

## 植物保护

## 防治烟草黑胫病常用农药残留量与降解的研究

李义强<sup>1,2</sup>, 孙惠青<sup>2</sup>, 王秀国<sup>2</sup>, 徐光军<sup>2</sup>, 徐金丽<sup>2</sup>, 郑晓<sup>2</sup>, 龚道新<sup>1</sup><sup>1</sup> 湖南农业大学, 长沙 410128;<sup>2</sup> 中国农业科学院烟草研究所 国家烟草专卖局病虫害监控与综防重点实验室, 青岛 266101

**摘要:** 为研究防治烟草黑胫病常用农药残留量和降解规律, 2008–2010 年在山东开展了甲霜灵、烯酰吗啉、霜霉威、代森锰锌、三乙磷酸铝 5 种药剂的 GAP 田间试验和室内残留检测。结果表明, 因为推荐剂量不同, 原始沉积量有较大差别, 但 5 种农药的降解速度都较快, 半衰期为 0.7–3.2 d, 5 种药剂不同施药剂量、使用次数和安全间隔期对烟叶中农药残留影响较大, 不同农药的单因子和复合因子差异明显。可以通过控制施药剂量、次数, 延长采收间隔期等措施, 降低烟叶中的农药残留量。在旺长–现蕾初期规范使用 5 种农药, 烟叶农药残留量基本都能降解到限量要求以下。

**关键词:** 烟草黑胫病; 杀菌剂; GAP 试验; 农药残留

doi: 10.3969/j.issn.1004-5708.2011.04.013

中图分类号: S48

文献标识码: A

文章编号: 1004-5708(2011)04-0067-07

The degradation dynamics and residue level of different germicides  
against tobacco black shank

LI Yi-qiang<sup>1,2</sup>, SUN Hui-qing<sup>2</sup>, WANG Xiu-guo<sup>2</sup>, XU Guang-jun<sup>2</sup>, XU Jin-li<sup>2</sup>, ZHENG Xiao<sup>2</sup>, GONG Dao-xin<sup>1</sup><sup>1</sup> Hu'nan Agricultural University, Changsha 410128, China;<sup>2</sup> Tobacco Research Institute of CAAS, Key Laboratory of Tobacco Pest Monitoring Controlling & Integrated Management, Qingdao 266101, China

**Abstract:** Degradation dynamics and residue level of metalaxyl, dimethomorph, propamocarb, mancozeb and phosetyl-Al in tobacco leaves were studied using data from two years' GAP field trials in Shandong. Results showed that degradation speed of 5 germicides was fast, with half-life of 0.7 ~ 3.2 days. Trial dosage, spray times and harvest time after the last trial were the most important factors, and single factor and multiple factors are prominent in different germicide. Residue level in tobacco leaves were lower than CORESTA guidance level if the right dosage was applied in appropriate time,

**Key words:** tobacco black shank; germicide; GAP field trial; residue

烟草黑胫病是一种分布广泛、危害严重的世界性烟草主要病害。1896 年在印度尼西亚的爪哇首次发现, 此后该病迅速流行蔓延, 目前, 我国烟草黑胫病除东北烟区零星发生外, 全国其他烟区均普遍发生<sup>[1-4]</sup>。我国平均每年因烟草黑胫病造成的经济损失达 1 亿元以上, 仅次于烟草病毒病<sup>[5]</sup>。

生产中对该病的防治一般采用以化学防治为主, 栽培措施为辅的综合防治措施<sup>[4]</sup>。近 30 年来, 防治烟草黑胫病药剂的研发有较大突破, 越来越多的药剂被

应用到烟草生产中, 对控制该病害流行起到了重要作用。目前防治烟草黑胫病的药剂主要有: ①有机硫类、二硫代氨基甲酸酯类传统保护性杀菌剂, 如代森锌、丙森锌、代森锰锌等, 这些药剂具有表面保护作用, 对烟草黑胫病病原菌多位点抑制, 持效期长, 不易产生抗性, 但不能被植物吸收和转移, 不能保护未与杀菌剂接触的部位, 预防效果佳, 治疗效果差。②三乙磷酸铝、甲霜灵、恶霜灵、咪霜灵、苯霜灵等专化型内吸活性杀菌剂, 这些药剂可以内吸, 通过植物疏导进入发病部位, 有较强的治疗作用, 但随着病原菌生理小种的变化和农药不合理使用, 单一药剂对病害的防治效果逐步降低; ③近几年, 甲霜灵与代森锰锌、精甲霜灵与代森锰锌、恶唑菌酮与代森锰锌、烯酰吗啉与代森锰锌、氟

**作者简介:** 李义强, 男, 副研究员, 主要从事烟草植保和烟叶质量安全研究, E-mail: liyiqiang1008@163.com

**基金项目:** 国家烟草专卖局重点项目 (110200902073)

**收稿日期:** 2011-03-01

吗啉与三乙磷酸铝、氟吡菌胺与霜霉威盐酸盐等混配制剂,有较强的内吸性,具有保护和治疗双重作用,对烟草黑胫病具有较好的防效,已广泛应用于防治烟草黑胫病<sup>[5-6]</sup>。

