·论 著·

硫酰氟熏蒸杀灭蜚蠊卵荚剂量与时间的量效学研究

吕洁毅，何振毅，丁国允，刘谢，伍华驹，张才志，王忱
佛山出入境检验检疫局卫生检疫监管科，广东 佛山 528000

摘要：目的 研究口岸常用熏蒸剂硫酰氟杀灭蜚蠊卵荚的最佳投药剂量与时间关系。**方法** 在实验室对各组美洲大蠊卵荚进行熏蒸处理，观察其孵化情况，运用趋势面模型分析方法对实验数据进行拟合，并通过现场实验验证。**结果** 趋势面模型有统计学意义（$F=26.776$，$P<0.000\ 1$，判定系数$R^2=0.918$）；该模型可预测硫酰氟熏蒸杀灭卵荚的剂量与时间关系；现场实验按照预测剂量-时间数据，运用熏蒸剂量计算公式计算，起始投药浓度为36 g/m^3、投药量为2.7 kg、熏蒸作用20 h，杀灭率达100%。**结论** 掌握硫酰氟杀灭蜚蠊卵荚的最佳剂量与作用时间关系，为指导口岸有效开展集装箱熏蒸杀虫工作提供依据。

关键词： 硫酰氟；美洲大蠊；卵荚；趋势面分析；剂量；时间
中图分类号： R184.39；R384.9 **文献标志码：** A **文章编号：** 1003-8280(2018)03-0279-04
DOI：10.11853/j.issn.1003.8280.2018.03.015

Study on the fumigation effect of sulfuryl fluoride on Blattaria's ootheca with different dose and time

LYU Jie-yi, HE Zhen-yi, DING Guo-yun, LIU Xie, WU Hua-ju, ZHANG Cai-zhi, WANG Chen
Foshan Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Foshan 528000, *Guangdong Province*, China

Supported by the Research on Resistance of Several Eggs Against Common Insecticides and the Application in Insecticidal Effect Evaluation (No. 2016GDK27)

Abstract: Objective To study the fumigant effect of sulfuryl fluoride on Blattaria's ootheca and to explore the relationship of the dose and time. **Methods** We separated the oothecas of *Periplaneta americana* into different groups in the laboratory. We used sulfuryl fluoride to fumigate them and then observed their hatching situation. All the experimental data were fitted by the trend surface model and verified by field experiment. **Results** The trend surface model of the ootheca of the *P. americana* was statistically significant ($F=26.776$, $P<0.000\ 1$, $R^2=0.918$). The model effectively predicted the dose and time relationship of the Blattaria's oothecas killed by sulfuryl fluoride. The field killing rate of the ootheca was 100% based on the initial concentration of 36 g/m^3, the dosage of 2.7 kg and the fumigation time of 20 h which according to the predicted dose-time data and fumigation dose formula. **Conclusion** According to this study, we calculated the optimal dose-time model of sulfuryl fluoride to kill the Blattaria's ootheca. And we can guide the port to carry out fumigation and insecticide work of containers more effectively.

Key words: Sulfuryl fluoride; *Periplaneta americana*; Ootheca; Trend surface analysis; Dose; Time

随着经济发展和国家贸易往来频繁，由病媒生物引起的新发传染病不断增加，对出入境检疫处理工作也提出新的要求[1]。检疫处理的杀灭效果直接影响出入境货物的通关进度，体现检验检疫的工作质量，因此，掌握检疫处理工作方法，对于提高工作的科学化和规范化非常必要。但在实际工作中即使处理过程符合操作规范，仍会出现难以控制的因素影响检疫处理效果，如集装箱查验中多次截获蜚蠊卵荚、蝇蛹等，其在适宜的环境下可孵化[2]，成为口岸病媒生物传播疾病的潜在危险因素[3-4]。此外，集装箱密封程度直接影响药品的熏蒸剂量，从而影响熏蒸效果。目前，口岸常用的熏蒸剂为硫酰氟，利用其对蜚蠊卵荚进行熏蒸杀灭，对用药剂量和时间关系进行定量分析及研究，为口岸集装箱熏蒸杀虫工作设定合适的剂量和时间，从而为有效开展检验检疫工作提供科学依据。

