

植物保护

氯噻啉对烟蚜的防治效果和烟叶中农药残留规律研究

李义强^{1,3}, 曹爱华¹, 任广伟¹, 孙惠青¹, 徐金丽¹, 郑晓¹,
徐光军¹, 周显升², 龚道新³

1 中国烟草总公司青州烟草研究所 中国农业科学院烟草研究所, 青岛 266101;

2 山东中烟工业公司技术中心, 济南 250100;

3 湖南农业大学, 长沙 410128

摘要: 为研究 40% 氯噻啉水分散粒剂对烟田烟蚜的防治效果和农药在烟叶中的残留量, 进行了田间药效和残留试验。试验结果表明, 40% 氯噻啉水分散粒剂 16000 倍液对烟蚜有较好的防治效果, 药后第 10 d 防效为 89.83% ~ 96.40%。16000 倍和 12000 倍液喷雾 4 ~ 5 次, 最后 1 次施药后, 烟叶中残留量 7 d 时为 0.008 ~ 0.307 mg/kg, 14 d 时为 < LOD ~ 0.115 mg/kg, 21 d 时为 < LOD ~ 0.011 mg/kg, 农药在烟叶中的半衰期为 1.5 ~ 2.3 d。

关键词: 氯噻啉; 烟蚜; 烟草; 药效; 残留

doi: 10.3969/j. issn. 1004-5708.2010.04.013

中图分类号: S48

文献标识码: A

文章编号: 1004-5708(2010)04-0063-04

The control effect of imidaclothiz against *Myzus persicae* and its residue in tobacco leaf

LI Yi-qiang^{1,3}, CAO Ai-hua¹, REN Guang-wei¹, SUN Hui-qing¹, XU Jin-li¹,
ZHENG Xiao¹, XU Guang-jun¹, ZHOU Xian-sheng², GONG Dao-xin³

1. Qingzhou Tobacco Research Institute of CNTC, Tobacco Research Institute of CAAS, Qingdao 266101, China;

2. Technology Center of China Tobacco Shandong Industrial Corporation, Ji'nan 250100, China;

3. Hunan Agricultural University, Changsha 410128, China

Abstract: Field trial were carried out in three years to study the control effect of imidaclothiz against *Myzus persicae* and its residue in tobacco leaf. Results indicated that 40% imidaclothiz WDG with 16000 times dilution showed good control effect 10 days after being sprayed. Degradation of imidaclothiz in tobacco leaf was fast with half-life of 1.5 ~ 2.3 days.

Key words: imidaclothiz; *Myzus persicae*; tobacco; residue

氯噻啉为近年我们国家自主研发的一种硝基亚甲基新烟碱类药物,通过作用于烟酸乙酰胆碱酯酶受体实现杀虫活性,是一种优良的高效、低毒内吸性杀虫剂。可用于防治刺吸式口器害虫,如蚜虫、叶蝉、飞虱、蓟马、粉虱等,同时对鞘翅目、双翅目和鳞翅目害虫也有效,对防治蚜虫传播的多种烟草病毒病,如黄瓜花叶病(CMV)、马铃薯病毒病(PVY)、烟草蚀纹病(TEV)及因烟蚜分泌蜜露诱发的煤污病有较好的防治效果^[1-3]。上世纪 80 年代以来,氧化乐果、氰戊菊酯、灭多威、吡虫啉等有机磷类、拟除虫菊酯类、氨基甲酸酯

类、烟酰胺类农药在不同的时期防治烟蚜发挥了重要的作用,但上述化学农药的使用频繁,使得烟蚜对多种杀虫剂产生了较高水平的抗性,导致防治效果不断降低,从而导致农药频繁大剂量使用,不利于无公害农业生产^[4-6]。氯噻啉作为自主研发的国产农药,已经于 2006 年获得农业部农药登记,今后将在烟草生产中得到广泛应用。为研究该农药在烟草上对烟蚜的防治效果和合理使用条件下烟叶中的农药残留状况,笔者于 2006 年开展了药效试验,筛选了该农药对烟蚜的最佳防治剂量,在此基础上于 2007 ~ 2008 年开展了该农药在烟叶中残留消解趋势和不同施药浓度、次数和采收间隔期的残留试验,为制定合理使用准则和残留限量提供科学依据。