为研究 GAP 试验条件下,不同防治烟草黑胫病药剂在烟叶中的农药残留量和降解规律,分析影响烟叶中农药残留量的关键因素,制定科学合理的农药残留限量,笔者于 2008-2010 年针对 5 种常用农药开展了烟叶中农药残留降解规律和不同施药剂量、次数和采收间隔时间等复合因子对残留量影响的试验研究。

## 1 材料与方法

### 1.1 田间试验

试验于 2008~2010 年在山东青岛(中国农业科学院烟草研究所试验基地)进行,试验用地为平原田块,土壤为淋溶褐土,肥力为中等,正常田间管理。5 月下旬移栽,烟草品种为 NC89,行距 110 cm,株距 50 cm,所有试验小区的栽培条件一致,栽培管理按照试验田统一生产规范进行,符合当地良好农业规范(GAP)。

供试农药:

25%甲霜灵可湿性粉剂,江苏宝灵化工股份有限公司生产。

50%烯酰吗啉可湿性粉剂,巴斯夫(中国)有限公司生产。

72.2%霜霉威水剂,江西盾牌化工有限公司生产。

80%代森锰锌可湿性粉剂,江苏利民化工有限公司生产。

表 1 5 种农药不同剂量、次数、采收间隔期的复合因子田间试验设计

| 药剂名称        | 推荐制剂量/<br>(g/667m <sup>2</sup> ) | 试验剂量/<br>(g/667m <sup>2</sup> ) | 施药次数 | 施药间隔/d | 末次施药后采收时间/d |
|-------------|----------------------------------|---------------------------------|------|--------|-------------|
| 25%甲霜灵 WP   | 80~100                           | 150                             | 4    | 3      | 7           |
| 50%烯酰吗啉 WP  | 27~40                            | 60                              | 4    | 3      | 7           |
| 72.2%霜霉威 AS | 71.6~107.5                       | 161                             | 4    | 3      | 7           |
| 80%代森锰锌 WP  | 140~175                          | 262                             | 4    | 3      | 7           |
| 80%三乙磷酸铝 WP | 350~400                          | 600                             | 4    | 3      | 7           |

### 1.3 残留测定

#### 1.3.1 仪器、试剂与标准品

液相色谱仪(HPLC-UV,测定甲霜灵、烯酰吗啉);气相色谱仪(FPD-S,测定代森锰锌;NPD,测定霜霉威;FID,测定三乙磷酸铝);超声波提取器;往复式振荡器;旋转蒸发器;电子天平;Florisil-SPE 和 NH<sub>2</sub>-SPE 柱(1 g/6 mL)及实验室常用仪器。丙酮、乙腈、二氯甲烷、甲醇、正己烷、无水乙醇(皆为色谱纯)、无水 Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>、NaCl、NaOH、盐酸。甲霜灵、烯酰吗啉、霜霉威、代森锰锌、三乙磷酸铝农药标准品(纯度 98.5%以上)。

司生产。

80%三乙磷酸铝可湿性粉剂,江苏省金坛市兴达化工厂生产。

### 1.2 田间试验设计

#### 1.2.1 施药

1.2.1.1 剂量、次数、安全间隔期的复合因子残留量试验 按照农药残留风险评估的原则和烟叶生产中一般扩大使用剂量、增加使用次数的习惯,把推荐使用的高剂量和 1.5 倍高剂量作为本试验的施药剂量,把推荐的使用次数和推荐次数增加 1 次作为本试验的施药次数。施药剂量和次数交叉,分为高量多次、高量少次、低量多次、低量少次 4 个处理,旺长期-现蕾期叶面喷雾施药,每次施药间隔 7 d,用水量 60 kg/667m<sup>2</sup>,每处理小区面积 24 m<sup>2</sup>,重复 3 次(表 1)。

1.2.1.2 消解动态试验 按照 1.5 倍推荐高剂量在烟株旺长后期叶片均匀喷雾,施药 1 次,用水量 60 kg/667m<sup>2</sup>,每处理小区面积 24 m<sup>2</sup>,重复 3 次。

#### 1.2.2 采样

1.2.2.1 剂量、次数、安全间隔期的复合因子残留量试验 分别于末次施药后 7、14、21 d 从 5 种农药 4 个处理区的上中下部位分别采样,每小区采样不少于 100 片,按照常规工艺烘烤后,研磨、缩分留样约 200 g, -20℃低温保存,待测定。

1.2.2.2 消解动态试验 分别于施药后 1 h、1、3、5、7、14、21、28、35、42 d 采集上中下部位烟叶,每次采样不少于 30 片,切碎混匀, -20℃低温保存,待测定。