1 材料与方法

1.1 材料

1.1.1 试虫 每天采集同一世代美洲大蠊

基金项目： 广东检验检疫局科技计划（2016GDK27）
作者简介： 吕洁毅，女，主管医师，主要从事口岸传染病防控及医学媒介防制，Email：26476283@qq.com
网络出版时间： 2018-04-11 14:11 **网络出版地址：** http://epub.cnki.net/kns/oldnavi/n_CNKIPub.aspx?naviid=59&BaseID=ZMSK&NaviLink=

(*Periplaneta americana*)成虫所产的卵荚,要求饱满、色泽光亮、无发霉,日龄为(15±2)d,由广东省CDC提供的敏感品系。

1.1.2 仪器和试剂 硫酰氟高浓度检测仪(MB-ContainIR)和硫酰氟残留量检测仪(SZ1000)均由美国斯派特思(Spectros)仪器有限公司生产;电子秤(XK3190-A12+E)由上海耀华称重系统有限公司生产,精确度为0.1 kg;硫酰氟(F_2SO_2)为浙江临海利民化工厂生产,纯度为99.9%。

1.1.3 熏蒸装置 实验室实验采用容积为0.01 m^3(10 L)的玻璃瓶作为熏蒸瓶,瓶盖带有连接三通管的密封硅胶圈垫,密封性能好;实验前将供试卵荚置于瓶内,并放置自制的气流循环装置,其中1根通管用于施药,游离于瓶外用止血钳夹紧,另2根通管用于连接硫酰氟高浓度检测仪的出入气孔测定药剂的实际浓度。现场实验采用体积为75 m^3的口岸熏蒸库。

1.2 方法

1.2.1 实验室实验方法 实验室设定温度(26±1)℃、湿度(65±5)%。将卵荚随机分成19组,其中1组为对照组,每组20只,每组实验将试虫由上至下均匀放置于熏蒸瓶内,依据研究设计的不同作用剂量和时间分别施药处理,共18组。熏蒸瓶内硫酰氟浓度采用高浓度检测仪进行定量;在每组实验完成后,进行4~6 h的通风散毒,并用残留检测仪监测熏蒸瓶内的残留浓度,使其降低至<5 mg/L再进行下一组实验,以避免两组熏蒸剂量相互干扰,对照组则在未染毒情况下放置熏蒸瓶内密闭24 h后取出。实验组和对照组均放置于孵化室内观察孵化情况,孵化室温度(27±1)℃、湿度(70±5)%。

1.2.2 现场实验方法 现场实验条件控制在温度(30±5)℃、湿度(65±5)%。将美洲大蠊卵荚随机分成4组,其中1组为对照组,每组180只。试虫采用布点法在熏蒸库内按前、中、后、上、中、下放置9个点,每点20只(图1)。熏蒸方式及浓度定量方法均与实验室实验相同,内置1个气流循环扇加速库内药剂均匀分布,熏蒸剂量与作用时间参照实验室实验预测的硫酰氟熏蒸杀灭蜚蠊卵荚剂量和时间关系。

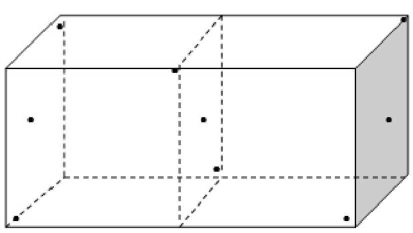

图1 口岸现场布点图

Figure 1 The port diagram of field distribution

1.3 统计学分析 运用SPSS 19.0软件完成数据统计分析。趋势面分析(trend surface analysis,TSA)是利用数学曲面模拟地理系统要素在空间上的分布及变化趋势的一种数学方法。实质上是通过回归分析原理,运用最小二乘法拟合一个二维非线性函数,模拟地理要素在地域空间上的变化趋势,可用于考察因变量(z)与自变量因素(x_1,x_2)的关系,通过代入不同自变量(x_1,x_2)的数据,考察因变量(z)所达的最佳值。二次趋势面模型形式为$z=a_0+a_1x_1+a_2x_2+a_3x_1^2+a_4x_1x_2+a_5x_2^2$。