作者简介: 李义强,男,在读博士研究生,副研究员,主要从事烟草植保和烟叶质量安全研究, Tel: 0532-88702136, E-mail: liyiqiang1008@163.com

收稿日期: 2009-09-08

1 材料与方法

1.1 试验材料

试验于2006~2008年在山东青岛(中国农业科学院烟草研究所试验基地)进行,其中2006年开展药效试验,2007~2008开展残留试验。烟草品种为NC89,土壤为褐土,肥力为中等,正常田间管理。

供试农药:40%氯噻啉水分散粒剂和10%氯噻啉可湿性粉剂,江苏江山农药化工股份有限公司提供。

1.2 试验设计

1.2.1 药效试验

本试验共设5个处理,每处理重复4次,随机区组排列,小区面积为24 m²。用新加坡利农喷雾器对烟叶正反面喷雾,施药前调查虫口基数,施药后第1、3、7、10 d各调查存活蚜量。

① 40%氯噻啉水分散粒剂,稀释12000倍(每公顷用水量750 kg,下同);

② 40%氯噻啉水分散粒剂,稀释16000倍;

③ 40%氯噻啉水分散粒剂,稀释20000倍;

④ 10%氯噻啉可湿性粉剂,稀释4000倍;

⑤ 空白对照:清水。

1.2.2 残留试验

40%氯噻啉水分散粒剂防治烟蚜,药效试验结果表明稀释12000倍、16000倍对蚜虫有较好的防治效果。按照不同施药次数和浓度共设6个处理,每处理重复3次,随机区组排列,小区面积为30 m²。

① 消解动态试验 40%氯噻啉水分散粒剂,稀释8000倍(每公顷用水量750 kg,下同);烟株旺长中后期叶片均匀喷雾1次。分别于施药后1 h、1、3、5、7、14、21、28、35、42 d“W型取样法”采集烟叶,每次采样不少于50片,切碎(1 cm±)混匀,-18℃低温保存。

② 高剂量施药4次 40%氯噻啉水分散粒剂,稀释12000倍,烟株旺长至成熟期喷雾施药4次,每次间隔7 d。分别于末次施药后7、14、21 d按照“W型取样法”取烟叶,每小区不少于100片,按照常规三段式烘烤后,研磨、缩分留样约200 g,-18℃低温保存。

③ 高剂量施药5次 40%氯噻啉水分散粒剂,稀释12000倍,烟株旺长-成熟期喷雾施药5次,每次间隔7 d。其余同处理②。

④ 低剂量施药4次 40%氯噻啉水分散粒剂,稀释16000倍,烟株旺长-成熟期喷雾施药4次,每次间隔7 d。其余同处理②。

⑤ 低剂量施药5次 40%氯噻啉水分散粒剂,稀释16000倍,烟株旺长-成熟期喷雾施药5次,每次间隔7

d。其余同处理②。

⑥ 对照 不施药 与上述5个施药处理同步采集样品,并低温保存。

1.3 残留测定

1.3.1 仪器、试剂与标准品

液相色谱仪(紫外检测器);C₁₈柱(150 mm×4.6 mm,Waters Sun Fire);超声波提取器;往复式振荡器;旋转蒸发器;电子天平;Florisil-SPE(1 g/6 mL)柱及实验室常用仪器。乙腈、二氯甲烷、甲醇(以上为色谱纯)、无水Na₂SO₄、NaCl;氯噻啉标准品(纯度98.5%)。

1.3.2 测定方法

笔者参考了有关文献方法^[7],通过试验对操作步骤进行了优化和改进,确定了烟叶中氯噻啉的残留测定方法,该方法添加回收率为93.37%~95.56%,相对标准偏差2.39%~5.27%,符合残留分析方法的要求^[8]。

1.3.2.1 提取 鲜烟叶样品10.0 g(干烟叶样品4.0 g,加6 mL水),加入60 mL乙腈,浸泡30 min,回旋式振荡器振荡提取1 h,过滤,收集滤液于250 mL分液漏斗中,加入20 mL饱和NaCl溶液,充分振荡1 min,静置,量取30 mL上层有机相于平底烧瓶中,在旋转蒸发器上减压浓缩至近干,用2 mL二氯甲烷溶解,待净化。

