

冯寅洁,冯成玉,乔勇升,等. 小麦穗期施用多菌灵对籽粒中残留量的影响[J]. 江苏农业科学,2015,43(6):276-278.
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2015.06.090

小麦穗期施用多菌灵对籽粒中残留量的影响

冯寅洁¹, 冯成玉², 乔勇升¹, 纪晨¹, 陈伟¹

(1. 江苏省泰州市产品质量监督检验所,江苏泰州 225300; 2. 江苏省海安县农业委员会,江苏海安 226600)

摘要:为研究多菌灵在小麦穗期使用后对籽粒中残留量的影响,进行了多菌灵不同用药时间、用药量田间试验,并对小麦籽粒中多菌灵含量进行高效液相色谱法检测。结果表明:小麦收获前 26 d 施用多菌灵纯药 723 g/hm² 或在收获前 40 d 内施用多菌灵纯药 868 g/hm² 1 次,小麦收获前 38、30 d 内各施用多菌灵纯药 723 g/hm² 1 次,小麦籽粒中多菌灵残留量均有可能超过 0.05 mg/kg。应用多菌灵防治小麦赤霉病时,为确保安全有效,可掌握在小麦齐穗至扬花初期尽早喷施,并严格注意用药量与安全间隔期。

关键词:多菌灵;小麦籽粒;高效液相色谱

中图分类号:S481⁺.8 **文献标志码:**A **文章编号:**1002-1302(2015)06-0276-02

多菌灵(carbendazim)是苯并咪唑类杀菌剂,化学名称为 2-苯并咪唑基氨基甲酸甲酯,主要用于防治子囊菌、半知菌等引起的农作物病害,是防治小麦赤霉病的主推药剂^[1]。小麦赤霉病的发生主要取决于小麦抽穗扬花阶段的天气条件,因此,多采取“预防为主、主动出击”的防治策略,即在小麦抽穗期至扬花期,不管未来病害是否发生,均主动喷施药剂使麦穗表面形成 1 层保护膜,以预防病菌感染^[2-3]。特别是小麦穗期恰逢高湿适温天气时,要多次用药,提高每次用药剂量,以确保防治效果^[4]。目前,关于施用多菌灵对小麦食用安全性影响研究较少^[5-6]。为此,笔者于 2013 年进行了多菌灵田间用药试验,在小麦收获后用高效液相色谱法测定不同处理组小麦籽粒的多菌灵残留量,以明确多菌灵在小麦籽粒中的残留情况,旨在为农业生产过程中制定安全、科学、有效的用药期、用药量提供依据。

1 材料与方法

1.1 田间试验

在江苏省海安县农林科学研究所选定长势平衡的扬麦 16 小麦田 1 块,小麦开始抽穗时划定若干小区,每小区面积 20 m²,模拟当年大田生产,在小麦抽穗期至扬花期分期田间喷施 50% 多菌灵可湿性粉剂(江苏蓝丰生物化工股份有限公司)。施药 1 次:4 月 19 日、4 月 23 日、4 月 26 日、4 月 28 日、5 月 3 日、5 月 6 日、5 月 10 日分别施药 1 200、1 500、1 800 g/hm²;施药 2 次:4 月 28 日、5 月 6 日分别施药 1 200 g/hm²,4 月 26 日和 5 月 3 日、4 月 28 日和 5 月 6 日、5 月 3 日和 5 月 10 日分别施药 1 500 g/hm²,4 月 28 日、5 月 6 日分别施药 1 800 g/hm²。药剂称量后加水 750 mL 混匀,用

手持式压缩喷雾器对准小麦穗部均匀喷细雾,以不用药作为对照。共计 27 个处理,每处理重复 3 次。6 月 5 日收获小麦,每小区随机取小麦 500 穗,脱粒晒干后贮存于 -20 ℃ 冰箱中待测。

1.2 液相检测

1.2.1 材料与试剂 待测小麦籽粒;多菌灵标准品(纯度 98.5%,德国 Dr. Ehrenstorfer GmbH 公司);甲醇(色谱纯,美国 Dikma 公司);盐酸、氢氧化钠、二氯甲烷、氨水等均为分析纯。

1.2.2 仪器 Waters e2695 型高效液相色谱仪配 2998 型光电二极管阵列检测器(美国 Waters 公司),AL 204 电子天平[梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司],Milli-Q Advantage A10 超纯水机(美国 Millipore 公司),IKA VORTEX3 旋涡混匀器[莱贝(上海)科学仪器有限公司],JFSD-100 粉碎机(上海市嘉定粮油检测仪器厂),JULABO-SW23 振荡水浴系统(上海坤科仪器有限公司),R201BL 旋转蒸发器(上海申生科技有限公司)。

