

噻菌茂在烟叶和土壤中的残留消解动态及安全性评价

王秀国, 张 倩, 徐金丽, 徐光军, 郑 晓, 孙惠青, 李义强 *

(中国农业科学院烟草研究所, 青岛 266101)

摘 要:为明确噻菌茂在烟草上使用后的环境安全性,建立了烟叶和土壤中噻菌茂残留的检测方法,并在山东和湖南两地开展了为期两年的噻菌茂在烟叶及其土壤中的消解动态和最终残留研究。结果表明,采用甲醇/水(70:30, V:V)提取,石油醚、二氯甲烷萃取,佛罗里硅土净化,高效液相色谱(HPLC-UV)测定,在 0.01~5.0 mg·kg⁻¹ 添加水平下,噻菌茂在鲜烟叶、干烟叶和土壤中的平均回收率分别为 90.50%~93.84%、88.19%~91.90%和 88.34%~93.04%,相对标准偏差(RSD)分别为 1.72%~2.79%、1.83%~4.13%、2.00%~2.71%。噻菌茂的最小检出量为 1.4×10⁻¹² g,最低检出浓度分别为:鲜烟叶 0.01 mg·L⁻¹,干烟叶 0.01 mg·L⁻¹,土壤 0.005 mg·L⁻¹。田间试验结果表明,噻菌茂在烟叶和土壤中消解较快,半衰期分别为 2.85~3.44 d 和 2.77~3.26 d。噻菌茂可湿性粉剂按有效成分 250 g·hm⁻² (推荐高剂量)和 375 g·hm⁻² (1.5 倍推荐高剂量)于烟草旺长期-成熟期兑水施药 3~4 次,烟叶中噻菌茂最终残留量随采收间隔时间的延长而呈递减趋势,距末次施药后间隔 7 d 采收的烟叶中噻菌茂的残留量为 1.102~4.230 mg·kg⁻¹,21 d 残留量降为 0.082~1.813 mg·kg⁻¹;而土壤中噻菌茂最终残留量均未检出(≤0.005 mg·kg⁻¹)。

关键词:噻菌茂;烟叶;土壤;残留;消解动态

中图分类号:X592 **文献标志码:**A **文章编号:**1672-2043(2012)11-2180-06

Residue Dynamics and Safety Evaluation of Saijunmao in Tobacco Leaves and Soil

WANG Xiu-guo, ZHANG Qian, XU Jin-li, XU Guang-jun, ZHENG Xiao, SUN Hui-qing, LI Yi-qiang*

(Tobacco Research Institute of Chinese Academy of Agricultural Sciences, Qingdao 266101, China)

Abstract: To assess the environmental safety of applications of fungicide saijunmao in tobacco, the analytical method and residue dynamics as well as final residues in tobacco and soil were investigated. Tobacco-leaf and soil samples were extracted with methanol/water(70:0, V:V). The extract was partitioned with petroleum ether and dichloromethane successively, and cleaned up on a florisil column with an dichloromethane-methanol mixture(1:1) before its determination by high performance liquid chromatography(HPLC) equipped with an ultraviolet(UV) detector. The average recoveries at spiked levels of 0.01~5.0 mg·kg⁻¹ ranged from 90.50%~93.84% for green tobacco leaf, 88.19%~91.90% for dried tobacco leaf and 88.34%~93.04% for soil, with relative standard deviations(RSD) of 1.72%~2.79%, 1.83%~4.13% and 2.00%~2.71%, respectively. The limit of detection(LOD) was 1.4×10⁻¹² g, while the limit of quantification(LOQ) were determined as 0.01 mg·L⁻¹ for green tobacco leaf, 0.01 mg·L⁻¹ for dried tobacco leaf and 0.005 mg·L⁻¹ for soil, respectively. Results of saijunmao degradation dynamics showed that half-life values($T_{1/2}$) were 2.85~3.44 d in green tobacco leaves and 2.77~3.26 d in soil, respectively. The final residues of saijunmao in dried tobacco leaves and soil were determined after the third and fourth application at levels of 250 g·a.i.·hm⁻² and 375 g·a.i.·hm⁻². The final residues were 1.102~4.230 mg·kg⁻¹ 7 days and 0.082~1.813 mg·kg⁻¹ 21 days after the last application in dried tobacco leaves. Meanwhile, the residues in soil were not detected.