1.3.2.2 净化 先用2 mL甲醇预淋洗Florisil-SPE柱,再用5 mL二氯甲烷预淋洗。分别将上述鲜烟叶或干烟叶浓缩物转入柱中,先用10 mL二氯甲烷淋洗,弃去淋出液,再用20 mL二氯甲烷/甲醇(95:5,V/V)淋洗,收集淋出液,在旋转蒸发器上减压浓缩至近干,用2 mL甲醇定容,待测定。

1.3.2.3 检测 波长:270 nm;流动相:甲醇/水(45:55,v/v);流速:0.8 mL/min;进样量:10 μL,外标法峰高定量。上述条件下氯噻啉的保留时间为8.0 min。

2 结果与分析

2.1 40%氯噻啉水分散粒剂对烟蚜的防治效果

药效试验以40%氯噻啉水分散粒剂分别稀释12000倍、16000倍和20000倍3个处理的防效为研究对象,以10%氯噻啉可湿性粉剂稀释4000倍作为对照药剂。施药后第1 d,40%氯噻啉水分散粒剂3个处理对烟蚜的防治效果为96.63%~97.83%,速效性强,并且3个处理的防效无显著性差异。对照药剂10%氯噻啉可湿性粉剂第1 d的防效为97.26%,与40%氯噻啉水分散粒剂的防效相当,差异不显著。施药后第3 d,40%氯噻啉水分散粒剂3个处理防效较第1 d略有上升,为97.04%~98.67%,差异不显著。10%氯噻啉可湿性粉剂第3 d的防效为95.77%,与40%氯噻啉

水分散粒剂稀释 12000 倍处理的防效差异显著,与稀释 16000 倍、20000 倍处理的防效差异不显著。施药后第 7 d,40% 氯噻啉水分散粒剂 3 个处理防效略有下降,为 92.62% ~ 97.85%,10% 氯噻啉可湿性粉剂的防效为 92.61%,各处理之间差异不显著。施药后第 10 d,40% 氯噻啉水分散粒剂 3 个处理防效继续下降,为 89.83% ~ 96.40%,10% 氯噻啉可湿性粉剂的防效为 90.94%,各处理之间差异不显著(表 1)。

2.2 氯噻啉在烟叶中的添加回收率

干烟叶、鲜烟叶样品中,分别添加 0.005、0.1、5.0 mg/kg 3 个不同浓度的氯噻啉标准品溶液,每个浓度重

复 5 次,按上述方法提取、净化和检测。结果表明,氯噻啉在干、鲜烟叶中平均回收率分别为 91.48% ~ 94.62% 和 93.37% ~ 95.56%,相对标准偏差 3.34% ~ 4.44% 和 2.39% ~ 5.27%。回收率和相对标准偏差均符合农药残留试验的要求(表 2)。

2.3 氯噻啉在烟叶中的消解动态

氯噻啉在烟叶中消解较快,8000 倍药液处理的消解动态试验结果表明,施药后烟叶中原始沉积量为 2.843 ~ 3.164 mg/kg,3 d 时消解率超过 50%,21 d 时消解率全部超过 90%,半衰期为 1.5 ~ 2.3 d(表 3)。

表 1 40% 氯噻啉水分散粒剂对烟蚜的防治效果

(%)

处理	虫口基数	施药后 1 d		施药后 3 d		施药后 7 d		施药后 10 d	
		活虫数	防效	活虫数	防效	活虫数	防效	活虫数	防效
40% 12000 倍	611.25	21.25	96.63 aA	10.75	98.67 aA	18.25	97.04 aA	38.25	94.83 aA
40% 16000 倍	936.25	21	97.83 aA	22	98.01 abA	18	97.85 aA	46	96.40 aA
40% 20000 倍	786.25	26	97.07 aA	30	97.04 abA	58	92.62 aA	116	89.83 aA
10% 4000 倍	865.00	25	97.26 aA	42	95.77 bA	58	92.61 aA	97	90.94 aA
清水	717.50	770	—	911	—	751.25	—	1036	—

