微胶囊释放的2大主要因素,微胶囊在释放过程中需要一定的湿度和温度,从而促进其释放行为(曹胜男等,2015; Zhang et al., 2015)。本研究田间大棚处理组微胶囊中异烟酸甲酯的释放速率比人工气候箱处理组快,这是由于田间大棚温湿度在一定范围波动变化,而人工气候箱则相对稳定,大棚内的平均温湿度高于人工气候箱,温度最高能达到54.91℃,相对湿度最高可达到100.00%,这加速了异烟酸甲酯的释放。

研究微胶囊释放行为时,通过建立信息化合物与环糊精相互作用规律的模型来明确微胶囊释放规律和机理,常用的拟合模型有零级模型、一级模型、Higuchi模型、Korsmeyer-Peppas模型和Hixson-Crowell模型等(Zou et al., 2015; Dima et al., 2016; Rehman et al., 2020)。本研究经动力学模型拟合得出异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊适合Korsmeyer-Peppas模型,该模型通过扩散系数来分析释放机制(Maderuelo et al., 2011; Siepmann & Peppas, 2012)。根据Korsmeyer-Peppas动力学方程计算得到田间大棚和人工气候箱中异烟酸甲酯的扩散系数均小于0.43,表明其主要释放机制由Fickian扩散控制,浓度的差异是影响缓释过程的主要原因。

本研究田间诱捕试验表明异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊的释放期可达5周,诱集瓜蓟马数量显著

高于原药异烟酸甲酯和对照,表明异烟酸甲酯微胶囊化后,提高了对蓟马的诱集活性和持效性。陈增良等(2007)用明胶和阿拉伯树胶为壁材,研制的小菜蛾*Plutella xylostella*性信息素微胶囊释放期达6周,引诱活性显著优于对照和橡胶诱芯,说明微胶囊具有稳定的释放速度,同时提高了引诱效果。杨兴翠等(2015)以辛烯基琥珀酸淀粉钠、麦芽糊精和 $\beta$ -环糊精为壁材制备苹果蠹蛾性信息素微胶囊乳液,室温25℃时性信息素原药稀释液5 h可完全挥发,而微胶囊乳液在30、40、50℃条件下缓释期可达91 d,说明微胶囊乳液稳定且具有持续缓释性。

本研究制备的异烟酸甲酯/ $\alpha$ -环糊精微胶囊虽然没有达到恒定的接近零级释放速率的预期目标,但 $\alpha$ -环糊精是良好的缓释载体,其释放从快速到缓慢释放超过1个月。在不同的环境条件(温度、湿度、光照等)下, $\alpha$ -环糊精作为壁材保护芯材异烟酸甲酯免于被氧化和降解,使微胶囊引诱活性的持效期延长。为了提高异烟酸甲酯在田间环境条件下对蓟马的引诱效果,下一步可以将环糊精功能化改良,提高微胶囊缓释性能,同时结合适当诱捕器增加诱捕效果。

## 参 考 文 献 (References)

- Andreani T, Fangueiro JF, Jose S, Santini A, Silva AM, Souto EB. 2015. Hydrophilic polymers for modified-release nanoparticles: a review of mathematical modelling for pharmacokinetic analysis. *Current Pharmaceutical Design*, 21(22): 3090–3096
- Cao SN, Zhang Y, Jin SS, Zhang S, Yang LP, Zhou YB. 2015. Preparation and release characterization of valeric acid- $\alpha$ -cyclodextrin inclusion complex. *Journal of Anhui Agricultural University*, 42(5): 700–705 (in Chinese) [曹胜男, 张扬, 金姗姗, 张舒, 杨丽萍, 周裔彬. 2015.  $\alpha$ -环糊精戊酸包合物的制备及释放动力学研究. *安徽农业大学学报*, 42(5): 700–705]
- Chang Y, Lee SH, Na JH, Chang PS, Han J. 2017. Protection of grain products from *Sitophilus oryzae* (L.) contamination by anti-insect pest repellent sachet containing allyl mercaptan microcapsule. *Journal of Food Science*, 82(11): 2634–2642
- Chen YX, Chen XQ, Chen Y, Wei H, Lin S, Tian HJ, Lin T, Zhao JW, Gu XJ. 2018. Preparation, characterisation, and controlled release of sex pheromone-loaded MPEG-PCL diblock copolymer micelles for *Spodoptera litura* (Lepidoptera: Noctuidae). *PLoS ONE*, 13(9): e0203062
- Chen YX, Lin S, Tian HJ, Lin T, Xie LC, Yu Y, Wei H, Chen Y. 2023. Evaluation of four semiochemicals in the trapping of *Thrips hawaiiensis* (Thysanoptera: Thripidae) and beneficial insects in loquat orchard. *Fujian Journal of Agricultural Sciences*, 38(4): 461–467 (in Chinese) [陈艺欣, 林硕, 田厚军, 林涛, 谢连城, 余