Keywords: saijunmao; tobacco; residue; degradation dynamics

收稿日期:2012-05-21

基金项目:国家烟草专卖局重点项目(TS-06-20110039, 110200902073);中央级公益性科研院所基本科研业务费专项(2012ZL056)

作者简介:王秀国(1980—),男,助理研究员,研究方向为农药残留、农药生态毒理。E-mail:xiuguowang@163.com

* 通信作者:李义强 E-mail:liyiqiang1008@163.com

噻菌茂(benzoic acid-1,3-dithiolan-2-ylidenehydrazide), 商品名青枯灵, 化学名称 2-苯甲酰肼叉-1,3-二噻茂烷, 是我国自主研制的噻唑类杀菌剂, 具有内吸、预防和治疗作用。噻菌茂广谱、高效、持效期长, 对水稻、烟草青枯病防效显著, 此外对水稻条斑病^[1]、烟草野火病、角斑病, 茄类青枯病也具有良好防治效果^[2]。噻菌茂已经被广泛应用于烟田防治由烟草青枯病菌(*Ralstonia solanacearum*)引起的烟草青枯病。该病是威胁世界烟草生产的一大毁灭性病害^[3], 在中国南方烟区普遍发生, 其中以福建、湖南、四川、贵州及广西为害严重, 个别年份常常暴发流行, 造成毁灭性损失。

目前, 国内外对噻菌茂的残留分析方法主要为液相色谱法^[4-5], 关于噻菌茂残留的研究则主要针对水稻作物, 未见后续有关其在烟草和其他作物上的残留分析方法和环境行为的研究报道。本研究建立了一种简单有效的测定噻菌茂在烟叶及其土壤中残留量的方法, 并采用所建立的方法研究了噻菌茂在烟叶及其土壤中的残留消解动态和最终残留量, 所得结果对评价噻菌茂的生态环境效应和建立噻菌茂在烟草上的合理使用准则提供重要科学依据。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

Waters 2695 液相色谱仪, 带紫外检测器(UV)(美国 Waters 公司); BSA323S 型千分之一电子天平(瑞士 Sartorius 公司); BSA323 型万分之一电子天平(瑞士 Sartorius 公司); BLUD PARD WSZ-200A 型回旋式振荡器(上海一恒科技有限公司); Advantage 系列旋转蒸发仪(德国 Heidolph 公司); T-25 basic ULTRA-TURRAX 高速植物组织捣碎机(德国 IKA 公司)。

噻菌茂原药(纯度>93.5%)及 20%可湿性粉剂(WP)由温州鹿城植保化学公司提供。甲醇为色谱纯, 其余试剂均为分析纯, 其中石油醚、二氯甲烷用前经重蒸处理。所有用水均为蒸馏水。

1.2 田间试验设计

试验于 2010—2011 年, 分别在山东省青岛市和湖南省长沙市进行, 田间试验方案设计按照《农药合理使用准则》^[6]进行。试验作物为烟草(中烟 100)。试验药剂为噻菌茂 20%可湿性粉剂。试验地每小区 30 m², 重复 3 次, 每 666.7 m² 用水量 50 kg。种植密度为: 1.1 m×0.5 m。小区按照浓度由低到高排列, 小区之间设保护行, 并设空白对照。

