

· 研究论文 ·

## 嘧肽霉素在烟叶及土壤中的 残留分析及消解动态

李小芳<sup>1,2</sup>, 孙惠青<sup>1</sup>, 徐光军<sup>1</sup>, 张倩<sup>1</sup>, 相振波<sup>1</sup>,  
徐金丽<sup>1</sup>, 王金信<sup>\*2</sup>, 李义强<sup>\*1</sup>

(1. 中国农业科学院烟草研究所, 山东 青岛 266101;  
2. 山东农业大学植物保护学院, 山东 泰安 271018)

**摘要:** 研究建立了烟叶及土壤环境中嘧肽霉素残留的高效液相色谱(HPLC)检测方法: 鲜烟叶样品采用 V(乙腈): V(水) = 19: 1 的混合溶剂提取, 干烟叶及土壤样品采用 V(乙腈): V(水) = 17: 3 的混合溶剂提取, 经 PEP-SPE 固相萃取柱净化, HPLC 检测。结果表明: 在 0.05 ~ 2 mg/kg 添加水平下, 嘧肽霉素在鲜烟叶、干烟叶和土壤中的平均回收率分别为 82.7% ~ 89.6%、78.7% ~ 81.5% 和 79.6% ~ 97.8%, 相对标准偏差(RSD)分别为 4.9% ~ 5.7%、2.1% ~ 5.8% 和 3.2% ~ 6.1%; 烟叶和土壤中嘧肽霉素的最小检出量(LOD)均为 0.05 mg/kg。采用所建立的方法测定了田间不同施药剂量、施药次数和采收时间下烟叶及土壤样品中嘧肽霉素的消解动态及最终残留。结果表明: 嘧肽霉素在鲜烟叶和土壤中的半衰期分别为 3.4 ~ 5.1 d 和 1.3 ~ 3.1 d; 于烟草现蕾-成熟期, 以 2% 嘧肽霉素水剂按有效成分 28.2 ~ 42.3 g/hm<sup>2</sup> 的剂量施药 2 ~ 3 次, 距末次施药后 7、14 和 21 d, 烟叶及土壤中嘧肽霉素的残留量均低于 LOD 值(0.05 mg/kg)。

**关键词:** 嘧肽霉素; 烟叶; 土壤; 农药; 残留

DOI: 10.3969/j.issn.1008-7303.2013.02.14

中图分类号: 0657.72

文献标志码: A

文章编号: 1008-7303(2013)02-0211-06

## Residue and decline dynamics of cytosinpeptidemycin in tobacco and soil

LI Xiaofang<sup>1,2</sup>, SUN Huiqing<sup>1</sup>, XU Guangjun<sup>1</sup>, ZHANG Qian<sup>1</sup>,  
XIANG Zhenbo<sup>1</sup>, XU Jinli<sup>1</sup>, WANG Jinxin<sup>\*2</sup>, LI Yiqiang<sup>\*1</sup>

(1. Tobacco Research Institute of Chinese Academy of Agricultural Sciences, Qingdao 266101, Shandong Province, China;  
2. College of Plant Protection, Shandong Agricultural University, Tai'an 271018, Shandong Province, China)

**Abstract:** The field trial and sample analysis of cytosinpeptidemycin in tobacco leaf and soil were assessed. The sample of fresh tobacco leaf, cured tobacco leaf or soil was extracted with mixture of acetonitrile-water (19: 1 or 17: 3, V: V) and filtrated with PEP-SPE, and then determined with the high performance liquid chromatography (HPLC) equipped an ultraviolet (UV) detector. The limit of

收稿日期: 2012-10-11; 修回日期: 2012-12-05.