1.4 相关概念

1.4.1 熏蒸剂量(CT) 即浓度与时间的乘积。在熏蒸过程中,温度、药剂浓度和熏蒸时间是影响媒介生物死亡的重要因素。在一定温度下,媒介生物接触的药剂浓度和熏蒸时间起决定作用。通常为统一熏蒸处理标准,常以熏蒸剂量作为熏蒸处理投药量的标准。在密封性较好的场所进行熏蒸,浓度加倍时熏蒸时间缩短一半和浓度减半熏蒸时间延长1倍,其杀虫效果相同[5-6]。

1.4.2 半数损失时间(HLT) 指定量熏蒸剂释放进入需熏蒸的场所内,气体分子因吸附作用和熏蒸场所密封程度等影响,导致熏蒸剂浓度减少至起始浓度的一半所用的时间[5],可通过实时监测熏蒸剂浓度计算。

2 结 果

2.1 硫酰氟熏蒸杀灭卵荚效果 施药剂量的设定参照改进寇氏法,各组间的剂量按剂量对数等差排列(实际施药根据浓度检测仪定量后稍有变化),各组作用时间根据熏蒸剂量设定。观察60 d,对照组死亡率为20.0%,各实验组死亡率均依据Abbott[7]公式进行校正,校正死亡率为18.8%~100%,见表1。

2.2 硫酰氟熏蒸杀灭卵荚的趋势面分析模型拟合 模型拟合的方差分析结果为$F=26.776$,$P=0.000$,提示该趋势面分析模型方程有统计学意义,见表2;判定系数为$R^2=0.918$,拟合优度高,即由硫酰氟用药剂量与时间两个因素引起的熏蒸卵荚杀灭率指标的变异占总变异的91.8%。采用二次多项式进行趋势面拟合,用最小二乘法求得拟合方程式为:

$$z=0.237+0.022x_1-0.03x_2-0.000\,19x_1^2+0.000\,71x_1x_2+0.001\,3x_2^2$$

式中,x_1为硫酰氟熏蒸的剂量变量;x_2为硫酰氟熏蒸的时间变量。

2.3 硫酰氟熏蒸杀灭卵荚的剂量和时间关系预测 通过上述分析,获得的趋势面分析回归模型可较好

表1 硫酰氟实验组熏蒸杀灭蜚蠊卵荚效果

Table 1 Blattaria's ootheca killing effects of different doses of sulfuryl fluoride

组别	用药剂量 (g/m^3)	作用时间 (h)	熏蒸剂量 〔$(g·h)/m^3$〕	卵荚数 (只)	死亡数 (只)	死亡率 (%)	校正死亡率 (%)
对照组	–	24.0	–	20	4	20.0	–
实验组1	3.2	1.5	4.8	20	7	35.0	18.8
实验组2	4.0	2.0	8.0	20	8	40.0	25.0
实验组3	5.0	2.0	10.0	19 [a]	8	42.1	27.6
实验组4	6.5	2.0	13.0	20	9	45.0	31.3
实验组5	8.0	2.0	16.0	20	10	50.0	37.5
实验组6	10.0	2.0	20.0	20	12	60.0	50.0
实验组7	12.5	2.4	30.0	20	12	60.0	50.0
实验组8	16.0	2.0	32.0	20	13	65.0	56.3
实验组9	20.0	2.3	46.0	20	14	70.0	62.5
实验组10	24.0	4.0	96.0	20	14	70.0	62.5
实验组11	25.0	6.4	160.0	20	11	55.0	43.8
实验组12	20.0	12.0	240.0	20	13	65.0	56.3
实验组13	21.0	16.0	336.0	20	18	90.0	87.5
实验组14	18.0	22.0	396.0	20	18	90.0	87.5
实验组15	19.0	24.0	456.0	20	18	90.0	87.5
实验组16	20.0	24.0	480.0	20	20	100.0	100.0
实验组17	40.0	12.0	480.0	20	20	100.0	100.0
实验组18	80.0	6.0	480.0	20	20	100.0	100.0