1.2.1 消解动态试验

20%噻菌茂可湿性粉剂按有效成分 375 g·hm⁻² (1.5 倍推荐高剂量) 兑水于烟草旺长—现蕾期施药 1 次。分别于施药后 2 h 及 1、3、7、14、21、28、35、42 d 随机采集烟株上、中、下各部位烟叶, 每小区每次采集烟叶不少于 50 片, 切碎缩分, 留样 200 g 于-20℃保存。同时按“S 型取样法”采集 0~10 cm 深土样, 每小区每次采集土样不少于 10 个点, 采样量不少于 1 kg, 筛分, 留样 300 g 于-20℃保存待测。同步采集烟叶及土壤空白样品作为对照。

1.2.2 最终残留试验

20%噻菌茂可湿性粉剂按有效成分 250 g·hm⁻² (推荐高剂量) 和 375 g·hm⁻² (1.5 倍推荐高剂量) 兑水于烟株旺长—成熟期开始第一次施药, 分别施药 3~4 次, 施药间隔期为 7 d。分别于最后一次施药后 7、14、21 d 采集各部位烟叶, 每处理采样量不少于 100 片, 三段式工艺正常烘烤, 粉碎筛分, 留样 200 g, -20℃保存; 同时采集 0~15 cm 深土样, 采样量不少于 1 kg, 筛分, 留样 300 g 于-20℃保存。同步采集烟叶和土壤空白样品作为对照。

1.3 分析方法

1.3.1 提取

烟叶样品: 分别称取经过处理的鲜烟叶样品 20.0 g、干烟叶样品 4.0 g 于 250 mL 磨口三角瓶内, 加入 80 mL 甲醇/水(7:3, V/V)振荡提取 1 h, 过滤, 准确量取 40 mL 滤液于 250 mL 分液漏斗中, 加入 20 mL 10%氯化钠溶液, 依次用 40、30、30 mL 石油醚萃取, 弃去石油醚层, 然后依次用 40、30、20 mL 二氯甲烷萃取, 合并二氯甲烷萃取液于 150 mL 平底烧瓶中, 45℃浓缩近干, 2 mL 二氯甲烷溶解待净化。

土壤样品: 准确称取 20.0 g 土壤样品于 250 mL 磨口三角瓶内, 加入 80 mL 甲醇/水(7:3, V/V)振荡提取 1 h, 过滤, 准确量取 40 mL 滤液于 250 mL 分液漏斗中, 加入 20 mL 10%氯化钠溶液, 依次用 40、30、20 mL 二氯甲烷萃取, 合并二氯甲烷萃取液于 150 mL 平底烧瓶中, 45℃浓缩近干, 2 mL 甲醇定容, 过 0.22 μm 滤膜待测定。

1.3.2 净化

弗罗里硅土柱(1 g/6 mL), 用 5 mL 二氯甲烷/甲醇(1:1, V:V)预淋, 弃去预淋液, 加样, 然后加入 12 mL 二氯甲烷/甲醇(1:1, V:V)淋洗, 收集流出液, 45℃浓缩近干, 2 mL 甲醇定容, 过 0.22 μm 滤膜待测定。

1.3.3 仪器条件

Waters 2695 液相色谱仪,带紫外检测器(UV);色谱柱 Waters SunFire™-C18 (5.0 μm,4.6 mm×250 mm);流动相为甲醇:水(60:40,V:V),流速 0.5 mL·min⁻¹;柱温 30 ℃;检测波长 280 nm;进样量 10 μL。在此条件下,噻菌茂的保留时间为 16.4 min。

1.3.4 标准曲线绘制

采用外标法定量。准确称取 0.01 g(±0.7 mg)噻菌茂原药,用甲醇溶解并定容至 100 mL,再用甲醇逐级稀释配制质量浓度分别为 10.0、5.0、1.0、0.5、0.05、0.01 mg·L⁻¹ 的标准工作溶液,按 1.3.3 节条件进行测定,重复 3 次。以进样浓度为横坐标、色谱峰面积为纵坐标绘制标准曲线。