1.2.3 检测步骤

1.2.3.1 标样配制 精确称取多菌灵标样 25 mg 置于 25 mL 容量瓶内,加甲醇 20 mL,滴加少量 1 mol/L 盐酸溶液助溶,并用甲醇定容至 25 mL,配成 1 mg/mL 多菌灵储备液,-20 ℃ 储存。临用时,分别用甲醇稀释成不同浓度的多菌灵标准工作液。

1.2.3.2 样品前处理 参考余向阳等的方法^[7]进行样品前处理,并根据实际情况略有修改。称取 5 g 小麦籽粒粉碎样置于 150 mL 具塞三角瓶内,加入 50 mL 甲醇,涡旋混匀 5 min,加入 1 mol/L 氢氧化钠溶液 2 mL,混匀后于振荡器上振荡提取 12 h,收集滤液并用 20 mL 甲醇分次洗涤残渣、漏斗,合并滤液,于旋蒸仪上蒸干甲醇。用 20 mL 1 mol/L 盐酸溶液分次将浓缩后的残渣洗入分液漏斗中,加入 3×20 mL 二氯甲烷萃取,弃去二氯甲烷相。用氨水(1+1)调节水溶液 pH 值为 9.5~10.0,用 3×30 mL 二氯甲烷从水溶液中提取多菌灵。二氯甲烷相经无水硫酸钠干燥后于旋转浓缩仪上蒸干,用甲醇定容至 5 mL,过 0.22 μm 微孔滤膜后待测。

收稿日期:2014-06-15

基金项目:江苏省农业三新工程[编号: SX(2011)101]。

作者简介:冯寅洁(1986—),女,江苏海安人,硕士,工程师,主要从事食品质量监督与检验工作。E-mail: fengyj0126@163.com。

通信作者:冯成玉,研究员,主要从事病虫害防治与测报工作。Tel: (0513)88936191;E-mail: crop126@163.com。

1.2.3.3 液相色谱条件 色谱柱: Waters Symmetry C18 (4.6 mm×250 mm,5 μm);柱温:30 ℃;流动相:甲醇+水=50+50;流速:1.0 mL/min;进样量:10 μL;检测波长:285 nm。

1.3 数据处理

采用 Excel 2003、SPSS 17.0 软件分析数据。

2 结果与分析

2.1 液相条件和方法线性关系

由图 1、图 2 可以看出,该液相色谱条件可以将多菌灵与杂质峰分开,符合检测要求。将多菌灵储备液稀释成 0.01、0.02、0.05、0.10、0.20、0.50、1.00 mg/L 等不同浓度,以峰面积为纵坐标,浓度为横坐标,得到线性回归方程 $y = 44\,921x - 237$,相关系数 $r = 0.999\,7$ 。

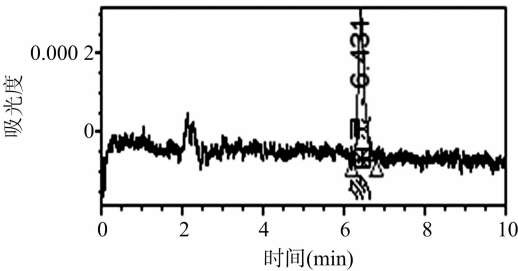


图1 多菌灵标样色谱图

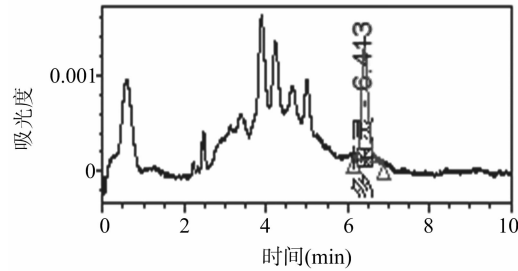


图2 样品色谱图

2.2 方法回收率、精密度、灵敏度

取空白麦粒,分别添加 3 个浓度水平的多菌灵标样,每个水平重复 6 次,按照上述检测方法,所得结果见表 1。在较低浓度添加水平下,方法回收率符合农药残留试验准则。根据 3 倍信噪比($S/N = 3$),确定检出限为 0.001 5 mg/kg,由 10 倍信噪比($S/N = 10$),定量限为 0.005 mg/kg。

表 1 不同浓度水平的多菌灵标样回收率、精密度

添加量 (mg/kg)	平均回收率 (%)	RSD (%)
0.02	80.8	9.1
0.05	88.7	6.8
0.10	90.0	5.1

2.3 多菌灵在小麦籽粒中的残留量

室内检测时,同时对试验药剂 50% 多菌灵可湿性粉剂同批次样品按相同方法进行测定,经检测,药剂样品的多菌灵有效成分含量为 48.2%,据此推算,应用 1 200、1 500、1 800 g/hm² 制剂处理的多菌灵折纯用量分别为 578、723、868 g/hm²。从表 2 可以看出,用药量相同,多菌灵在小麦籽粒中的残留量随用药时间推迟及次数增多而显著增加;用药