#### 1.3.2 测定方法

笔者参考了有关文献方法<sup>[7-16]</sup>,对检测方法进行了优化和改进,确定了烟叶中不同农药的残留测定方法。

1.3.2.1 甲霜灵 鲜烟叶 10 g(干烟叶 4 g,加 10 mL 水),60 mL 乙腈震荡提取 1 h,加 10 g 氯化钠,震荡 30 min 过滤,量取 30 mL,50℃水浴浓缩至近干,加 2 mL 二氯甲烷/甲醇(99:1, v/v)溶解,过 NH<sub>2</sub>-SPE 柱,用 12 mL 二氯甲烷/甲醇(99:1, v/v)淋洗,淋洗液 40℃水浴浓缩至近干,用 2 mL 甲醇定容,过 0.45 μm 滤膜,液相

色谱测定。流动相:甲醇/水(7:3,v/v),波长:212 nm,柱温:30℃,流速:0.8 mL/min。最低检出浓度:干烟叶 0.03 mg/kg,鲜烟叶 0.02 mg/kg,信号响应时间:8.8~9.0 min。

1.3.2.2 烯酰吗啉 鲜烟叶 10.0 g(干烟叶 4.0 g),100 mL 丙酮浸泡 30 min,振荡提取 1 h,过滤,取 50 mL 滤液,加入 70 mL 8% 氯化钠溶液,用 50 mL、40 mL、30 mL 二氯甲烷萃取 3 次,萃取液浓缩至近干,用 2 mL 正己烷溶解,过 Florisil-SPE 柱,用 10 mL 丙酮/正己烷(5:95,V/V)淋洗去杂,40 mL 丙酮/正己烷(1:4,V/V)淋洗并收集,浓缩至近干,2 mL 甲醇定容,液相色谱测定。流动相:甲醇/水(75:25,V/V),流速:0.8 mL/min。柱温:30℃,测定波长:221 nm。最低检出浓度 E-烯酰吗啉:鲜烟叶 0.01 mg/kg、干烟叶 0.03 mg/kg;Z-烯酰吗啉:鲜烟叶 0.005 mg/kg、干烟叶 0.01 mg/kg,信号响应时间:E-烯酰吗啉 7.4~7.6 min,Z-烯酰吗啉 8.3~8.6 min。

1.3.2.3 霜霉威 鲜烟叶 20 g(干烟叶 10 g)加 80 mL 丙酮、20 mL 水、1 mol/L 盐酸 2 mL,振荡提取 30 min,超声提取 20 min,过滤,取 50 mL 滤液加 20 mL 饱和氯化钠溶液,用 50、50、50 mL 正己烷萃取 3 次,弃去正己烷,加 80 mL 水、1 mL 4 mol/L 氢氧化钠溶液,用 50、50、50 mL 二氯甲烷萃取 3 次,有机相加 1 mL 甲醇,浓缩近干,甲醇定容至 5 mL,气相色谱(NPD)测定。熔融毛细管柱 HP-5(30 m×0.32 mm,0.25 μm),进样口 220℃,检测器 280℃,70℃-220℃-260℃程序升温,最小检出浓度:鲜烟叶 0.02 mg/kg,干烟叶 0.01 mg/kg,信号响应时间:24.09 min。

1.3.2.4 代森锰锌 鲜烟叶 2.0 g(干烟叶 1.0 g),加入 30 mL 水和 40 mL 2% 氯化亚锡 5 mol/L 盐酸溶液,反应瓶(保证密封)80℃水浴加热 2 h,抽取顶空气体,气相色谱(FPD-S)测定。熔融石英毛细管柱 DB-1(30 m×0.53 mm,0.25 μm),进样口 160℃,检测器 180℃,

柱温 60℃。最低检出浓度:鲜烟叶、干烟叶 0.005 mg/kg,信号响应时间:1.89~1.93 min。

1.3.2.5 三乙磷酸铝 鲜烟叶 20 g(干烟叶 5 g),加入 50 mL 2 mol/L 氢氧化钠溶液,反应瓶(保证密封)80℃水浴加热 2 h,抽取顶空气体,气相色谱(FID 检测器)测定。熔融石英毛细管柱 HP-FFAP(50 m×0.20 mm,0.30 μm),进样口温度 160℃,检测器温度 200℃,柱温 90℃。最低检出浓度:鲜烟叶 0.01 mg/kg,干烟叶 0.05 mg/kg,信号响应时间:21.7~21.9 min。

1.3.3 工作标准曲线

分别用 100 mg/L 的农药标准品溶液,配制成浓度分别为 0.05、0.1、0.5、1.0、5.0、10.0 mg/L 的标准曲线工作溶液,以进样量(ng)为横坐标,对应液(气)相色谱测定峰高(μV)为纵坐标,绘制标准曲线。

1.3.4 添加回收率

分别添加 2 个浓度的 5 种农药标准品工作溶液到鲜烟叶、干烟叶中,每个浓度重复 5 次,按上述方法提取、净化和检测,计算添加回收率。

2 结果与分析

2.1 不同农药在烟叶中的添加回收率

5 种农药在干烟叶、鲜烟叶中添加回收率和相对标准偏差如下。甲霜灵回收率:90.5%~105%和 88.6%~96.6%,相对标准偏差:1.43%~5.43%;烯酰吗啉回收率:92.7%~98.1%和 81.1%~101.9%,相对标准偏差:1.68%~9.30%;霜霉威回收率:80.1%~96.0%和 92.6%~105.1%,相对标准偏差 2.22%~8.22%;代森锰锌回收率:84.8%~96.2%和 88.83~98.1%,相对标准偏差 3.31%~5.43%;三乙磷酸铝回收率:81.8%~86.7%和 87.5%~105.5%,相对标准偏差 1.90%~8.20%。回收率和相对标准偏差均符合农药残留试验的要求<sup>[17]</sup>(表 2)。