注:同列小写字母不同表示不同处理在 0.05 水平上差异显著,同列大写字母不同表示不同处理在 0.01 水平上差异显著。

表 2 氯噻啉在烟叶中添加回收率试验结果

样本	添加浓度/ (mg/kg)	回收率/%					平均回收率/%	相对标准偏差/%
		1	2	3	4	5		
干叶	0.005	93.9	94.9	92.9	88.4	85.4	91.48	4.44
	0.5	96.9	91.6	95.4	96.4	88.2	92.54	3.34
	5.0	91.9	100.0	88.6	96.1	94.7	94.62	4.13
鲜叶	0.005	98.3	92.4	98.9	90.9	86.4	93.37	5.27
	0.1	94.9	98.7	94.3	91.5	99.9	95.56	3.59
	5.0	98.2	96.6	98.5	93.5	92.6	95.39	2.39

表 3 40% 氯噻啉可分散粒剂在烟叶中的消解动态试验结果

施药后时间	2007		2008	
	残留量/(mg/kg)	消解率/%	残留量/(mg/kg)	消解率/%
1 h	2.843	—	3.164	—
1 d	1.792	36.97	1.723	45.54
3 d	0.716	74.82	1.541	51.30
5 d	0.477	83.24	1.032	67.38
7 d	0.352	87.63	0.716	77.37
14 d	0.260	90.87	0.563	82.21
21 d	0.019	99.33	0.301	90.49
28 d	< LOD	—	0.184	94.18
35 d	< LOD	—	0.072	97.72
42 d	< LOD	—	< LOD	—
消解方程	$C_T = 1.93134e^{-0.20391T}$		$C_T = 0.01961e^{-0.09625T}$	
相关系数	R = -0.95589		R = -0.96992	
半衰期	$T_{1/2} = 1.50d$		$T_{1/2} = 2.31d$	

注: * < LOD: 小于方法最低检出浓度。

2.4 氯噻啉在烟叶中的最终残留量

试验结果表明,按 12000 倍剂量施药 4 次、5 次,末次施药后 7 d,烤后烟叶中氯噻啉残留量为 0.049 ~ 0.307 mg/kg,14 d 时残留量为 < LOD ~ 0.115 mg/kg,21 d 时残

留量为 < LOD ~ 0.011 mg/kg。按照 16000 倍剂量施药 4 次、5 次,末次施药后 7 d,烤后烟叶中氯噻啉残留量为 0.008 ~ 0.169 mg/kg,14 d 时残留量为 < LOD ~ 0.082 mg/kg,21 d 时残留量全部小于最低检出浓度(表 4)。

表 4 40% 氯噻啉可分散粒剂在烟叶中最终残留试验结果

施药量	施药次数	2007 烟叶残留量/(mg/kg)			2008 烟叶残留量		
		7 d	14 d	21 d	7 d	14 d	21 d
16000 倍	4 次	0.008	< LOD	< LOD	0.036	< LOD	< LOD
	5 次	0.021	< LOD	< LOD	0.169	0.082	< LOD
12000 倍	4 次	0.049	< LOD	< LOD	0.261	< LOD	< LOD
	5 次	0.122	0.006	< LOD	0.307	0.115	0.011
CK	—	< LOD	< LOD	< LOD	< LOD	< LOD	< LOD

注: * < LOD: 小于方法最低检出浓度。

3 结论与讨论

40% 氯噻啉水分散粒剂防治烟蚜速效性强,持效期为 10 d 左右。稀释 12000 倍、16000 倍的处理都表现出较好的效果,稀释 20000 倍的处理在 7 d 后防效稍差。16000 倍为生产中防治烟蚜的最佳稀释倍数,建议每公顷药液用量 750 kg,药量可根据烟株大小适当增减。尽管生产中存在超量使用农药的习惯,但建议最大稀释倍数不应低于 12000 倍,以免因烟蚜对该农药产生抗药性而导致农药过早被淘汰。随意增加农药的用量、浓度和使用次数,不仅增加成本而且容易造成烟草药害,加重污染和残留超标,同时在高剂量、多次使用农药的情况下,烟蚜抗药性增强,对以后的防治带来潜在的危險。