注：a. 实际回收有效卵荚数

地拟合实验数据，根据其对硫酰氟熏蒸杀灭卵荚的剂量和时间关系进行预测分析。将熏蒸杀灭卵荚死亡率100%和不同熏蒸时间分别代入该方程，得到不同时间达100%杀灭卵荚的熏蒸剂量（表3）。该预测数据可应用于密闭性能相当好的熏蒸场所。

表2 硫酰氟熏蒸杀灭卵荚趋势面分析模型方差分析

Table 2 Trend surface model variance analysis of ootheca killed by sulfuryl fluoride

模型	平方和	*df*	均方	*F*值	*P*值
回归	1.181	5	0.236	26.776	0.000
残差	0.106	12	0.009		
合计	1.287	17			

表3 硫酰氟全部杀灭蜚蠊卵荚剂量和时间关系预测

Table 3 Dose and time relationship of all the Blattaria's oothecas killed by sulfuryl fluoride

时间(h)	预测剂量(g/m^3)	时间(h)	预测剂量(g/m^3)
6	61.5	16	33.8
7	55.1	17	32.1
8	51.3	18	30.4
9	48.9	19	28.8
10	45.8	20	27.2
11	43.4	21	25.6
12	41.3	22	24.0
13	39.3	23	22.5
14	37.4	24	20.9
15	35.5		

2.4 现场验证 根据预测数据，在口岸熏蒸库进行现场验证。由于熏蒸库为水泥墙和铁门结构，经预实验测得熏蒸库HLT为20 h，密封性一般，要达到相同杀灭效果的熏蒸剂量不是简单的起始投药浓度和总熏蒸时间的乘积。郑剑宁等[5]对熏蒸剂量计算研究，根据熏蒸剂量的定义，得出以下公式：

$$D=C_T\times T \quad (1)$$

式中D为熏蒸剂量〔$(g·h)/m^3$〕，C_T为熏蒸剂实时浓度(g/m^3)，T为熏蒸时间(h)。

由于D不是简单的起始投药浓度和总熏蒸时间的乘积，利用面积积分和近似计算得出以下公式：

$$D=0.75\times HLT\times C\times f \quad (2)$$

$$f=\Sigma 0.5^{(\chi-1)} \quad (3)$$

式中HLT为熏蒸场所药剂的半数损失时间(h)；C为投药的起始浓度(g/m^3)；f为时间系数；χ为以HLT的倍数表示的熏蒸时间。

验证实验在熏蒸库进行，体积75 m^3，设定熏蒸时间为20 h，即1倍HLT，根据上述预测数据得出20 h的熏蒸剂量为544$(g·h)/m^3$，计算现场硫酰氟起始投药浓度和投药总量。

根据式(3)，χ=1，则f=1.000

根据式(2)，D=544$(g·h)/m^3$，HLT=20 h

$$则C=\frac{544}{0.75\times 20\times 1}\approx 36\ g/m^3$$

投药总量=36 g/m^3×75 m^3=2 700 g

则以此投药量分3组进行重复实验，经观察60 d，熏蒸杀灭率均达100%（表4）。

表4 现场硫酰氟熏蒸杀灭蜚蠊卵荚效果

Table 4 The field experiment effects of the Blattaria's ootheca killed by sulfuryl fluoride

组别	用药剂量（g/m^3）	作用时间（h）	卵荚数（只）	死亡数（只）	死亡率（%）	校正死亡率（%）
对照组	–	20	180	34	18.9	–
实验组1	36	20	180	180	100.0	100.0
实验组2	36	20	180	180	100.0	100.0
实验组3	36	20	180	180	100.0	100.0