表 2 甲霜灵、烯酰吗啉、霜霉威、代森锰锌、三乙磷酸铝在烟叶中添加回收率试验结果

| 农药名称 | 样本 | 添加浓度/<br>(mg/kg) | 回收率/% |       |      |       |      | 平均回收率/% | 相对标准偏差/% |
|------|----|------------------|-------|-------|------|-------|------|---------|----------|
|      |    |                  | 1     | 2     | 3    | 4     | 5    |         |          |
| 甲霜灵  | 鲜叶 | 0.02             | 99.7  | 96.5  | 90.5 | 105   | 101  | 98.54   | 5.43     |
|      |    | 2                | 98.7  | 96.7  | 97.7 | 96.0  | 99.5 | 97.72   | 1.43     |
|      | 干叶 | 0.03             | 96.6  | 89.4  | 90.2 | 95.4  | 94.7 | 93.26   | 3.24     |
|      |    | 2                | 93.7  | 90.5  | 88.6 | 92.8  | 95.9 | 92.30   | 2.83     |
| 烯酰吗啉 | 鲜叶 | 0.01             | 85.7  | 92.7  | 97.7 | 95.8  | 93.5 | 93.08   | 4.57     |
|      |    | 5.0              | 97.3  | 96.4  | 95.8 | 98.1  | 93.7 | 96.26   | 1.68     |
|      | 干叶 | 0.03             | 99.7  | 101.9 | 98.1 | 93.6  | 90.8 | 96.82   | 4.54     |
|      |    | 5.0              | 93.7  | 105.1 | 81.1 | 101.6 | 92.6 | 94.82   | 9.30     |

【接下页】

【续表 2】

|       |    |       |       |      |       |      |       |       |      |
|-------|----|-------|-------|------|-------|------|-------|-------|------|
| 霜霉威   | 鲜叶 | 0.005 | 80.1  | 80.5 | 92.0  | 84.2 | 96.0  | 86.56 | 8.22 |
|       |    | 5     | 91.0  | 88.2 | 93.5  | 90.9 | 92.6  | 91.24 | 2.22 |
|       | 干叶 | 0.01  | 83.8  | 82.5 | 87.2  | 89.6 | 90.2  | 86.66 | 3.95 |
|       |    | 5     | 89.0  | 83.7 | 95.2  | 88.6 | 90.9  | 89.48 | 4.65 |
| 代森锰锌  | 鲜叶 | 0.005 | 93.3  | 96.2 | 84.8  | 90.8 | 92.7  | 91.57 | 4.25 |
|       |    | 5.0   | 84.9  | 92.4 | 95.9  | 87.8 | 90.6  | 90.33 | 4.22 |
|       | 干叶 | 0.005 | 92.2  | 89.8 | 93.9  | 98.1 | 96.6  | 94.12 | 3.31 |
|       |    | 5.0   | 92.6  | 94.3 | 96.1  | 83.8 | 85.7  | 90.49 | 5.43 |
| 三乙磷酸铝 | 鲜叶 | 0.01  | 81.8  | 84.1 | 83.6  | 86.7 | 85.8  | 84.40 | 1.92 |
|       |    | 1.0   | 86.5  | 87.2 | 82.3  | 85.8 | 84.9  | 85.34 | 1.90 |
|       | 干叶 | 0.05  | 96.4  | 90.2 | 92.0  | 98.2 | 100.9 | 95.54 | 4.40 |
|       |    | 1.0   | 105.5 | 88.9 | 101.8 | 90.6 | 87.5  | 94.86 | 8.20 |

## 2.2 不同药剂在烟叶中的消解动态

试验结果表明,由于农药含量和施用剂量不同,施药后烟叶的农药原始沉积量差异较大,为 20.5 ~ 104.9 mg/kg。但 5 种农药烟叶中的降解速度较快,3 d 时消解率接近或超过 50%,14 d 时消解率接近或超过 90%,半衰期为 0.7 ~ 3.2 d,其中霜霉威、甲霜灵降解最快,烯酰吗啉和三乙磷酸铝降解稍慢(表 3、图 1~5)。

