

松油烯-4-醇对粘虫幼虫的生物活性

马志卿, 张 兴*

(西北农林科技大学无公害农药研究服务中心, 陕西杨陵 712100)

摘要: 测定了杀虫植物砂地柏 *Sabina vulgaris* Ant. 的精油中主杀虫成分——松油烯-4-醇(terpinen-4-ol)对粘虫 *Mythimna separata* Walker 幼虫的生物活性。结果表明, 松油烯-4-醇对粘虫主要表现为熏蒸作用, 对粘虫 3 龄幼虫 24 h 的熏蒸 LC_{50} 为 $5.3473 \mu\text{L/L}$; 还具一定触杀作用, 对粘虫 4 龄幼虫 24 h 的 LD_{50} 为 $147.8 \mu\text{g/虫}$ 。试虫的中毒症状可明显地分为兴奋、痉挛、麻痹和死亡 4 个阶段, 而麻痹的部分试虫有复苏现象。可明显抑制 Na^+ , K^+ -ATP 酶的活性, 在兴奋期、痉挛期、麻痹期和复苏期, 抑制率介于 21.28% ~ 34.92% 之间。离体条件下对 Na^+ , K^+ -ATP 酶的 I_{50} 为 $133.75 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$; 对 AChE 活性有一定的影响; 对酯酶, 在兴奋期, 酶活力为对照的 77.0%, 在麻痹期则为对照的 1.33 倍, 而复苏期试虫的酯酶活力与对照相当。

关键词: 松油烯-4-醇; 粘虫; 杀虫活性; Na^+ , K^+ -ATP 酶; 乙酰胆碱酯酶

中图分类号: Q965.9; S482.39 文献标识码: A 文章编号: 0454-6296(2004)03-0329-05

Insecticidal activity of terpinen-4-ol against larvae of the oriental armyworm, *Mythimna separata* (Walker) (Lepidoptera: Noctuidae)

MA Zhi-Qing, ZHANG Xing (Biorational Pesticide Research and Development Center, Northwest Sci-Tech University of Agriculture and Forestry, Yangling, Shaanxi 712100, China)

Abstract: Terpinen-4-ol is the main insecticidal composition in essential oil of *Sabina vulgaris* Ant., an insecticidal plant. The toxicity, poisoning symptoms and biochemical effects of terpinen-4-ol on larvae of the oriental armyworm, *Mythimna separata* (Walker) were assayed. The results showed that terpinen-4-ol was very toxic to 3-instar larvae of the armyworm with fumigating application ($LC_{50} = 5.3473 \mu\text{L} \cdot \text{L}^{-1}$) and the LD_{50} of contact activity to 4-instars larvae of the armyworm was $147.8 \mu\text{g/larvae}$. The poisoning symptom caused by the compound could be divided into 4 stages, *i. e.*, excitation, convulsion, paralysis and death; but some paralyzed insects could recover. *In vivo*, the activity of Na^+ , K^+ -ATPase in brain of 5th instar larvae tested was inhibited; the inhibition ratio was 21.28% in exciting stage, 25.62% in convulsing stage, 32.10% in paralysis stage, and 34.92% in recovering stage, respectively. *In vitro*, the I_{50} of Na^+ , K^+ -ATPase was $133.75 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ($Y = 2.2236 + 1.3058X$ $r = 0.988$, $\chi^2 = 1.26$). It had certain influence on the activity of AChE. In the excitation stage, the activity of ester enzyme of the treated larvae was 77.0% of that of the control; in the paralysis stage, it was 1.33 times; but it was as high as that of the control in the recovery stage.

Key words: Terpinen-4-ol; insecticidal activity; *Mythimna separata*; Na^+ , K^+ -ATPase; AChE

从天然产物中寻找先导化合物是进行新农药研究与开发的主要途径之一。松油烯-4-醇(terpinen-4-ol)是存在于多种植物精油中的一种单萜类化合物(陈根强, 2001)。西北农林科技大学无公害农药研究服务中心从杀虫植物砂地柏 *Sabina vulgaris* Ant. 的精油中分离得到了松油烯-4-醇。测试表明, 该化合物对小菜蛾、粘虫、棉铃虫、玉米象等多种试虫均