时间相同,多菌灵残留量随用药量增加而显著增加。施用多菌灵 578 g/hm² (折纯,下同)时,距小麦收获前 40 d 使用 1 次,小麦籽粒中的多菌灵残留检出量均≤0.005 mg/kg;距小麦收获前 26 d 使用 1 次以及距小麦收获前 38、30 d 各使用 1 次,多菌灵残留检出量均<0.05 mg/kg,未超过最大残留限量。施用多菌灵 723 g/hm²,距小麦收获前 30 d 使用 1 次以及距小麦收获前 40、33 d 各使用 1 次,小麦籽粒中多菌灵残留检出量均<0.05 mg/kg;距小麦收获前 26 d 使用 1 次以及距小麦收获前 38 d 和 30、33、26 d 各使用 1 次,多菌灵残留检出量均>0.05 mg/kg,超过最大残留限量。施用多菌灵 868 g/hm² 时,距小麦收获前 43 d 使用 1 次,小麦籽粒中的多菌灵残留检出量<0.05 mg/kg;距小麦收获前 40 d 及 40 d 以内使用 1 次或 2 次,多菌灵残留检出量均>0.05 mg/kg,超过最大残留限量。

表 2 不同用药量及用药日期下多菌灵在小麦籽粒中的残留量

纯药用量 (g/hm ²)	距收获期 时间(d)	用药日期 (月-日)	多菌灵残留量 (mg/kg)
578	47	04-19	NDxX
	43	04-23	NDxX
	40	04-26	NDxX
	38	04-28	0.010±0.001wW
	33	05-03	0.011±0.001wW
	30	05-6	0.024±0.002tT
	26	05-10	0.022±0.002tT
	38,30	04-28,05-06	0.031±0.002oO
	47	04-19	0.014±0.002wW
	43	04-23	0.022±0.002tT
723	40	04-26	0.022±0.003tT
	38	04-28	0.023±0.001tT
	33	05-03	0.031±0.001oO
	30	05-06	0.044±0.003kK
	26	05-10	0.065±0.002iI
	40,33	04-26,05-03	0.039±0.002kK
	38,30	04-28,05-06	0.056±0.002iI
	33,26	05-03,05-10	0.103±0.002cC
	47	04-19	0.028±0.001oO
	43	04-23	0.032±0.003oO
868	40	04-26	0.058±0.002iI
	38	04-28	0.058±0.001iI
	33	05-03	0.076±0.004eE
	30	05-06	0.081±0.006eE
	26	05-10	0.179±0.004bB
	38,30	04-28,05-06	0.256±0.003aA
	0(对照)		NDxX

注:同列数字后不同小写字母表示差异显著($P < 0.05$);ND 表示检出量小于 0.005 mg/kg。

3 结论与讨论

本研究结果表明,多菌灵含有苯并咪唑结构,其中氮原子含孤对电子,酸性环境中易与氢离子结合溶于水相,中性或碱性环境中易失去氢离子溶于有机相,利用此原理可用二氯甲烷将小麦籽粒中的多菌灵萃取出来,该方法回收率、精密度、灵敏度均较理想。用药量相同,小麦籽粒中多菌灵残留量随用药时间推迟及次数增多而显著增加;用药时间相同,残留量

柳小宁,潘永东,张华瑜,等. 蛋白质含量与大麦及麦芽品质指标间的相关趋势分析[J]. 江苏农业科学,2015,43(6):278-280.
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2015.06.091

蛋白质含量与大麦及麦芽品质指标间的相关趋势分析

柳小宁,潘永东,张华瑜,包奇军

(甘肃省农业科学院经济作物与啤酒原料研究所,甘肃兰州 730070)

摘要:为了探索大麦蛋白质含量对其品质指标以及麦芽理化指标的影响程度,选取甘啤系列大麦品种甘啤 3 号、甘啤 4 号、甘啤 5 号、GM2 为试验材料,用国家标准方法对大麦和相应麦芽进行品质检测,并对不同蛋白质含量的大麦品种及其相应麦芽的理化指标进行相关趋势分析。结果表明:参试品种中,大麦的蛋白质含量与其淀粉含量、水敏性、 β -葡聚糖含量、多酚物质含量都有相关关系;随蛋白质含量的增加,淀粉、多酚含量呈降低趋势,水敏性、 β -葡聚糖含量呈增长趋势;参试材料中,大麦的蛋白质含量与其相应的麦芽品质指标之间也存在着一定的相关性,随着蛋白质含量的增加,其脆度、微粉浸出率、 α -氨基氮含量、库值呈现降低趋势,黏度、 β -葡聚糖呈增长趋势。