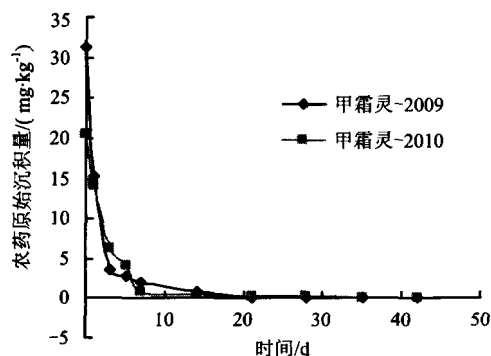


图 1 甲霜灵降解曲线图

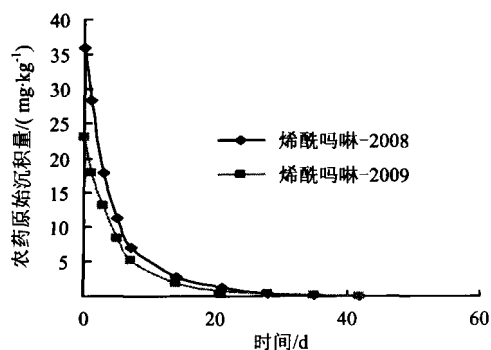


图 2 烯酰吗啉降解曲线图

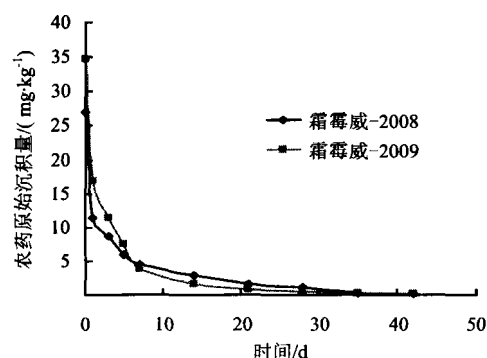


图 3 霜霉威降解曲线图

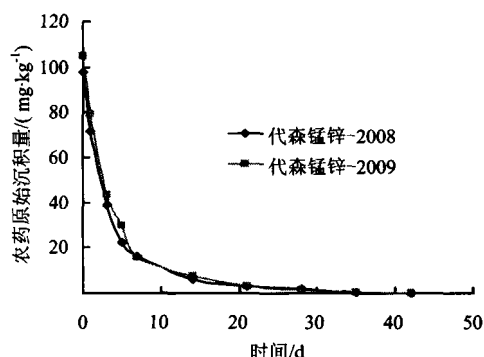


图 4 代森锰锌降解曲线图

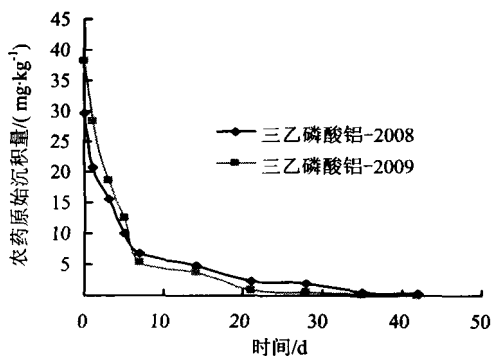


图 5 三乙磷酸铝降解曲线图

表 3 甲霜灵、烯酰吗啉、霜霉威、代森锰锌、三乙膦酸铝在烟叶中的消解动态试验结果

| 取样<br>时间 | 甲霜灵                       |           |                            |           | 烯酰吗啉                        |           |                             |           |
|----------|---------------------------|-----------|----------------------------|-----------|-----------------------------|-----------|-----------------------------|-----------|
|          | 2009                      |           | 2010                       |           | 2008                        |           | 2009                        |           |
|          | 残留量<br>/(mg/kg)           | 消解率<br>/% | 残留量<br>/(mg/kg)            | 消解率<br>/% | 残留量<br>/(mg/kg)             | 消解率<br>/% | 残留量<br>/(mg/kg)             | 消解率<br>/% |
| 1 小时     | 31.24                     | —         | 20.50                      | —         | 35.91                       | —         | 22.98                       | —         |
| 1 天      | 15.20                     | 51.27     | 14.21                      | 30.68     | 28.34                       | 21.08     | 17.95                       | 21.89     |
| 3 天      | 3.664                     | 88.26     | 6.264                      | 69.44     | 17.83                       | 50.35     | 13.14                       | 42.82     |
| 5 天      | 2.776                     | 91.10     | 4.214                      | 79.46     | 11.21                       | 68.78     | 8.30                        | 63.88     |
| 7 天      | 2.020                     | 93.53     | 0.820                      | 96.00     | 6.96                        | 80.62     | 5.08                        | 77.89     |
| 14 天     | 0.783                     | 97.49     | 0.443                      | 97.84     | 2.77                        | 92.29     | 1.82                        | 92.08     |
| 21 天     | 0.068                     | 99.78     | 0.313                      | 98.47     | 1.32                        | 96.32     | 0.66                        | 97.13     |
| 28 天     | 0.034                     | 99.89     | 0.234                      | 98.86     | 0.29                        | 99.19     | 0.36                        | 98.43     |
| 35 天     | ND                        | —         | 0.088                      | 99.57     | 0.17                        | 99.53     | 0.11                        | 99.52     |
| 42 天     | ND                        | —         | 0.017                      | 99.92     | 0.07                        | 99.81     | 0.04                        | 99.83     |
| 消解方程     | $C_T = 102.36e^{-0.948T}$ |           | $C_T = 37.687e^{-0.5704T}$ |           | $C_T = 26.49e^{-0.147277T}$ |           | $C_T = 18.308e^{-0.14739T}$ |           |
| 相关系数     | R = -0.9428               |           | R = -0.9876                |           | R = -0.99416                |           | R = -0.9966                 |           |
| 半衰期      | $T_{1/2} = 0.73$ 天        |           | $T_{1/2} = 1.22$ 天         |           | $T_{1/2} = 2.64$ 天          |           | $T_{1/2} = 3.16$ 天          |           |