1.3.5 添加回收率试验

对空白鲜烟叶、干烟叶和土壤样品分别添加 3 个不同水平(0.01、0.1、5.0 mg·kg⁻¹)的噻菌茂标准工作溶液,按 1.3.1、1.3.2 和 1.3.3 节方法进行分析。每个浓度重复 5 次。

2 结果与讨论

2.1 线性范围及检出限

噻菌茂标准溶液在 0.01~10.0 mg·L⁻¹ 浓度范围内峰面积(y)与进样浓度(x)呈线性相关,回归方程为 $y=64\ 171x+499.42$, $R^2=0.999\ 6$ 。该方法噻菌茂的最小检出量为 1.4×10^{-12} g,最低检出浓度为:鲜烟叶 0.01 mg·L⁻¹、干烟叶 0.01 mg·L⁻¹、土壤 0.005 mg·L⁻¹。

2.2 方法的准确度与精密度

噻菌茂回收率结果见表 1,典型谱图见图 1。在 0.01~5.0 mg·kg⁻¹ 添加水平下,鲜烟叶中噻菌茂的平均回收率为 90.50%~93.04%,相对标准偏差(RSD)为 1.72%~2.81%;干烟叶中噻菌茂的平均回收率为

88.19%~91.90%,RSD 为 1.83%~4.13%;土壤中噻菌茂的平均回收率为 88.34%~93.04%,RSD 为 2.01%~2.71%。均符合农药残留试验准则要求。

2.3 噻菌茂在烟叶及土壤中的消解动态

20%噻菌茂可湿性粉剂按有效成分 375 g·hm⁻² 兑水于烟草旺长-现蕾期施药 1 次,施药后噻菌茂在烟叶和土壤中的残留消解动态分别见图 2 和图 3。山东、湖南两年两地烟叶中噻菌茂的原始沉积量为 12.398~18.075 mg·kg⁻¹;施药 3 d 后,噻菌茂在烟叶中的残留量为 5.431~8.269 mg·kg⁻¹,消解率均超过 50%;14 d 后,消解率均超过 90%。山东、湖南两年两地土壤中噻菌茂的原始沉积量为 0.057~0.144 mg·kg⁻¹;施药 3 d 后,土壤中噻菌茂残留量为 0.032~0.047 mg·kg⁻¹;14 d 后,消解率均超过 90%;21 d 后,两年两地土壤中噻菌茂的残留量均未检出(≤0.005 mg·kg⁻¹)。

动力学方程拟合结果(表 2)表明,烟叶及其土壤中噻菌茂的消解符合一级动力学特征。山东、湖南两年两地烟叶中噻菌茂的半衰期为 2.85~3.44 d,土壤中的半衰期为 2.77~3.26 d。根据我国农药在土壤中的降解等级划分标准^[7],噻菌茂属于易降解农药。赵卫星等^[8]研究了噻菌茂在水稻中的降解与残留行为,发现噻菌茂在水稻植株中的降解半衰期为 2.3~2.6 d,在土壤中的降解半衰期为 4.4~4.5 d。与之相比,噻菌茂在烟叶中的半衰期较水稻植株中的半衰期长,在土壤中的半衰期较水稻田土壤的半衰期短,但总体结果显示,噻菌茂消解速率较快。

作为一种内吸性较强的杀菌剂,噻菌茂施用后,会很快被吸收到烟草植株内,并传导到烟叶等部位。烟草植株本身的生长发育及生理生化特性会影响对噻菌茂的吸收传导。光照、温度等物理化学因素也会

表 1 噻菌茂在鲜烟叶、干烟叶和土壤中的添加回收率
Table 1 Recovery of saijunmao in green, dried tobacco leaf and soil samples spiked at different levels

