

异菌脲防治番茄早疫病安全 合理使用的技术指标

默 涛 陈树欣 张少军 王 莉

(河北省农科院理化所, 石家庄 050051)

摘 要 通过两年两地的田间试验, 残留分析, 并参照联合国粮农组织和世界卫生组织的有关最高残留限量的规定, 提出了 50% 异菌脲可湿性粉剂防治番茄早疫病安全合理使用技术指标的建议, 常用剂量 1000 倍液, 喷施 3~5 次, 最高使用剂量 500 倍液, 喷施 3~5 次, 每隔 10d 喷施 1 次, 安全间隔期为 3d。

关键词 番茄早疫病 异菌脲 最高残留限量 安全间隔期

异菌脲又名扑海因(Rovral), 化学名称为 3-(3,5-二氯苯基)-1-异丙基氨基甲酰基乙内酰脲, 是一种广谱性接触杀菌剂, 对葡萄孢属, 链孢霉属, 核盘菌属, 小菌核属等菌具有良好的触杀效果, 可以在多种作物防治多种病害。据田间药效试验, 异菌脲对番茄早疫病(*Alternaria solani*) 和灰霉病(*Botrytis cinerea*) 有良好的防治效果, 是目前较理想的杀菌剂。为了探明异菌脲在番茄上的残留积累及消解规律, 我们于 1990~1991 年在河北省石家庄和浙江省杭州市进行了残留试验研究, 以试验数据为依据提出了异菌脲的合理使用技术指标。

1 材料与方 法

1.1 材 料

试验农药为 50% 异菌脲可湿性粉剂, 由法国罗纳普朗克农化部提供。试验作物为番茄。

1.2 试验方法

1.2.1 消解动态试验 试验设在河北省石家庄市西郊大马村菜园和浙江省杭州市四季青菜园。小区面积 20m², 重复三次。施药剂量为 500 倍液。在番茄果直径 10mm 左右时, 用背负式喷雾器喷洒全株枝叶果。施药后于当天, 1, 3, 5, 10, 20, 30d 随机采果样, 贮于低温冰箱, 待处理测其残留量。

1.2.2 最终残留试验 小区面积 20m², 重复三次, 另设对照区。施药剂量为 500 倍液和 1000 倍液, 各喷施 3~5 次。第一次喷施日期为定植后 40d, 每隔 10d 喷药 1 次。距最后一次喷药 3, 7, 10d 采果样, 低温保存待测。

1.3 残留检测

1.3.1 仪器与试剂 气相色谱仪(日本岛津公司 GC-8AIE), 带电子捕获检测器(⁶³Ni), 超声波振荡器(CX-1), 旋转蒸发器(ZFG-3)。丙酮(A. R)、乙酸乙酯(A. R)、无水硫酸钠(A. R)、甲苯(A. R 重蒸)、二氯甲烷(A. R)、50% 异菌脲可湿性粉剂, 异菌脲标准品(99%)、弗罗里

硅土(650℃活化 4h 备用)。

1.3.2 样品制备 样品提取:称样 50g,加 100ml 丙酮,超声波振荡 10min,过滤,滤渣再用 50ml×3 丙酮重复振荡过滤三次,合并滤液于圆底烧瓶内,用旋转蒸发器蒸除丙酮,残余物用二氯甲烷溶解移至分液漏斗,加 50ml 5%氯化钠水溶液,用 50ml×2 二氯甲烷提取两次。二氯甲烷提取液经无水硫酸钠脱水后,浓缩至 3~5ml,待净化。层析净化:玻璃层析柱长 25cm,内径 1.6cm,底端塞脱脂棉,依次向上填装 5g 弗罗里硅土/活性炭(20:1),2cm 高无水硫酸钠,先用 40ml 二氯甲烷预淋,转移样品浓缩液至柱内,以 75ml 5%乙酸乙酯二氯甲烷混合液淋洗,收集全部淋洗液,浓缩近干,用甲苯溶解残余物定容 10ml,进气相色谱检测^[1~3]。

1.3.3 气相色谱检测 色谱条件:色谱柱长 2m,内径 3mm,内填装 3%SE-30/Chrom. W-HP(80-100 目),柱箱温度 260℃,气化室和检测器温度 290℃,载气为高纯氮流量 60ml/min^[5]。在该条件下,异菌脲的保留时间为 1'20"。外标法定量,在进样量 $3.1 \times 10^{-11} \sim 6.0 \times 10^{-9}$ g 范围内呈线性关系,相关系数达 0.998。

上述残留量检测方法经添加回收率试验后,确认方法的可行性和可靠性,其结果添加回收率为 84.5%~88.8%,变异系数为 1.6%~8.1%,最低检出浓度为 0.028×10^{-6} 。

2 结果与分析

2.1 消解动态试验 试验在杭州和石家庄同时进行。六月上旬番茄座果后用 50%异菌脲可湿性粉剂 500 倍液,直接向枝叶果喷雾,于施药当天及施药后不同间隔时间采果样,检测异菌脲的残留量,试验结果见表 1。异菌脲的性质稳定,常温下保存两年不变,在环境中降解缓慢,

表 1 异菌脲在番茄上的消解动态试验结果

试验地点	试验年度	施药后不同天数的残留量 ($\times 10^{-6}$)							
		当天	1d	3d	5d	10d	20d	30d	40d
石家庄	1990	3.64	3.39	1.60	0.83	0.22	0.14	0.04	
	1991	1.93	1.55	1.05	0.83	0.27	0.18	0.08	0.02
杭州	1990	5.23	2.79	2.70	1.51	1.15	0.20	0.14	
	1991	0.62	0.35	0.31	0.24	0.22	0.18	0.02	0.01