| 取样<br>时间 | 霜霉威                         |           |                             |           | 代森锰锌                     |           |                          |           |
|----------|-----------------------------|-----------|-----------------------------|-----------|--------------------------|-----------|--------------------------|-----------|
|          | 2008                        |           | 2009                        |           | 2008                     |           | 2009                     |           |
|          | 残留量<br>/(mg/kg)             | 消解率<br>/% | 残留量<br>/(mg/kg)             | 消解率<br>/% | 残留量<br>/(mg/kg)          | 消解率<br>/% | 残留量<br>/(mg/kg)          | 消解率<br>/% |
| 1 小时     | 26.92                       | —         | 34.77                       | —         | 97.80                    | —         | 104.9                    | —         |
| 1 天      | 11.46                       | 57.2      | 16.93                       | 51.3      | 71.36                    | 27.04     | 79.12                    | 24.49     |
| 3 天      | 8.71                        | 61.2      | 11.42                       | 67.1      | 39.02                    | 60.10     | 43.53                    | 58.45     |
| 5 天      | 5.87                        | 73.7      | 7.51                        | 78.4      | 22.22                    | 77.29     | 29.56                    | 71.78     |
| 7 天      | 4.42                        | 80.4      | 3.91                        | 88.8      | 15.90                    | 83.74     | 15.43                    | 85.27     |
| 14 天     | 2.91                        | 87.1      | 1.62                        | 93.7      | 6.25                     | 93.61     | 7.75                     | 92.61     |
| 21 天     | 1.56                        | 92.9      | 0.87                        | 97.4      | 3.04                     | 96.89     | 2.82                     | 97.31     |
| 28 天     | 1.13                        | 95.1      | 0.41                        | 98.7      | 1.93                     | 98.03     | 1.65                     | 98.43     |
| 35 天     | 0.27                        | 99.1      | 0.30                        | 98.9      | 0.51                     | 99.47     | 0.62                     | 99.40     |
| 42 天     | 0.14                        | 99.5      | 0.22                        | 99.2      | 0.10                     | 99.90     | 0.19                     | 99.81     |
| 消解方程     | $C_T = 20.126e^{-0.08887T}$ |           | $C_T = 31.181e^{-0.14544T}$ |           | $C_T = 64.0e^{-0.1458T}$ |           | $C_T = 68.5e^{-0.1352T}$ |           |
| 相关系数     | R = -0.95371                |           | R = -0.97892                |           | R = -0.98717             |           | R = -0.98559             |           |
| 半衰期      | $T_{1/2} = 0.77$ 天          |           | $T_{1/2} = 0.88$ 天          |           | $T_{1/2} = 1.94$ 天       |           | $T_{1/2} = 1.84$ 天       |           |

| 取样<br>时间 | 三乙膦酸铝                      |                 |                            |                 |
|----------|----------------------------|-----------------|----------------------------|-----------------|
|          | 2008                       |                 | 2008                       |                 |
|          | 残留量<br>/(mg/kg)            | 残留量<br>/(mg/kg) | 残留量<br>/(mg/kg)            | 残留量<br>/(mg/kg) |
| 1 小时     | 29.73                      | —               | 38.14                      | —               |
| 1 天      | 20.77                      | 30.14           | 28.33                      | 25.79           |
| 3 天      | 15.53                      | 47.76           | 18.58                      | 51.32           |
| 5 天      | 9.96                       | 66.50           | 12.53                      | 67.18           |
| 7 天      | 6.84                       | 76.99           | 5.35                       | 85.98           |
| 14 天     | 4.8                        | 83.85           | 3.69                       | 90.33           |
| 21 天     | 2.33                       | 92.16           | 0.96                       | 97.48           |
| 28 天     | 1.94                       | 93.47           | 0.61                       | 98.40           |
| 35 天     | 0.51                       | 98.28           | 0.18                       | 99.52           |
| 42 天     | 0.38                       | 98.72           | ND                         | —               |
| 消解方程     | $C_T = 20.189e^{-0.1044T}$ |                 | $C_T = 28.437e^{-0.1449T}$ |                 |
| 相关系数     | R = -0.98429               |                 | R = -0.98733               |                 |
| 半衰期      | $T_{1/2} = 3.14$ 天         |                 | $T_{1/2} = 2.44$ 天         |                 |

注:检测结果为 3 重复小区的平均结果,ND 表示未检出。

2.3 不同药剂在烟叶中的最终残留结果与限量水平比较

GAP 田间试验结果表明,不同剂量、次数、采收间隔的试验处理,烟叶中农药残留量有较大差异。按照推荐的剂量和常规次数施药处理的烟叶中农药残留量较低,按照 1.5 倍推荐剂量和常规多 1 次处理的烟叶中农药残留量较高。在烟叶生产中应该尽量避免超量用药,一方面可以延缓农药抗药性,另一方面降低农药残留量,提高烟叶质量安全。