样品	添加水平/ mg·kg ⁻¹	回收率/%					平均 回收率/%	相对标准 偏差/%
		1	2	3	4	5		
鲜烟叶	0.01	96.17	90.47	95.22	92.78	90.55	93.04	2.81
	0.1	92.23	90.65	93.78	94.24	91.10	92.40	1.72
	5.0	88.92	89.87	93.85	89.75	90.12	90.50	2.13
干烟叶	0.01	90.54	91.32	90.47	85.40	83.22	88.19	4.13
	0.1	92.56	94.38	91.45	89.87	91.24	91.90	1.83
	5.0	90.55	93.24	89.78	88.25	86.79	89.72	2.72
土壤	0.01	90.55	93.47	89.54	88.27	87.81	89.93	2.51
	0.1	90.01	92.55	91.43	95.87	95.36	93.04	2.71
	5.0	88.46	85.43	88.32	90.01	89.47	88.34	2.01

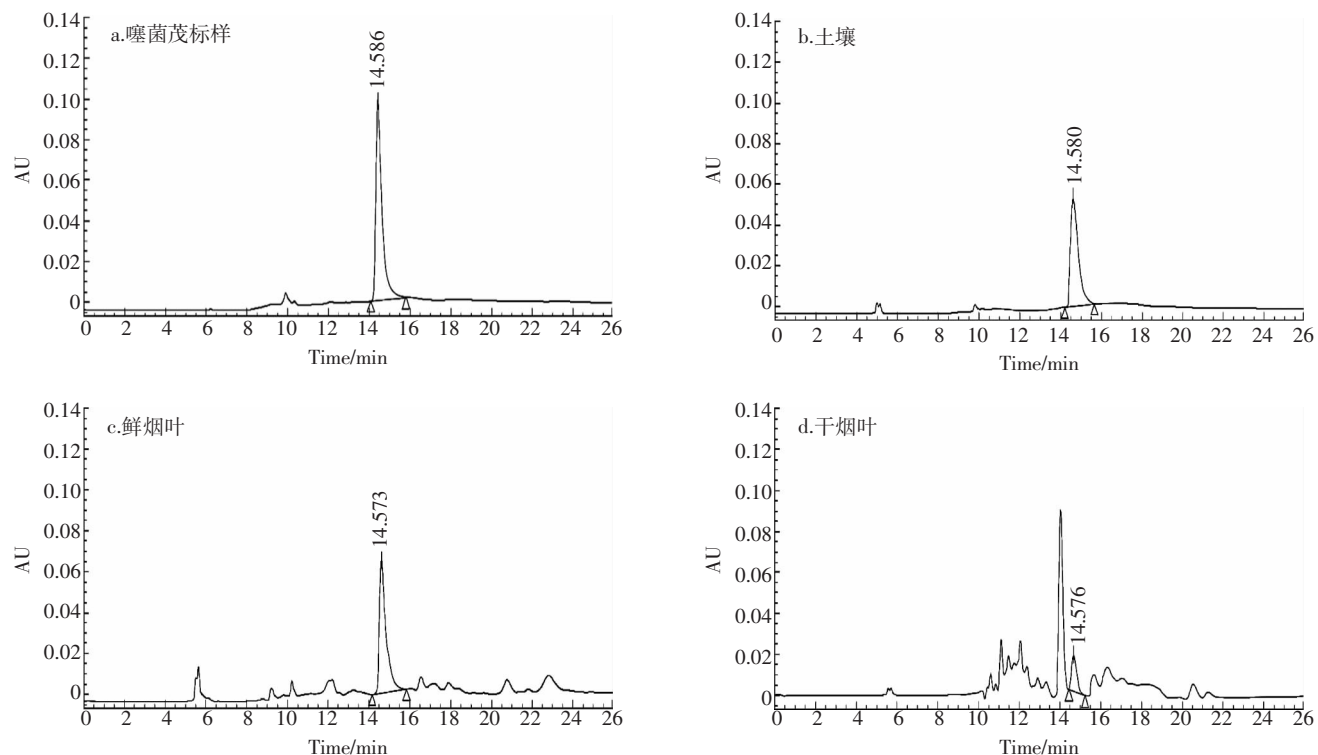


图 1 噻菌茂标样(a)、土壤(b)、鲜烟叶(c)、干烟叶(d)典型色谱图

Figure 1 HPLC chromatograms of (a)saijunmao standard, (b)soil sample, (c)green tobacco leaf sample and (d)dried tobacco leaf sample