- 芸, 魏辉, 陈勇. 2023. 4种信息化合物对枇杷园黄胸蓟马及有益昆虫诱捕评价. 福建农业学报, 38(4): 461–467]
- Chen ZL, Fang YL, Zhang ZN. 2007. Synthesis of *Plutella xylostella* sex pheromone microcapsules and their field trapping and disorientation activities. Chinese Science Bulletin, 52(7): 797–802 (in Chinese) [陈增良, 方宇凌, 张钟宁. 2007. 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. 科学通报, 52(7): 797–802]
- Davidson MM, Butler RC, Winkler S, Teulon DAJ. 2007. Pyridine compounds increase trap capture of *Frankliniella occidentalis* (Pergande) in a covered crop. New Zealand Plant Protection, 60: 56–60
- Dima C, Pătrașcu L, Cantaragiu A, Alexe P, Dima Ș. 2016. The kinetics of the swelling process and the release mechanisms of *Coriandrum sativum* L. essential oil from chitosan/alginate/inulin microcapsules. Food Chemistry, 195: 39–48
- Ding TB, Wang SF, Gao YL, Li CY, Wan FH, Zhang B. 2020. Toxicity and effects of four insecticides on  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ -ATPase of western flower thrips, *Frankliniella occidentalis*. Ecotoxicology, 29(1): 58–64
- Erdős M, Frangou M, Vlught TJH, Moulton OA. 2021. Diffusivity of  $\alpha$ -,  $\beta$ -,  $\gamma$ -cyclodextrin and the inclusion complex of  $\beta$ -cyclodextrin: ibuprofen in aqueous solutions; a molecular dynamics simulation study. Fluid Phase Equilibria, 528: 112842
- Jouraku A, Kuwazaki S, Iida H, Ohta I, Kusano H, Takagi M, Yokoyama T, Kubota N, Shibao M, Shiotsuka K, et al. 2019. T929I and K1774N mutation pair and M918L single mutation identified in the voltage-gated sodium channel gene of pyrethroid-resistant *Thrips tabaci* (Thysanoptera: Thripidae) in Japan. Pesticide Biochemistry and Physiology, 158: 77–87
- Li HL, Gong MX, Tong Y. 2011. Preparation of  $\beta$ -CD inclusion of volatile oil from *Nardostachys Radix et Rhizoma*. China Journal of Chinese Materia Medica, 36(6): 676–682 (in Chinese) [李海亮, 龚慕辛, 全燕. 2011. 甘松挥发油 $\beta$ -环糊精包合物的制备. 中国中药杂志, 36(6): 676–682]
- Li XH, Jin ZY, Wang J. 2007. Complexation of allyl isothiocyanate by  $\alpha$ - and  $\beta$ -cyclodextrin and its controlled release characteristics. Food Chemistry, 103(2): 461–466
- Li XW, Cheng JH, Han HB, Lü YB. 2022. Behavioral manipulation of the plant secondary metabolites to thrips and their application in thrips management. Acta Entomologica Sinica, 65(9): 1222–1246 (in Chinese) [李晓维, 程江辉, 韩海斌, 吕要斌. 2022. 植物次生代谢物质对蓟马的行为调控作用及其在蓟马防控中的应用. 昆虫学报, 65(9): 1222–1246]
- Li XW, Zhang JM, Zhang ZJ, Wang LK, Lü YB. 2019. Advances in the research and application of thrips pheromones. Journal of Plant Protection, 46(6): 1163–1173 (in Chinese) [李晓维, 章金明, 张治军, 王丽坤, 吕要斌. 2019. 蓟马信息素研究及应用进展. 植物保护学报, 46(6): 1163–1173]
- Li ZF, Chen S, Gu ZB, Chen J, Wu J. 2014. Alpha-cyclodextrin: enzymatic production and food applications. Trends in Food Science & Technology, 35(2): 151–160