甲霜灵、烯酰吗啉、代森锰锌(以 CS<sub>2</sub> 计)3 种农药的 CORESTA 指导性残留限量分别为 2、2、5 mg/kg<sup>[18]</sup>。从试验结果看,末次施药后 7 d,烟叶中农药残留量大高于限量指标;末次施药 14 d 后,不同处理的烟叶

农药残留量基本降解到限量水平;21 d 后,大部分试验处理的残留数据低于残留限量。

2.4 不同因子对残留量的影响

5 种农药的剂量、次数、采收时间等不同因子方差分析结果表明(表 5),烟叶中甲霜灵、代森锰锌、三乙磷酸铝 3 种农药残留量受采收时间影响较大,在生产中应该提倡尽早用药,通过延长采收间隔期来控制农药残留量。烟叶中烯酰吗啉、代森锰锌的农药残留量受施药剂量影响较大,施药次数与残留量之间的相关性不显著,生产中应严格控制施药剂量,在病害高发地块可以适当增加施药次数。施药次数和剂量都可以对烟叶中甲霜灵、霜霉威、三乙磷酸铝的残留量造成较大影响,生产中应该控制施药剂量和施药次数。

表 4 甲霜灵、烯酰吗啉、霜霉威、代森锰锌、三乙磷酸铝在烟叶中最终残留试验结果

| 农药名称            | 剂量/<br>(g/667m <sup>2</sup> ) | 次数 | 不同采收间隔期的烟叶农药残留量/(mg/kg) |       |       |       |       |       |
|-----------------|-------------------------------|----|-------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|
|                 |                               |    | 7 天                     |       | 14 天  |       | 21 天  |       |
|                 |                               |    | 第 1 年                   | 第 2 年 | 第 1 年 | 第 2 年 | 第 1 年 | 第 2 年 |
| 甲霜灵 25% WP      | 100                           | 3  | 3.10                    | 3.92  | 0.51  | 1.10  | 0.37  | 0.12  |
|                 | 100                           | 4  | 4.13                    | 5.16  | 0.67  | 0.91  | 0.70  | 0.37  |
|                 | 150                           | 3  | 6.09                    | 2.78  | 1.73  | 2.14  | 1.20  | 2.15  |
|                 | 150                           | 4  | 6.25                    | 6.12  | 3.14  | 2.66  | 1.38  | 2.37  |
| 烯酰吗啉<br>50% WP  | 40                            | 3  | 2.82                    | 1.05  | 2.46  | 0.79  | 1.43  | 0.57  |
|                 | 40                            | 4  | 3.23                    | 1.11  | 2.60  | 1.02  | 1.83  | 0.63  |
|                 | 60                            | 3  | 4.29                    | 4.11  | 3.73  | 3.12  | 3.69  | 1.45  |
|                 | 60                            | 4  | 4.58                    | 4.18  | 4.15  | 3.93  | 3.72  | 2.06  |
| 霜霉威<br>72.2% AS | 108                           | 3  | 1.03                    | 0.80  | 0.96  | 0.61  | 0.37  | 0.09  |
|                 | 108                           | 4  | 2.18                    | 3.28  | 1.69  | 0.85  | 1.21  | 0.53  |
|                 | 161                           | 3  | 2.97                    | 1.45  | 2.29  | 1.23  | 1.22  | 0.72  |
|                 | 161                           | 4  | 5.47                    | 2.61  | 3.91  | 2.32  | 3.04  | 1.82  |
| 代森锰锌<br>80% WP  | 175                           | 3  | 20.06                   | 24.48 | 6.13  | 15.00 | 2.94  | 3.33  |
|                 | 175                           | 4  | 20.31                   | 25.17 | 6.94  | 17.06 | 3.81  | 5.25  |
|                 | 262                           | 3  | 24.44                   | 39.50 | 9.25  | 25.25 | 5.63  | 7.03  |
|                 | 262                           | 4  | 26.44                   | 73.25 | 9.50  | 25.50 | 7.88  | 8.00  |
| 三乙磷酸铝<br>80% WP | 400                           | 3  | 4.88                    | 2.31  | 0.67  | 1.21  | < LOD | < LOD |
|                 | 400                           | 4  | 8.20                    | 10.24 | 0.88  | 1.31  | < LOD | 0.59  |
|                 | 600                           | 3  | 10.38                   | 10.43 | 0.98  | 1.54  | < LOD | 0.61  |
|                 | 600                           | 4  | 10.42                   | 28.77 | 2.32  | 2.08  | 0.56  | 0.69  |