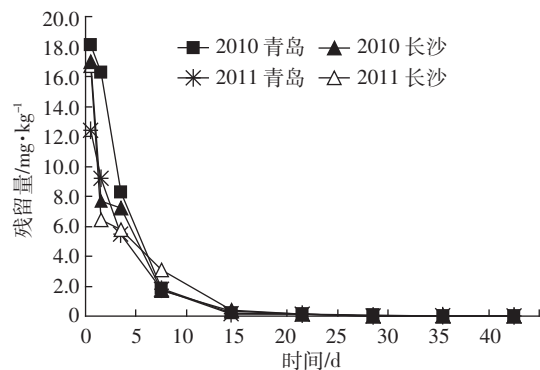


图 2 噻菌茂在烟叶中的残留消解动态

Figure 2 Residue dynamics of saijunmao in tobacco leaves

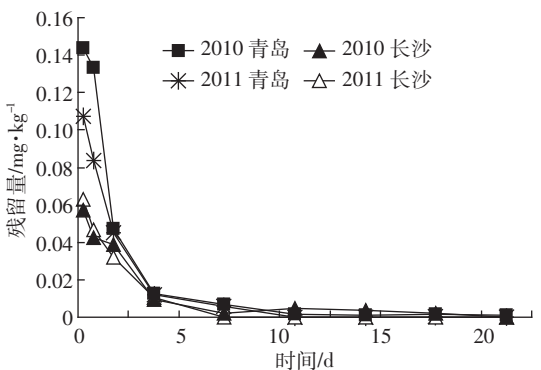


图 3 噻菌茂在土壤中的残留消解动态

Figure 3 Residue dynamics of saijunmao in soil

影响其在烟叶中的残留消解趋势。此外,施药期间烟叶质量和体积迅速增长,其生长稀释因素(growth dilution)在降低烟叶中农药残留量方面也起着重要的作用^[9-10]。土壤中噻菌茂残留量受土壤有机质含量、pH 值、温度、湿度及土壤微生物活性的影响。适宜的 pH 值能够提高微生物活性,从而加速噻菌茂降解,而增加有机质含量也能够提高以有机质作为能源的微生物活性,从而促进了噻菌茂的降解。除此之外,在一定范围内,温度和湿度的提高也能够促进噻菌茂的降解^[11]。山东青岛试验田土壤为棕壤,土壤 pH 值为 6.2,有机质含量 1.05%,而湖南长沙试验田土壤为红

壤,土壤 pH 值为 4.0,有机质含量 2.71%。试验期间青岛平均温度为 22 ℃,而长沙平均温度为 28 ℃。除此之外,试验在 5 至 9 月进行,青岛降雨量较小,而长沙降雨量适中。以上因素均可能导致土壤中噻菌茂降解速率存在差异。

2.4 噻菌茂在烟叶和土壤中的最终残留

20%噻菌茂可湿性粉剂按有效成分 250 g·hm⁻² 和 375 g·hm⁻² 兑水于烟株旺长-成熟期施药 3~4 次,施药间隔期 7 d。噻菌茂在烟叶和土壤中的最终残留结果见表 3。按有效成分 250 g·hm⁻² 施药,距末次施药后 7 d,噻菌茂在烟叶中的残留量高达 1.102~3.436

mg·kg⁻¹, 14 d 时为 0.988~2.752 mg·kg⁻¹, 而在 21 d 时显著降低, 为 0.082~1.813 mg·kg⁻¹。按有效成分 375 g·hm⁻² 施药, 末次施药后 7 d, 噻菌茂在烟叶中残留量为 1.754~4.230 mg·kg⁻¹, 14 d 时为 1.302~2.925 mg·kg⁻¹, 21 d 时残留量降为 0.878~1.793 mg·kg⁻¹。末次施药后 7、14、21 d, 山东、湖南两年两地土壤样品中均未