- Light DM, Beck JJ. 2010. Characterization of microencapsulated pear ester, (2E, 4Z)-ethyl-2, 4-decadienoate, a kairomonal spray adjuvant against neonate codling moth larvae. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 58(13): 7838–7845
- Lin J, Liu WB, Meng ZJ, Yan SC. 2014. *Larix gmelinii* monoterpene volatiles from slow-release micro-capsules affecting host selection behavior of *Dendrolimus superans*. Journal of Beijing Forestry University, 36(3): 42–47 (in Chinese) [林健, 刘文波, 孟昭军, 严善春. 2014. 落叶松单萜类挥发物微胶囊缓释剂对落叶松毛虫宿主选择行为的影响. 北京林业大学学报, 36(3): 42–47]
- Maderuelo C, Zarzuelo A, Lanao JM. 2011. Critical factors in the release of drugs from sustained release hydrophilic matrices. Journal of Controlled Release, 154(1): 2–19
- Mirab-Balou M, Tong XL, Feng JN, Chen XX. 2011. Thrips (Insecta: Thysanoptera) of China. Check List, 7(6): 720
- Moretti EA, Harding RS, Scott JG, Nault BA. 2019. Monitoring onion thrips (Thysanoptera: Thripidae) susceptibility to spinetoram in New York onion fields. Journal of Economic Entomology, 112(3): 1493–1497
- Morse JG, Hoddle MS. 2006. Invasion biology of thrips. Annual Review of Entomology, 51: 67–89
- Nguyen TVA, Yoshii H. 2018. Release behavior of allyl sulfide from cyclodextrin inclusion complex of allyl sulfide under different storage conditions. Bioscience, Biotechnology, and Biochemistry, 82(5): 848–855
- Nielsen MC, Butler RC, Teulon DAJ. 2016. Response of *Frankliniella occidentalis* and *Thrips tabaci* to thrips lures in California. New Zealand Plant Protection, 69: 322
- Patra D, Sanyal A, Rotello VM. 2010. Colloidal microcapsules: self-assembly of nanoparticles at the liquid-liquid interface. Chemistry, 5(12): 2442–2453
- Rehman Q, Akash MSH, Rasool MF, Rehman K. 2020. Role of kinetic models in drug stability.//Akash MSH, Rehman K. Drug stability and chemical kinetics. Singapore: Springer Singapore, pp. 155–165
- Ryzhakov A, Do Thi T, Stappaerts J, Bertoletti L, Kimpe K, Sá Couto AR, Saokham P, Van den Mooter G, Augustijns P, Somsen GW, et al. 2016. Self-assembly of cyclodextrins and their complexes in aqueous solutions. Journal of Pharmaceutical Sciences, 105(9): 2556–2569
- Saokham P, Sá Couto A, Ryzhakov A, Loftsson T. 2016. The self-assembly of natural cyclodextrins in aqueous solutions: application of miniature permeation studies for critical aggregation concentration (cac) determinations. International Journal of Pharmaceutics, 505(1/2): 187–193
- Siepmann J, Peppas NA. 2012. Modeling of drug release from delivery systems based on hydroxypropyl methylcellulose (HPMC). Advanced Drug Delivery Reviews, 64: 163–174
- Stuart RR, Gao YL, Lei ZR. 2011. Thrips: pests of concern to China