表现出强烈的熏蒸、忌避及触杀活性, 与砂地柏精油的活性基本一致; 含量测定表明, 该化合物在砂地柏精油各组分中含量最高, 故松油烯-4-醇是砂地柏精油中的主要杀虫活性成分(魏红梅, 2000; 陈根强, 2001)。另外, 该化合物结构简单, 易合成(陈根强, 2001)。可见, 该化合物极具开发潜力, 也具有作为先导化合物的潜质。目前, 国外对该化合物生物活

基金项目: 国家“十五”科技攻关项目(2002BA516A04); 国家自然科学基金资助项目(39970506); 国家“863”项目(2001AA246016)

作者简介: 马志卿, 男, 1975年4月生, 新疆奇台人, 博士, 讲师, 主要从事农药毒理学和生物农药研究, E-mail: mazhiqing@cnipm.com

* 通讯作者 Author for correspondence, E-mail: zhxing1952@126.com

收稿日期 Received: 2003-10-20; 接受日期 Accepted: 2004-3-8

性的报道较少,多处于生物活性初筛和测定水平(Lee *et al.*, 1997; Bessette, 1998; Reddy, 1998; Rustaiyan *et al.*, 1999; Fettköther *et al.*, 2000),其杀虫作用机理尚不清楚。由于该化合物从砂地柏精油中较难分离纯化,故本研究以购自百灵威公司的松油烯-4-醇纯品(含量为 97%)为试材,测定其对粘虫幼虫的熏蒸和触杀活性,及对几种酶系活力的影响,以期探讨松油烯-4-醇的杀虫作用,为开发新型植物源农药奠定基础。

1 材料与方 法

1.1 供试昆虫

粘虫 *Mythimna separata* (Walker): 室内饲养(25℃ ± 1℃; RH 70% ~ 80%; L:D = 12:12)的种群,由西北农林科技大学无公害农药研究服务中心养虫室提供,选择个体大小一致、活泼、健康的粘虫 3 ~ 5 龄幼虫供试。

1.2 供试药剂

97%松油烯-4-醇购自百灵威公司;硫代乙酰胆碱、谷胱甘肽、DTNB、ATP 钠盐、 α -醋酸萘酯、坚固兰 B 盐等均为美国 Sigma 公司产品;实验中使用的其它试剂均为国产分析纯。

1.3 试验方法

1.3.1 生物活性测定方法: 触杀活性测定采用毛细管点滴法。熏蒸活性测定采用三角瓶熏蒸法。每处理重复 3 次,每重复 20 头试虫,以丙酮处理作为对照,24 h 后检查结果,统计死亡率,并以 Abbott 公式校正,以机率值分析法求毒力回归方程,并求出 24 h 的致死中量(LD₅₀)及 95%置信限。在毒力测定基础上,以一定剂量的松油烯-4-醇点滴处理试虫后,将试虫置于三角瓶内,观察症状反应。

1.3.2 Na⁺, K⁺-ATP 酶活体活性测定方法: 以约 LD₅₀ 剂量的松油烯-4-醇点滴处理粘虫 5 龄幼虫,于兴奋期、痉挛期、麻痹期、复苏期分别取 50 头试虫的头部,加入冰冷的 0.1 mol/L Tris-HCl 缓冲液,冰浴匀浆,在 0℃ ~ 4℃ 下 4 000 r/min 离心 10 min,上清液即为粗酶液。酶活力测定参照 Duggan 等(1965)的方法。蛋白含量测定参考 Folin-酚法(Lorry *et al.*, 1951),下同。每处理重复 3 ~ 5 次。

1.3.3 Na⁺, K⁺-ATP 酶离体活性测定方法: 取 50

头试虫的头部,称重后加入 10 倍体积的冰冷的 0.1 mol/L Tris-HCl 缓冲液,冰浴匀浆,在 0℃ ~ 4℃ 下 4 000 r/min 离心 10 min,上清液即为粗酶液。酶离体活性测定参照何运转等(1999)及田雨和冷欣夫(1999)的方法。每处理重复 3 ~ 5 次。

1.3.4 AChE 活性测定方法: 以约 LD₅₀ 剂量的药剂点滴处理试虫,在中毒各期分别取 20 头试虫冷冻待用。剪取试虫头壳(带少量胸部),加入 3 mL 0.2 mol/L pH 7.6 的磷酸缓冲液于冰浴中匀浆,在 0℃ ~ 4℃ 下 4 000 r/min 离心 15 min,取上清液冷贮供试。酶活力测定参照 Ellman(1961)的方法进行。每处理重复 3 ~ 5 次。