检出噻菌茂残留。
陈宗懋等^[12]研究发现, 鲜茶叶中残留的农药在加工成茶的过程中, 降解达到 50%~80%。烟草与茶叶一样, 同样为叶用作物, 其加工过程与茶叶相似, 同样需要经过高温过程。在鲜烟叶按照三段式工艺进行烘烤过程中, 残留农药由于挥发和分解, 会影响其在烟叶

表 2 噻菌茂在烟叶和土壤中的残留消解动态方程
Table 2 Dissipation equations of saijunmao in tobacco and soil

样品	年份	地点	消解动态方程	相关系数	半衰期/d
烟叶	2010	山东	$C_t = 12.174e^{-0.201 t}$	0.943 2	3.44
		湖南	$C_t = 10.582e^{-0.210 t}$	0.986 0	3.30
	2011	山东	$C_t = 10.326e^{-0.243 t}$	0.973 0	2.85
		湖南	$C_t = 10.568e^{-0.207 t}$	0.976 4	3.35
土壤	2010	山东	$C_t = 0.120e^{-0.230 t}$	0.906 3	3.00
		湖南	$C_t = 0.061 6e^{-0.250 t}$	0.940 3	2.77
	2011	山东	$C_t = 0.090 4e^{-0.212 t}$	0.934 9	3.26
		湖南	$C_t = 0.063 3e^{-0.250 t}$	0.994 6	2.77

表 3 噻菌茂在烟叶和土壤中的最终残留量
Table 3 Final residue of saijunmao in tobacco and soil

年份	施药量/g·hm ⁻² , a.i.	施药次数	末次施药距采收 间隔期/d	山东/mg·kg ⁻¹		湖南/mg·kg ⁻¹	
				烟叶	土壤	烟叶	土壤
2010	250	3	7	3.021	ND	1.829	ND
			14	2.012	ND	1.321	ND
			21	1.788	ND	0.101	ND
		4	7	3.436	ND	2.038	ND
			14	2.752	ND	1.432	ND
			21	1.813	ND	1.011	ND
	375	3	7	4.230	ND	2.423	ND
			14	2.541	ND	1.514	ND
			21	1.594	ND	0.972	ND
		4	7	4.044	ND	2.657	ND
			14	2.498	ND	2.925	ND
			21	1.336	ND	1.324	ND
2011	250	3	7	1.102	ND	1.294	ND
			14	1.232	ND	1.015	ND
			21	1.355	ND	0.082	ND
		4	7	1.414	ND	2.142	ND
			14	0.988	ND	1.521	ND
			21	0.340	ND	1.024	ND
	375	3	7	2.093	ND	1.754	ND
			14	1.578	ND	1.302	ND
			21	1.793	ND	0.878	ND
		4	7	2.470	ND	2.241	ND
			14	1.547	ND	2.112	ND
			21	1.194	ND	1.125	ND

ND: 未检出(Not detected)。

中的最终残留量。除此之外,烟叶初烤后并不直接进行卷烟加工,还需经过打叶复烤以及2~3年甚至更长时间的醇化过程。在复烤及醇化过程中,烟叶中的噻菌茂残留将会进一步降低,此阶段的残留降解趋势如何还有待进一步研究。

3 结论

研究建立了采用高效液相色谱(HPLC-UV)测定烟叶和土壤中噻菌茂残留量的分析方法,并研究了其在烟叶及其土壤中的残留消解动态和最终残留。试验结果表明,在 $0.01\sim 5.0\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 的添加水平下,噻菌茂在烟叶和土壤中的平均回收率为 $88.19\%\sim 93.84\%$,相对标准偏差 $1.72\%\sim 4.13\%$,该方法噻菌茂的最小检出量为 $1.4\times 10^{-12}\text{ g}$,最低检出浓度为 $0.01\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ (烟叶)、 $0.005\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ (土壤)。方法的重现性好,操作简便,准确度、精密度及检出限均可满足该农药的残留分析要求。