团棵期-现蕾期一般为烟蚜发生高峰期,如果严格按照推荐用量 16000 倍和常规次数使用氯噻啉,采烤的烟叶中残留量较低。按照 12000 倍用药,在末次施药 14 d 后,烟叶中的农药残留量也较低。建议从末次用药到烟叶采烤的安全间隔期为 14 d。

本研究完善了烟叶中氯噻啉的农药残留分析方法,该方法符合残留分析方法的要求,可以为今后烟叶或相关作物中农药残留检测提供参考。

本试验设计主要针对农业生产过程中烟叶的残留量和降解规律,关于该农药在烟叶储存和燃吸后的农药残留量及变化规律还需要进一步深入研究。

参考文献

- [1] 戴宝江. 新颖杀虫剂-氯噻啉[J]. 世界农药, 2005(6): 46-47.
- [2] 任广伟,王秀芳,王新伟,等. 40% 氯噻啉水分散粒剂防治烟蚜田间药效试验[J]. 现代农药, 2008(4): 53-55.
- [3] 施永兵,杜辉,田昌明. 2-氯-5-氯甲基噻唑的合成方法述评[J]. 江苏化工, 2004(3): 1-2.
- [4] 顾春波,王开运,辛海军,等. 我国中部烟区桃(烟)蚜的抗药性研究[J]. 山东农业大学学报(自然科学版), 2007(1): 11-14.
- [5] 吴兴富,宋春满. 云南烟区烟蚜种群对氧化乐果的抗药性[J]. 甘肃农业大学学报, 2007(6): 102-105.
- [6] 吴兴富,邓建华,王德俊,等. 农药连用对烟蚜抗药性发展的影响[J]. 中国烟草学报, 2004(5): 83-86.
- [7] 张丽芬. 氯噻啉在甘蓝中残留分析方法的研究[J]. 张家口农专学报, 2004(2): 60-63.
- [8] 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]. 中国农业出版社, 2004.
- [9] 王革,张中义,孔华忠,等. 云南烟叶贮藏期霉变研究(1)-曲霉[J]. 云南农业大学学报, 2002, 17(4): 356-359.
- [10] 晏卫红,黄思良,朱桂宁,等. 广西仓储烟叶霉变微生物的分类鉴定[J]. 烟草科技, 2008(2): 50-56.
- [11] 王振跃,汪敏,高书锋,等. 温室黄瓜叶部微生物区系[J]. 生态学杂志, 2008, 27(3): 425-428.
- [12] 魏景超. 真菌鉴定手册[M]. 上海: 科学出版社, 1979.
- [13] 东秀珠,蔡妙英. 常用细菌系统鉴定手册[M]. 北京: 科学出版社, 2001.
- [14] Buchanan R E, Gibbons N E. 伯杰细菌鉴定手册[M]. 8 版. 中国科学院微生物所, 译. 北京: 科学出版社, 1984.
- [15] 中国科学院微生物研究所放线菌分类组. 链霉菌鉴定手册[M]. 北京: 科学出版社, 1975.
- [16] 陆宁海,吴利民. 健康与罹病玉米根际微生物数量及真菌区系研究[J]. 玉米科学, 2007, 15(5): 136-138.
- [17] Reid J J, Gibbons M F, Haley D E. The fermentation of Cigar leaf Tobacco as Influenced by the Addition of Yeast[J]. J Agric Reserch, 1994, 69: 373-381.
- [18] Tamayo A I, Cancho F G. Microbiology of the fermentation of Spanish tobacco[C]//International Congress of Microbiology, 1953. 48-50.
- [19] Morin A, Porter A, Ratavicus A, et al. Evolution of tobacco specific nitrosamines and microbial populations during flue curing of tobacco under direct and indirect heating[J]. Contributions to tobacco Research, 2004, 21(1): 40-46.
- [20] 陈福星,王磊,莫湘涛,等. 烟叶微生物发酵的探讨[J]. 微生物学通讯, 1990(2): 37-39.
- [21] 李魁,李廷生,王平诸,等. 我国烟草真菌区系调查及霉变成因的研究[J]. 郑州工程学院学报, 2003, 24(3): 20-24.

[上接第 62 页]