1.3.5 酯酶活性测定方法: 以约 LD₅₀ 剂量的药剂点滴处理试虫,在中毒各期分别取 2 头,清洗干净,加入定量预冷的缓冲液于冰浴中整体匀浆,在 0℃ ~ 4℃ 下 4 000 r/min 离心 15 min,上清液即为酶液。酶活力测定参照 Van Asperene(1962)的方法。每处理重复 3 ~ 5 次。

2 结果与分析

2.1 毒力测定及致毒症状观察结果

测定了松油烯-4-醇对粘虫 3 龄幼虫的熏蒸毒力和对 4 龄幼虫的触杀毒力,结果见表 1。以 0.365 μ L 松油烯-4-醇点滴处理粘虫 5 龄幼虫后,观察其中毒症状,结果表明:点滴处理后,试虫反应强烈,四处爬动。5 min 后,试虫或将头部勾向胸部,胸部拱起;或头胸部高高抬起,左右摆动,口器持续一张一合;或以口器磨擦胸足,连续反吐胃液;所有试虫体表均有明显水迹,呈水浸状。随后,试虫爬行不稳,剧烈翻滚,极度扭曲,足、口器极度伸张,上述现象均为强烈的痉挛症状。20 min 后,部分试虫被击倒,侧卧或仰卧,活动强度逐渐减弱,抽搐或微微蠕动,逐渐被麻痹。30 min 后部分试虫完全不动,触之无任何反应,极度瘫软,若以挑针从虫体中部挑起,则虫体完全自然下垂,但在解剖镜下观察,试虫的体躯及部分附肢仍会微微颤抖,可见试虫仅是麻痹而非死亡。麻痹中的部分试虫会复苏而恢复活动,微微扭动,但随后逐渐死亡。死亡虫体极度干缩,体长不及对照虫体长度的 1/2。

表 1 松油烯-4-醇对粘虫幼虫的毒力测定结果(24 h)

Table 1 The toxicity of terpinen-4-ol against larvae of *Mythimna separata* (Walker) (24 h)

| 试虫 Larvae tested | 回归方程 LC-P | LC ₅₀ ($\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$) | LD ₅₀ ($\mu\text{g}\cdot\text{头}^{-1}$) | 95%置信限($\mu\text{g}\cdot\text{头}^{-1}$) 95% Fiducial limit | χ^2 Chi square |
|---------------------|-------------------|---|---|---|------------------------|
| 3龄幼虫 3rd instar | -1.2120 + 8.2694X | 5.3473 | - | 5.0342 ~ 5.6799 | 0.678 |
| 4龄幼虫 4th instar | -0.0479 + 2.3266X | - | 147.8 | 114.7 ~ 190.4 | 0.856 |

注: $\chi^2_{0.05,3} = 7.81$, 若所测方程 χ^2 小于该值则方程符合实际, 否则不符合。

Notes: Equation fit the fact unless the " χ^2 " is less than 7.81.

2.2 Na⁺, K⁺-ATP 酶活体活性测定结果

松油烯-4-醇对粘虫 5 龄幼虫 Na⁺, K⁺-ATP 酶活性影响见表 2。由表 2 可知, 各中毒期的酶比活力显著小于对照, 表明松油烯-4-醇对试虫体内 Na⁺, K⁺-ATP 酶活性有明显抑制作用。在兴奋期、痉挛期、麻痹期和复苏期, 抑制率分别为 21.28%、25.62%、32.01% 和 34.92%。

表 2 松油烯-4-醇对粘虫 5 龄幼虫 Na⁺, K⁺-ATP 酶活性的影响(活体)

Table 2 The effect of terpinen-4-ol on Na⁺, K⁺-ATPase activity in 5th instar larvae of *Mythimna separata* (Walker) (*in vitro*)

| 处理 Treatment | 酶比活力 Specific activity ($\mu\text{mol}/(\text{mg pro.})/20 \text{ min.}$) | 抑制率(%) Inhibition rate |
|----------------------|--|---------------------------|
| 空白对照 CK | 0.3148 ± 0.0302 a A | - |
| 兴奋期 Excitation stage | 0.2468 ± 0.0245 b B | 21.28 |
| 痉挛期 Convulsion stage | 0.2270 ± 0.0198 bc B | 25.62 |
| 麻痹期 Paralysis stage | 0.2113 ± 0.0252 bc B | 32.10 |
| 复苏期 Recovery stage | 0.1984 ± 0.0230 c B | 34.92 |