噻菌茂在烟叶及其土壤中的残留消解均符合一级动力学方程,其在供试两年两地烟叶和土壤中的半衰期分别为 $2.85\sim 3.44\text{ d}$ 和 $2.77\sim 3.26\text{ d}$,说明噻菌茂在烟叶和土壤中消解均较快,属于易降解农药。

以推荐高剂量及1.5倍推荐高剂量,于烟株旺长-成熟期施药3~4次,施药间隔期为7d,距末次施药后间隔7d采收的烟叶中噻菌茂的残留量为 $1.102\sim 4.230\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$,间隔14d的残留量为 $0.988\sim 2.925\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$,21d为 $0.082\sim 1.813\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$,最终残留量随末次施药距采收间隔时间的延长而呈递减趋势。

目前FAO/WHO未对烟草中噻菌茂的最大残留限量(MRL)作出规定,我国也尚未确定噻菌茂在烟草中的MRL值。我国规定噻唑类杀菌剂噻菌灵在香菇上MRL值为 $5.0\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 。参考香菇上噻菌灵MRL值,20%噻菌茂可湿性粉剂按有效成分 $250\text{ g}\cdot\text{hm}^{-2}$ 防治烟草青枯病,灌根或茎基部喷淋3次,最后一次施药距采收期间隔7d时,噻菌茂在烟草上使用是安全的。本研究结果为制定噻菌茂在烟草上的合理使用准则提供了重要科学依据,对有效评价噻菌茂的生态环境效应,保护农业环境,促进农业可持续发展具有重要意义。

参考文献:

- [1] 李颖,张志忠,孙超奇,等.青枯灵防治水稻青枯病效果[J].垦殖与稻作,1996(1):21.
- [2] 覃新导,罗养.青枯灵防治茄子青枯病初步试验[J].热带农业科学,2000(4):20-22.
- [3] 朱贤朝,王彦亭,王智发,等.中国烟草病害[M].北京:中国农业出版社,2002:4.
- [4] 项军,王胜翔,张萍.噻菌茂的高效液相色谱分析[J].农药科学与管理,2012,33(3):37-39.
- [5] 赵卫星,龚道新,杨仁斌,等.水稻中青枯灵残留分析方法研究[J].湖南农业大学学报(自然科学版),2005,31(3):320-323.
- [6] NY/T 788—2004.农药残留试验准则[S].北京:中国农业出版社,2004.
- [7] 国家环境保护总局.化学农药环境安全评价试验准则[Z].北京:国家环境保护总局,2003.
- [8] 赵卫星,杨仁斌,龚道新,等.青枯灵20%WP在水稻上残留行为的研究[J].农业环境科学学报,2005,24(5):1022-1026.
- [9] Gupta M, Sharma A, Shanker A. Dissipation of imidacloprid in orthodox tea and its transfer from made tea to infusion[J]. Food Chemistry, 2008, 106(1):158-164.
- [10] Tewary D K, Kumar V, Ravindranath S D, et al. Dissipation behavior of bifenthrin residues in tea and its brew[J]. Food Control, 2005, 16(3):231-237.
- [11] 李莲芳,李国学,杨仁斌,等.水稻土中广灭灵残留动态及降解影响因素的研究[J].中国生态农业学报,2004,12(3):112-115.
- [12] 陈宗懋,岳瑞芝.化学农药在茶叶中的残留降解规律及茶园用药安全性指标的设计[J].中国农业科学,1983(1):62-70.

LI Ying, ZHANG Zhi-zhong, SUN Chao-qi, et al. Effects of qingkuling