- and the United States. *Agricultural Sciences in China*, 10(6): 867–892
- Sun LJ, Zhang F, Jiang SL, Ma TT, Zheng CY. 2019. Effects of two alternating temperatures on the life table parameters and pesticide resistance of *Thrips palmi*. *Journal of Plant Protection*, 46(3): 556–562 (in Chinese) [孙丽娟, 张芳, 江守林, 马甜甜, 郑长英. 2019. 两种自然变温刺激对棕榈蓟马种群生命表参数及抗药性的影响. *植物保护学报*, 46(3): 556–562]
- Sun W, She MY, Ma SY, Chen J, Shi Z, Li JL. 2018. Study on inclusion behavior of carbendazim with cyclodextrins. *Chinese Journal of Analytical Chemistry*, 46(2): 246–258 (in Chinese) [孙伟, 库梦尧, 马思悦, 陈娇, 史真, 李剑利. 2018. 多菌灵与3种环糊精的识别研究. *分析化学*, 46(2): 246–258]
- Teulon DAJ, Butler RC, James DE, Davidson MM. 2007a. Odour-baited traps influence thrips capture in proximal unbaited traps in the field. *Entomologia Experimentalis et Applicata*, 123(3): 253–262
- Teulon DAJ, Davidson MM, Perry NB, Nielsen MC, Castañé C, Bosch D, Riudavets J, van Tol RWHM, de Kogel WJ. 2017. Methyl isonicotinate, a non-pheromone thrips semiochemical, and its potential for pest management. *International Journal of Tropical Insect Science*, 37(2): 50–56
- Teulon DAJ, Nielsen MC, James DE, Winkler S, McLachlan ARG, Perry NB. 2007b. Combination of two odour chemical lures does not increase thrips capture in field bioassays. *New Zealand Plant Protection*, 60: 61–66
- Wogin MJ, Butler RC, Teulon DAJ, Davidson MM. 2010. Field response of onion thrips and New Zealand flower thrips to single and binary blends of thrips lures. *The Canadian Entomologist*, 142(1): 75–79
- Xu J, Liu H, Xia GH, Zhang TJ. 2014. Optimized microencapsulation in  $\beta$ -cyclodextrin and sustained-release properties of citral. *Food Science*, 35(14): 82–86 (in Chinese) [徐晶, 刘欢, 夏光辉, 张添菊. 2014.  $\beta$ -环糊精包埋柠檬醛微胶囊工艺优化及其缓释性能. *食品科学*, 35(14): 82–86]
- Xue XL, Liu JL, Ma RY, Nie YL, Liu HX, Zhang JT. 2014. Preparation and characterization of inclusion compound of *Grapholitha molesta* Busck sex pheromone with  $\beta$ -cyclodextrin. *Chinese Journal of Pesticide Science*, 16(6): 740–745 (in Chinese) [薛小连, 刘金龙, 马瑞燕, 聂艳莉, 刘红霞, 张金桐. 2014. 梨小食心虫性诱剂和 $\beta$ -环糊精包合物的制备与表征. *农药学报*, 16(6): 740–745]
- Yang XC, Yi SY, Ma T, Li YZ, Wen XJ, Cao Y. 2015. Preparation and controlled release effectiveness of codling moth sex pheromone microcapsule. *Journal of Plant Protection*, 42(3): 432–439 (in Chinese) [杨兴翠, 易思雨, 马涛, 李奕震, 温秀军, 曹庸. 2015. 苹果蠹蛾性信息素微胶囊的制备及其缓释效果试验. *植物保护学报*, 42(3): 432–439]
- Yu YC, Zhi JR, Huang WQ, Li DY. 2020. Effects of the number and sex of *Frankliniella occidentalis* and *Megalurothrips usitatus* adults on their fecundity. *Journal of Plant Protection*, 47(3): 508–516 (in Chinese) [禹云超, 郅军锐, 黄万庆, 李定银. 2020. 西花蓟马与豆大蓟马成虫数量和性别对彼此产卵量的影响. *植物保护学报*, 47(3): 508–516]
- Zhang Y, Zhou YB, Cao SN, Li SN, Jin SS, Zhang S. 2015. Preparation, release and physicochemical characterisation of ethyl butyrate and hexanal inclusion complexes with  $\beta$ - and  $\gamma$ -cyclodextrin. *Journal of Microencapsulation*, 32(7): 711–718
- Zhang Z, Wang HB, Chen GF, Kong XB, Zhang SF, Liu F. 2022. Application of semiochemicals in insect pest monitoring. *Acta Entomologica Sinica*, 65(3): 351–363 (in Chinese) [张真, 王鸿斌, 陈国发, 孔祥波, 张苏芳, 刘福. 2022. 信息化学物质在害虫监测中的应用. *昆虫学报*, 65(3): 351–363]
- Zou X, Zhao XW, Ye L, Wang Q, Li H. 2015. Preparation and drug release behavior of pH-responsive bovine serum albumin-loaded chitosan microspheres. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 21: 1389–1397

(责任编辑:李美娟)