注: \* < LOD: 小于方法最低检出量;检测数据为 3 个重复小区的平均值。

表 5 单因子、复合因子对残留量影响随机区组方差分析结果

| 因子      | 甲霜灵   |       | 烯酰吗啉  |       | 霜霉威   |       | 代森锰锌  |       | 三乙磷酸铝 |       |
|---------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|         | F 值   | P 值   | F 值   | P 值   | F 值   | P 值   | F 值   | P 值   | F 值   | P 值   |
| 剂量      | 18.45 | 0.001 | 23.51 | 0.001 | 12.89 | 0.004 | 3.914 | 0.071 | 4.244 | 0.062 |
| 次数      | 4.807 | 0.049 | 0.529 | 0.481 | 12.43 | 0.004 | 0.672 | 0.428 | 3.129 | 0.102 |
| 天数      | 46.96 | 0.001 | 3.296 | 0.072 | 4.732 | 0.031 | 10.81 | 0.002 | 17.99 | 0.001 |
| 剂量 * 次数 | 0.582 | 0.460 | 0.039 | 0.847 | 0.628 | 0.443 | 0.342 | 0.569 | 0.219 | 0.648 |
| 剂量 * 天数 | 0.118 | 0.890 | 0.202 | 0.820 | 0.044 | 0.957 | 0.981 | 0.403 | 2.996 | 0.088 |
| 次数 * 天数 | 1.245 | 0.323 | 0.020 | 0.980 | 0.617 | 0.556 | 0.326 | 0.728 | 2.235 | 0.150 |

### 3 结论与讨论

团棵-现蕾期为烟草黑胫病发生高峰期,如果严格按照推荐用量和常规次数使用农药,到下部烟叶成熟采收时,安全间隔期一般超过 21 d,采收的烟叶中残留量较低,残留量大多低于 CORESTA 指导性残留限量要求<sup>[18]</sup>。

本试验对烟叶中甲霜灵、烯酰吗啉、霜霉威、代森锰锌、三乙磷酸铝的农药残留分析方法进行了研究和完善,检测方法符合残留分析的要求,为烟叶中相关农药残留检测方法提供了技术借鉴。

本试验田间设计为 5 种农药的 GAP 田间试验,残留试验结果可以作为制定烟叶中相关农药残留限量的参考依据。由于产地自然条件的不同,残留试验结果有一定的局限性,年度和地区间的差异可以进一步深入研究。

### 参考文献

- [1] van Breda de Haan. De Bibitziekte in de deli-tabakveroorzaakt door *Phytophthora nicotianae* Mded[J]. Slands Plentuim, 1896, 15:1-107.
- [2] 陈瑞泰,朱贤朝,王智发,等. 全国 16 个主产烟省(区)烟草侵染性病害调研报告[J]. 中国烟草科学, 1997, (4): 1-7.
- [3] 方敦煌,白万明,李天飞. 烟草病害防治的问题与对策[J]. 植物医生, 1998, 11(1):32-33.
- [4] 王静,孔凡玉. 烟草黑胫病综合防治技术[J]. 烟草科技, 2002 (8):45-47.
- [5] 王志愿,姜清治,霍沁建. 烟草黑胫病的研究进展[J]. 中国农学通报, 2010(21):250-255.
- [6] 万能,肖崇刚. 烟草黑胫病的综合防治及其研究进展[J]. 广西农业科学, 2003(2):42-44.
- [7] 曹爱华,李义强,孙惠青. 烟草及土壤中精甲霜灵残留分析方法和降解规律研究[J]. 中国烟草科学 2007, (3):35-37.
- [8] 张文斌,冯光泉,曾鸿超. 三七及栽培土壤中烯酰吗啉残留降解动态研究[J]. 中草药, 2009(5):809-811.
- [9] 马佰慧,秦志伟,谭行之. 利用气相色谱检测黄瓜果实中霜霉威的残留量[J]. 长江蔬菜(学术版), 2010(20):51-53.
- [10] 李飞飞,黄荣茂,胡德禹. 气相色谱测定土壤中霜霉威的残留[J]. 农药, 2010(2):131-132.
- [11] 王莹,牛森,王勇. 气质联用快速检测蔬菜中农药多残留[J]. 农药, 2006, 45(9): 219-220.
- [12] 王艳丽,陈武瑛,廖晓兰. 代森锰锌残留分析研究进展[J]. 现代农业科技, 2010(21):195-196.
- [13] 秦冬梅,徐应明,黄永春. 代森锰锌及其代谢物乙撑硫脲在马铃薯和土壤中的残留动态[J]. 环境化学, 2008(3): 305-308.
- [14] 孙立荣,迟志娟. 气相色谱法测定苹果中三乙磷酸铝残留[J]. 农药, 2009(10):747-748.
- [15] 迟志娟. 三乙磷酸铝和甲氨基阿维菌素苯甲酸盐在果蔬中残留检测方法研究[D]. 中国优秀硕士学位论文全文数据库, 2009.
- [16] 中华人民共和国国家标准. 烟草及烟草制品 拟除虫菊酯杀虫剂、有机磷杀虫剂、含氮农药残留量的测定(GB/T13595-2004) [S]. 中国标准出版社, 2004.
- [17] 中华人民共和国农业行业标准. 农药残留试验准则(NY/T 788-2004)[S]. 北京:中国农业出版社, 2004.
- [18] The concept and implementation of agrochemical guidance residue level. CORESTA guidance No. 1, 2008.