注: 表中数据为 3 次重复的平均值; 标准曲线为: $Y = 3.75 \times 10^{-3} + 1.2349X$ ($r = 0.9924$); 蛋白标准曲线为: $Y = 0.2488 + 1.185 \times 10^{-3}X$ ($r = 0.9940$)。表中同一列数据后标相同小写(大写)字母者表示经 Duncan 氏新复极差测验, 其在 $P_{0.05}$ ($P_{0.01}$) 水平上差异不显著, 下同。

Notes: Data are given as means ± standard errors from 3 duplications. The regression equation is: $Y = 3.75 \times 10^{-3} + 1.2349X$ ($r = 0.9924$). The regression equation of protein is: $Y = 0.2488 + 1.185 \times 10^{-3}X$ ($r = 0.994$). Data in a column with the same small (capital) letters are not significantly different at $P_{0.05}$ ($P_{0.01}$) by Duncan's multiple range test, respectively (the same below).

2.3 Na⁺, K⁺-ATP 酶离体活性测定结果

测定了不同剂量的松油烯-4-醇对粘虫 5 龄幼虫 Na⁺, K⁺-ATP 酶活性的影响(表 3)。以松油烯-4-醇的剂量的对数为横坐标, 以其对 Na⁺, K⁺-ATP 酶活力的抑制率的机率值为纵坐标, 得线性相关方程为: $Y = 2.2236 + 1.3058X$ ($r = 0.988$, $\chi^2 = 1.26$), 其 $I_{50} = 133.75 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$, 95% 置信限为 107.42 ~ 166.53 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 。可见, 松油烯-4-醇对粘虫 5 龄幼虫体内的 Na⁺, K⁺-ATP 酶活性具有较强的抑制作用。

2.4 AChE 活性测定结果

测定表明(表 4), 松油烯-4-醇对粘虫 5 龄幼虫的 AChE 有一定的抑制作用。在兴奋期、痉挛期和麻痹期抑制率分别为 14.18%、12.37% 和 15.20%, 与对照差异显著; 在复苏期, 酶活力反而较对照高, 但差异不明显。

表 3 松油烯-4-醇对粘虫 5 龄幼虫的 Na⁺, K⁺-ATP 酶活性的影响(离体)

Table 3 The effect of terpinen-4-ol on Na⁺, K⁺-ATPase activity in 5th instar larvae of *Mythimna separata* (Walker) (*in vivo*)

| 剂量($\mu\text{g}/\text{ml}$) Dosage | 酶比活力 Specific activity ($\mu\text{mol}/(\text{mg pro.})/20 \text{ min.}$) | 抑制率(%) Inhibition rate |
|---|--|---------------------------|
| 0 | 40.36 | - |
| 33.33 | 32.08 | 20.52 |
| 66.67 | 26.18 | 35.13 |
| 133.33 | 18.20 | 54.91 |
| 199.98 | 16.68 | 58.67 |
| 266.67 | 15.26 | 62.19 |

表 4 松油烯-4-醇对粘虫 5 龄幼虫 AChE 活性的影响

Table 4 The effect of terpinen-4-ol on AChE activity in 5th instar larvae of *Mythimna separata* (Walker)

| 处理 Treatment | 酶比活力 Specific activity ($\mu\text{mol}/(\text{mg pro.})/20 \text{ min.}$) | 抑制率(%) Inhibition rate |
|----------------------|--|---------------------------|
| 对照 CK | 0.2408 ± 0.0048 a A | - |
| 兴奋期 Excitation stage | 0.2069 ± 0.0066 b B | 14.08 |
| 痉挛期 Convulsion stage | 0.2110 ± 0.0079 b B | 12.37 |
| 麻痹期 Paralysis stage | 0.2042 ± 0.0174 b B | 15.20 |
| 复苏期 Recovery stage | 0.2555 ± 0.0018 a A | -6.10 |

注: 表中数据为 3 次重复的平均值; 标准曲线为: $Y = -7.7 \times 10^{-3} + 4.657X$ ($r = 0.9996$); 蛋白标准曲线为: $Y = 0.2488 + 1.185 \times 10^{-3}X$ ($r = 0.9940$)。

Notes: Data are given as means ± standard errors from 3 duplications. The regression equation is: $Y = -7.7 \times 10^{-3} + 4.657X$ ($r = 0.9996$). The regression equation of protein is: $Y = 0.2488 + 1.185 \times 10^{-3}X$ ($r = 0.994$).