关键词:大麦;蛋白质;品质;麦芽指标;趋势

中图分类号: S512.303 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2015)06-0278-03

由于大麦在我国并未被列入主要农作物的范围,通常被视为杂粮。大麦没有小麦、玉米等主要粮食作物的良种补贴及最低收购价制度,严重影响了农户的种植积极性。因此,加强大麦育种工作,选育优质专用品种,特别是当前大力选育优质专用啤用、饲用大麦品种,是推进我国啤酒及饲料工业健康发展的基础^[1-2]。大麦的蛋白质含量一直以来是育种及啤酒

生产企业关注的指标,是筛选优质啤酒大麦的关键指标之一,在啤酒酿造过程中,大麦的蛋白质含量对发芽、糖化、发酵以及最后成品啤酒的泡沫、风味、稳定性等质量指标都有很大的影响。酿造大麦蛋白质含量要求的范围是 9.0%~12.0%,但是近年来国产大麦的蛋白质含量超过 13%,甚至达到 15%^[3]。高蛋白质含量的大麦存在着蛋白质溶解困难、胚乳溶解不均匀、成品麦芽 β -葡聚糖含量高、黏度大、过滤慢等缺点。因此,选育出优质的大麦品种是一直以来是育种工作者的目标。为了探索蛋白质含量与大麦及麦芽品质指标间的相关趋势,本试验对甘肃省农业科学院经济作物与啤酒原料研究所的海拔试验材料进行品质检测,对大麦蛋白质含量与大麦以及麦芽品质的关系进行了相关趋势分析,以期初步判断大麦蛋白质含量及其相应品质指标之间的趋势提供参考。

收稿日期:2014-07-12

基金项目:国家大麦青稞产业技术体系西北育种岗位专家(编号: CARS-05)

作者简介:柳小宁(1973—),女,甘肃庄浪人,助理研究员,主要从事啤酒大麦育种及大麦和麦芽品质分析研究。E-mail: liuxiaoning9065@126.com。

通信作者:潘永东,研究员,主要从事大麦育种与栽培研究。E-mail: panyongdong1010@163.com。

随用药量的增加而显著增加。小麦收获前 26 d 施用多菌灵纯药 723 g/hm² 或在收获前 40 d 内施用多菌灵纯药 868 g/hm² 1 次,小麦收获前 38、30 d 内各施用多菌灵纯药 723 g/hm² 1 次,小麦籽粒中多菌灵残留量均有可能超过 0.05 mg/kg。应用多菌灵防治小麦赤霉病,为确保安全有效,可掌握在小麦齐穗至扬花初期尽早喷施,并严格注意用药量与安全间隔期。多菌灵纯药 1 次施用量为 723 g/hm² 时,距小麦收获的安全间隔期须掌握在 30 d 以上;若间隔 7~8 d 2 次用药,第 2 次用药期须确保达 33 d 以上;当多菌灵纯药 1 次用量为 868 g/hm² 时,距小麦收获的安全间隔期须达到 40 d 以上。本试验地当年小麦于 4 月 19 日达抽穗始盛,4 月 23 日、4 月 28 日分别进入抽穗期、扬花高峰期,扬花期持续到 5 月 6 日。据 5 月 23 日赤霉病情定局时调查,未用药防治区病穗率仅为 3.1%,病情指数 0.975,当年为轻发生;4 月 23 日至 5 月 6 日用药区防治效果达 80% 以上,其他时段用药小区的防治效果为 40%~70%,说明多菌灵对小麦赤霉病的防治效果较为理想,只要适期适度用药,既可达到控害防病的目的,

又可实现控残安全的目标。

参考文献:

- [1] 张长青,翟平平,洪少林,等. 7 种杀菌剂对小麦赤霉菌的抑制作用[J]. 中国植保导刊,2012,32(11):50-52.
- [2] 冯成玉,张光旺,刘建邦,等. 湿段天气在小麦赤霉病定量预报中的应用[J]. 植物保护学报,1998,25(3):231-234.
- [3] 崔航,王晓曦,付奎,等. 小麦赤霉病及控制技术进展[J]. 粮食流通技术,2013(2):33-36.
- [4] 杨荣明,吴燕,朱凤,等. 2010 年江苏省小麦赤霉病流行特点及防治对策探讨[J]. 中国植保导刊,2011,31(2):16-19.
- [5] 胡人卫,罗苹. 小麦中多菌灵残留量的快速测定[J]. 农药,1991,30(1):41-42.
- [6] 张玉婷,郭永泽,刘磊,等. 50% 多菌灵 WP 在小麦和土壤中残留动态研究[J]. 天津农业科学,2007,13(4):52-54.
- [7] 余向阳,骆爱兰,刘贤进. 小麦中多菌灵残留量的 HPLC 分析方法研究[J]. 现代农药,2004,3(1):17-19.