3 讨论

硫酰氟具有良好的扩散性和穿透性，且性质稳定，广泛应用于口岸集装箱、船舶、建筑物等的检疫处理[8-9]。但现有杀虫方法有一定局限性，存在较成虫抵抗力强的其他虫态未被杀灭的情况[10]，潜藏以虫卵媒介形式作为跨境传播疾病的风险因素。有研究发现，美洲大蠊卵荚是由美洲大蠊雌虫分泌物生成的一种特殊胶质囊，用于卵发育成若虫的栖息地，其表面有一层坚硬致密的荚膜包被，具有防水和保护其胚胎发育的功能[11-13]。大多数对成虫有效的杀虫剂均不易穿透该保护层，因此可杀灭成虫的熏蒸剂量并不能杀灭卵荚[14]，要彻底杀灭虫卵，需要较高剂量和较长熏蒸时间[15]。本文应用趋势面分析回归模型进行硫酰氟熏蒸杀灭蜚蠊卵荚的剂量与时间关系研究，将投药剂量与作用时间作为影响熏蒸杀灭卵荚死亡率的两个变量进行多元回归分析，科学制定100%熏蒸杀灭卵荚所需的最低剂量和最短时间；在密封性欠佳的场所进行熏蒸，应用CT和HLT指导设定起始投药浓度和投药量，为今后口岸检疫处理中采取有效的消杀灭处理方案提供科学依据。

参考文献

[1] 廖如燕. 口岸卫生处理现状及其研究发展方向[J]. 中国国境卫生检疫杂志，2009，32(5)：396-399.

[2] 郑京飞，黄克迈，安鹏天，等. 一起入境船舶携带输入性蝇蛹并羽化出成蝇的案例分析[J]. 口岸卫生控制，2014，19(6)：57-58.

[3] 宋锋林，王敏杰，李建训，等. 国境口岸首次从入境媒介昆虫中检测到寄生虫虫卵[J]. 中国国境卫生检疫杂志，2006，29(4)：221，224.

[4] 田洁，郭惠琳，黄健华，等. 境外宠物蜚蠊传入风险及控制[J]. 中国媒介生物学及控制杂志，2013，24(6)：558-560.

[5] 郑剑宁，李望昌，裘炯良，等. 硫酰氟熏蒸剂量计算方法[J]. 中华卫生杀虫药械，2009，15(1)：46-48.

[6] 王殿轩，卢奎，赵俊廷，等. 真空熏蒸快速杀虫试验研究[J]. 郑州粮食学院学报，1999，20(3)：11-15.

[7] 中华人民共和国卫生部. GB/T 26347—2010 蚊虫抗药性检测 生物测定法[S]. 北京：中国标准出版社，2011.

[8] 郑剑宁，裘炯良，杨定波. 硫酰氟在有害生物控制中的应用研究[J]. 中国媒介生物学及控制杂志，2007，18(1)：73-75.

[9] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. SN/T 1760—2006 出入境口岸硫酰氟卫生处理应用规程[S]. 北京：中国标准出版社，2006.

[10] 张瑞峰，程瑜，杨菲，等. 2种不同熏蒸剂对舞毒蛾不同虫态的杀灭效果[J]. 植物保护，2013，39(4)：164-167.

[11] American Society for Testing and Materials. ASTM E 654-1996 Standard test method for effectiveness of aerosol and pressurized spray insecticides against cockroaches[S]. West Conshohocken，PA：American Society for Testing and Materials，1996.

[12] 谭巧云，杨永寿，李开凤，等. 美洲大蠊卵鞘中16种元素分析[J]. 大理大学学报，2016，1(4)：22-25.

[13] 徐鹿. 温度对美洲大蠊生活能力的影响及哈氏啮小蜂寄生行为的研究[D]. 福州：福建农林大学，2009.

[14] 刘小真，王纲荣，万筱荣，等. 硫酰氟、溴甲烷联合熏蒸集装箱消毒杀虫灭鼠效果[J]. 中国媒介生物学及控制杂志，2005，16(1)：19-20.

[15] 陆永贵，丁永健. 口岸卫生处理实用手册[M]. 南京：东南大学出版社，2010：260-261.

收稿日期：2018-02-27