2.5 酯酶活性测定结果

以松油烯-4-醇处理粘虫 5 龄幼虫后,酯酶先被抑制,酶活力与对照差异明显;在痉挛期和麻痹期,酯酶被明显激活,酶活力分别为对照的 1.23 和 1.33 倍,与对照差异显著;在复苏期,酯酶活力与对照相当(表 5)。可见,松油烯-4-醇处理后,试虫体内的酯酶活性发生了较为复杂的变化。

表 5 松油烯-4-醇对粘虫 5 龄幼虫酯酶活性的影响

Table 5 The effect of terpinen-4-ol on esterase activity in 5th instar larvae of *Mythimna separata* (Walker)

| 处理 Treatment | 酶比活力 Specific activity ($\mu\text{mol}/(\text{mg pro.})/20 \text{ min.}$) | 比值 Ratio |
|----------------------|--|-------------|
| 对照 CK | 0.2365 \pm 0.0237 b BC | 1.0 |
| 兴奋期 Excitation stage | 0.1816 \pm 0.0137 c C | 0.77 |
| 痉挛期 Convulsion stage | 0.2909 \pm 0.0204 a AB | 1.23 |
| 麻痹期 Paralysis stage | 0.3134 \pm 0.0178 a A | 1.33 |
| 复苏期 Recovery stage | 0.2317 \pm 0.0291 b C | 0.98 |

注:表中数据为 3 次重复的平均值;标准曲线为: $Y = 0.1584 + 4.912X$ ($r = 0.9930$);蛋白标准曲线为: $Y = 0.004433 + 0.0001138X$ ($r = 0.9940$)。

Notes: Data are given as means \pm standard errors from 3 duplications. The regression equation is: $Y = 0.1584 + 4.912X$ ($r = 0.9930$). The regression equation of protein is: $Y = 0.2488 + 1.185 \times 10^{-3}X$ ($r = 0.994$).

3 讨论

3.1 松油烯-4-醇的致毒症状特点与除虫菊酯类药剂很相似

通过中毒症状的观察,可以发现松油烯-4-醇对粘虫 5 龄幼虫的致毒症状有以下特点:中毒反应过程都包括兴奋、痉挛、麻痹、死亡或复苏等几个阶段。兴奋期的特点为活动剧烈,运动不协调,很快被击倒;痉挛期的特点为运动反常,剧烈抽搐、扭动,难以爬动,体躯、口器、触角、足均抽搐、颤抖;麻痹期的主要特点为,试虫静卧不动,口器、足等微有颤抖,体躯柔软;麻痹后部分试虫可复苏,但很快会再次麻痹,最后死亡;死亡的症状主要为,体表干燥,体躯柔软皱缩。另外,中毒试虫有体表失水和大量反吐胃液的现象。对家蝇,松油烯-4-醇也表现出相同的致毒特点。

作用速度快、兴奋、痉挛、麻痹等特点和现象均为神经毒剂的典型中毒症状(赵善欢, 1993),如有机磷类、氨基甲酸酯类和拟除虫菊酯类杀虫剂等。由此可初步认为松油烯-4-醇可能作用于神经系统。在神经毒剂中,拟除虫菊酯类杀虫剂的典型作用特

点是:作用速度快,且对昆虫的致毒症状分为兴奋、痉挛、麻痹、死亡四个阶段,在中毒过程中试虫有呕吐和体表失水的现象,而且 I 型菊酯中毒后,试虫会在麻痹后复苏(Blum and Kerns, 1956; Narahashi, 1971; Clements and May, 1977)。这些症状特点和松油烯-4-醇对粘虫 5 龄幼虫的致毒症状极其相似。据此进一步推测松油烯-4-醇可能是和拟除虫菊酯类杀虫剂相似的一种神经毒剂。当然仅根据中毒症状特点并不能完全判断该化合物是否为神经毒剂,还需进一步研究和验证。