但在番茄上消解较快,这是由于番茄座果后迅速生长,重量和体积加大,使药剂在果内自然稀释,从而加快了消解速度。从表 1 中看出,施药剂量相同,而原始附着量有较大差异,如在杭州的试验中,1990 年的原始附着量为 5.23×10^{-6} ,1991 年则为 0.62×10^{-6} ,其原因在于 1991 年喷药后遇雨,药液被淋去大部分所致。两年两地的消解试验结果表明,异菌脲在番茄中的消解规律符合负指数函数规律($C=C_0e^{-KT}$),半衰期受自然条件的影响。6~7 月份石家庄和杭州的气温基本一致,作物的生长速度大致相同,异菌脲在两地番茄上的半衰期为 4~5d。

2.2 最终残留量试验 在番茄生长期喷施药剂于枝叶果上。1990~1991 年,在石家庄市和杭州市郊区菜园,于番茄定植后 40d,用 50%异菌脲 500 倍液和 1000 倍液,各施 3~5 次,每隔 10d 施药 1 次,距最后一次施药 3、7、10d 采样,测其异菌脲残留量,试验结果列于表 2。

由最终残留试验结果表明,异菌脲在番茄中的残留量随喷药剂量和次数的增加而增多,而随采样间隔时间的增加而减少。从表 2 看出,同样的用药剂量和采样间隔,残留量却有较大差

异,也与当时施药时的自然条件有关,如1991年喷药时遇雨,药液随雨水流失,因而检出的残留量偏低,这种差异具有真实性。

表2 异菌脲在番茄中的残留量 (单位: $\times 10^{-6}$)

试 验 地 点	试 验 年 度	1000 倍液(3 次)			1000 倍液(5 次)			500 倍液(3 次)			500 倍液(5 次)		
		采 样			距 最 后 一			次 施 药 天			数 (d)		
		3	7	10	3	7	10	3	7	10	3	7	10
石 家 庄	1990	1.14	0.53	0.25	1.26	0.99	0.23	1.60	1.00	0.38	2.10	1.32	0.26
	1991	0.26	0.09	0.05	0.58	0.19	0.14	0.51	0.40	0.16	0.31	0.30	0.21
杭 州	1990	1.89	1.66	1.63	1.13	0.71	0.60	1.72	1.70	0.89	2.04	2.01	1.13
	1991	0.24	0.15	0.04	1.01	0.21	0.08	1.73	0.15	0.12	0.43	0.29	0.14

2.3 关于安全合理使用技术指标的建议

有关异菌脲在番茄上的残留试验研究,在国内未见报道,据两年两地的残留试验结果,50%异菌脲可湿性粉剂防治番茄早疫病,常用量1000倍液,喷施3~5次,距最后一次施药3、7、10d采样,果内最高残留量为 1.89×10^{-6} ,而加倍使药量500倍液喷施3~5次,果内最高残留量为 2.10×10^{-6} 。目前,联合国粮农组织和世界卫生组织尚未规定异菌脲在番茄上的最高残留限量,而该组织推荐在苹果上的最高残留限量为 $10\text{mg}/\text{kg}$ ^[4]。我们暂以此值为依据,50%异菌脲可湿性粉剂在番茄上使用,无论是常用量还是加倍用量,距最后一次施药3d采摘,果内残留量均低于 $10\text{mg}/\text{kg}$ 。食用无残毒危害。因此,我们提出50%异菌脲可湿性粉剂防治番茄早疫病安全合理使用技术指标的建议,常用量1000倍液,喷施3~5次,最高用量500倍液,喷药3~5次,每隔10d喷药1次,安全间隔期为3d。

参 考 文 献

- 1 Lacroix L et al. Method of Analysis Technical, Formulated and Residual Iprodione, Rhone-Poulenc Industries, France, 1980, 1~20
- 2 默涛等. 异菌脲在苹果中的残留及消解动态研究. 农药, 1989(6): 7~8
- 3 张雪燕等. 异菌脲在油菜籽、油菜茎叶及土壤中的残留分析. 农药, 1990, (3): 39~41
- 4 国家技术监督局. 农药合理使用准则(三). 北京: 中国标准出版社, 1990, 6
- 5 默涛等. 农药残留量分析方法. 上海科学技术出版社, 1992, 183~187

Technical Indices of Safe Application of Rovral for Controlling *Alternaria solani* of Tomato

Mo Tao Chen Shuxin Zhang Shaojun Wang Li

(Agro-physics, Plant Physiology and Biochemistry Institute, Hebei Academy of Agricultural and Forestry Sciences, Shijiazhuang)

Abstract Through field experiments for two years and in two areas and through residue analysis, and in the light of standards of maximum residue limit of agricultural chemical for tomato recommended by Food and Agricultural Organization of the United Nations and World Health Organization, the technical indices of safe and rational application of Rovral (50WP) for controlling tomato *Alternaria solani* were suggested. The common dosage is 1000-fold formulated solution, and the maximum dosage is 500-fold solution. The solution is sprayed 3~5 times and the interval between every two times is 10 days. The safety interval time is 3 days.

Key words: Tomato *Alternaria solani*; Rovral; Maximum residue limit; Safety interval time