3.2 Na^+ , K^+ -ATP 酶可能是松油烯-4-醇的靶标酶

从酶活性测定结果看,松油烯-4-醇可明显抑制粘虫神经组织中 Na^+ , K^+ -ATP 酶的活性, $I_{50} = 133.75 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。研究发现松油烯-4-醇对家蝇 Na^+ , K^+ -ATP 酶的活性也有明显的抑制作用。当 Na^+ , K^+ -ATP 酶受抑制时, Na^+ 离子流受抑制,水被吸收, Ca^{2+} 滞留,引起各种谷氨酸盐及其它神经递质的释放,故 Na^+ , K^+ -ATP 酶抑制剂能引发中枢神经系统的疾病(Lees, 1991; 赵善欢, 1993)。可见,试虫因松油烯-4-醇中毒后而表现出的异常行为与 Na^+ , K^+ -ATP 酶被抑制密切相关。另外,拟除虫菊酯类杀虫剂对 Na^+ , K^+ -ATP 酶具有较强的抑制作用,且浓度越高抑制作用也越大(Leng and Xiao, 1995; 田雨和冷欣夫, 1999),昆虫神经系统的 Na^+ , K^+ -ATP 酶是拟除虫菊酯类药剂的靶标之一(何运转等, 1999; 宁黔冀和尚稚珍, 1998)。我们的测试也发现功夫对粘虫 5 龄幼虫的 Na^+ , K^+ -ATP 酶活性具有明显抑制作用,在痉挛期、浅麻痹期和深麻痹期,抑制率分别为 10.78%、15.38% 和 24.43%,但抑制作用较松油烯-4-醇弱。结合松油烯-4-醇的致毒症状和对 Na^+ , K^+ -ATP 酶活性的影响,认为 Na^+ , K^+ -ATP 酶可能是松油烯-4-醇的作用靶标。当然,这有必要通过电生理实验和更为精确的酶学实验来进一步确证。

3.3 对 AChE 的影响不是松油烯-4-醇引起中毒的主要原因

本研究表明,松油烯-4-醇对 AChE 活性也有一定的影响,尤其是在中毒前期,抑制作用比较明显。AChE 是有机磷类杀虫药剂的作用靶标,笔者测试表明,辛硫磷对粘虫 AChE 具有明显的抑制作用,且随着中毒的加剧,酶比活力变小,在中毒后期酶比活力仅为对照的 41.0%,且中毒症状与松油烯-4-醇的也有差异。而本研究表明,松油烯-4-醇对 AChE 活力的抑制率最大为 15.2%,且在复苏期, AChE 活性与对照相当,故对该酶的作用可能不是松油烯-4-醇引

起试虫中毒的主要原因。另外, 松油烯-4-醇对家蝇 AChE 活性的影响也不明显。可见, 虽然松油烯-4-醇对 AChE 活性有一定的影响, 但 AChE 不是其作用靶标。

3.4 酯酶可能参与了对松油烯-4-醇的水解代谢

研究表明, 在兴奋期酯酶被抑制, 抑制率为 23.0%, 但是在痉挛期和麻痹期酯酶活力增大, 为对照的 1.23 倍和 1.33 倍, 在复苏期酯酶活力又恢复到和对照相当的水平。从症状的发展来看, 从兴奋到麻痹, 是一个中毒程度不断加深的过程, 而酯酶的活力先被抑制后又激活, 而在复苏期, 试虫的中毒症状有所缓解, 酶的活力又恢复到正常水平, 可见酯酶可能参与了对松油烯-4-醇的水解代谢。当然, 昆虫体内的解毒酶和水解酶有很多种, 这些酶系也可能参与了对松油烯-4-醇的代谢。对于中毒试虫复苏的原因尚需进一步研究。

参 考 文 献 (References)

Bessette, 1998. Ecologically-safe insecticides and acaricides. Wo 1998-US7939, Patent CA Section: 5. Blum MS, Kerns CW, 1956. Temperature and the action of pyrethrum in the American cockroach. *J. Econ. Ent.*, 49: 862 - 865.

Chen GQ, 2001. Study on insecticidal properties of terpinen-4-ol: The main composition of essential oil of *Sabina vulgaris* Ant. A dissertation submitted in partial fulfillment of the requirement for M. S of agronomy in pesticide science of Northwest Sci-Tech University of Agriculture and Forestry. [陈根强, 2001, 砂地柏精油主成分松油烯-4-醇杀虫作用研究. 西北农业大学硕士研究生毕业论文]

Chiu SF, 1993. Principles of Insect Toxicology. Guangzhou: Guangdong Science & Technology Press. 32 pp. [赵善欢, 1993. 昆虫毒理学原理. 广州: 广东科技出版社. 32 页]

Clements AN, May TE, 1977. The action of pyrethroids upon the peripheral nervous system and associated organ in the locust. *Pestic. Sci.*, 8: 661 - 680.

Duggan DE, Noll RM, 1965. Effects of ethacrynic acid and cardiac glycosides upon a membrane adenosine triphosphatase of renal cortex. *Arch. Biochem. Biophys.*, 109: 388 - 396.

Ellman GL, 1961. A new and rapid colorimetric determination of acetylcholinesterase activity. *Biochem. Pharmacol.*, 7: 88 - 95.

Fettköther R, Reddy GVP, Noldt U, Dettner K, 2000. Effect of host and larval frass volatiles on behavioural response of the old house borer *Hylotrpes bajulus* (L.) (Coleoptera: Cerambycidae) in a wind tunnel

bioassay. *Chemoecology*, 10(1): 1 - 10.

He YZ, Li M, Feng GL, Wang YC, 1999. Inhibition of pyrethroid insecticides on nerve Na-K-ATPase in houseflies (*Musca domestica*). *Acta Entomologica Sinica*, 42(1): 19 - 24. [何运转, 李梅, 冯国蕾, 王荫长, 1999. 拟除虫菊酯对家蝇 Na-K-ATPase 抑制作用的研究. 昆虫学报, 42(1): 19 - 24]

Lee S, Tsao R, Peterson C, Coats JR, 1997. Insecticidal activity of monoterpenoids to western corn rootworm (Coleoptera: Chrysomelidae), twospotted spider mite (Acari: Tetranychidae), and house fly (Diptera: Muscidae). *Journal of Economic Entomology*, 90(4): 883 - 892.

Lees GJ, 1991. Inhibition of sodium-potassium-ATPase: a potentially ubiquitous mechanism contributing to central nervous system neuropathology. *Brain Res. Rev.*, 16(3): 283 - 300.

Leng XF, Xiao DQ, 1995. Effect of deltamethrin on protein phosphorylation of housefly brain synaptosomes. *Pesticide Science*, 44(1): 88 - 89.

Lorry OH, Rosebrough NJ, Randall RL, 1951. Protein measurement with the Folin phenol reagent. *J. Biol. Chem.*, 193: 265 - 275.

Narahashi T, 1971. Effects of insecticides on excitable tissues. *Adv. Insect Physiol.*, 8: 1 - 93.

Ning QJ, Shang ZZ, 1998. The effect of pyrethroid on ATPase of insect. *Journal of Yantai University (Natural Science and Engineering)*, 11(4): 285 - 289. [宁黔冀, 尚稚珍, 1998. 拟除虫菊酯对昆虫 ATPase 的影响研究. 烟台大学学报(自然科学与工程版), 11(4): 285 - 289]

Reddy MV, 1998. Characterization and use of essential oil from *Thymus vulgaris* against *Botrytis cinerea* and *Rhizopus stolonifer* in strawberry fruits. *Photochemistry*, 47(8): 1 515 - 1 520.

Rustaiyan A, Monfared A, Masoudi S, 1999. Composition of the essential oil of *Nepeta asterotrichus* Rech. F. et Aell. from Iran. *Journal of Essential Oil Research*, 11(2): 229 - 230.

Tian Y, Leng XF, 1999. Inhibition of protein phosphorylation and ATPase activity by deltamethrin in housefly brain synaptosomes. *Acta Entomologica Sinica*, 42(2): 113 - 119. [田雨, 冷欣夫, 1999. 溴氰菊酯对同品系家蝇脑突触膜蛋白磷酸化及 ATP 酶活性的影响. 昆虫学报, 42(2): 113 - 119]

Van Asperene KA, 1962. A study of housefly esterase by means of a sensitive colorimetric method. *J. Ins. Physiol.*, 8: 401 - 416.

Wei HM, 2000. Study on fumigation and the insecticidal components of several plant essential oils. A dissertation submitted in partial fulfillment of the requirement for M. S of agronomy in pesticide science of Northwest Sci-Tech University of Agriculture and Forestry. [魏红梅, 2000. 几种植物精油的熏蒸杀虫作用及活性成分研究. 西北农林科技大学硕士研究生学位论文]

(责任编辑: 袁德成)