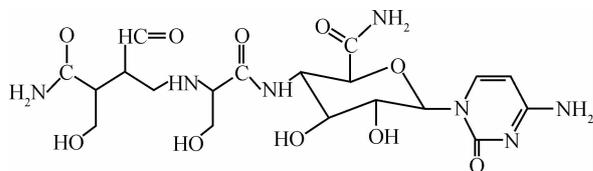
作者简介: 李小芳, 女, 硕士研究生, E-mail: qiang128fang@163.com; \* 李义强, 通信作者(Author for correspondence), 男, 博士, 副研究员, 主要从事烟草质量安全研究工作, E-mail: liyiqiang1008@163.com; \* 王金信, 共同通信作者, 男, 博士, 教授, 主要从事除草剂毒理及应用技术研究, E-mail: wangjx@sdau.edu.cn

基金项目: 国家烟草专卖局重点项目(TS-06-20110039; 110200902073).

detection (LOD) of this method was 0.05 mg/kg. The average additive recoveries fortified at 0.05 – 2 mg/kg levels were 82.7% – 89.6% in fresh tobacco leaf, and 78.7% – 81.5% in cured tobacco leaves, and 79.6% – 97.8% in soil. The half-lives of cytosinpeptidemycin in tobacco leaf ranged 3.4 – 5.1 d, and 1.3 – 3.1 d in soil, respectively. The results showed that the ultimate residue of cytosinpeptidemycin in cured tobacco leaves and soil sampled in different interval were below LOD, when 2% cytosinpeptidemycin AS was applied with the label recommended dose.

**Key words:** cytosinpeptidemycin; tobacco; soil; pesticide; residue

嘧肽霉素(cytosinpeptidemycin) (Scheme 1) 是一种新型、高效、低毒的胞嘧啶核苷肽类抗病毒农用抗生素<sup>[1-4]</sup>, 属低毒杀菌剂, 其作用机理是抑制病毒对 3H-亮氨酸(蛋白质合成前体物)的吸收, 同时促进寄主对 3H-亮氨酸的吸收。嘧肽霉素对烟草普通花叶病毒病、番茄病毒病、辣椒病毒病、瓜类病毒病以及玉米矮花叶病毒病等均有明显的防治效果<sup>[2-3]</sup>。



Scheme 1

随着嘧肽霉素在作物病毒病防治上应用越来越广泛, 其不同作物上使用的安全性亟待深入研究。目前已有采用反相高效液相色谱法(RPLC)测定嘧肽霉素发酵液抗真菌组分含量的研究报道<sup>[5]</sup>, 但对嘧肽霉素残留分析方法及其在烟叶和土壤环境中残留降解行为的研究尚未见报道。笔者采用高效液相色谱仪(HPLC)建立了一套快速、准确、灵敏的残留分析方法, 测定了嘧肽霉素在烟叶及土壤中的残留, 并探索了其在烟草植株及土壤中的环境归趋, 旨在为建立嘧肽霉素在烟草上的合理使用准则及残留限量(MRL)标准提供依据。

## 1 材料与方 法

### 1.1 试剂及仪器

嘧肽霉素(cytosinpeptidemycin)原药(纯度 > 97.5%)和 2% 嘧肽霉素水剂(AS)(由辽宁沈阳红旗林药有限公司提供)。甲醇为色谱纯, 其余试剂均为分析纯, 乙腈经重蒸处理; 室内试验用水均为去离子水。

LC-20AD prominemce 高效液相色谱仪(日本岛津公司, 附 SPD-20A UV 检测器); BS224S 万分之一电子天平(瑞士赛多利斯公司); SBEQ-CR1012

固相萃取装置(德国 CNW 公司)。

### 1.2 分析方法

1.2.1 样品提取 准确称取鲜烟叶样品 6.0 g(或干烟叶样品 3.0 g, 土壤样品 12.0 g), 置于 50 mL 离心管中。鲜烟叶样品中加入 40 mL V(乙腈): V(水) = 38:2 的混合溶剂, 干烟叶和土壤样品中各加入 40 mL V(乙腈): V(水) = 34:6 的混合溶剂。涡旋振荡提取 2 min, 超声提取 10 min 后再涡旋振荡提取 2 min, 超声提取 10 min。4 000 r/min 下离心 5 min, 取上清液置于 20 mL 试管中, 加入 1 g 氯化钠, 充分振荡、静置分层后, 取 1 mL 水相。其中土壤样品过 0.22 μm 滤膜后直接用液相色谱测定, 烟叶样品待进一步净化后测定。

1.2.2 净化 采用 Cleanert PEP-SPE 净化柱(150 mg/6 mL)。先用 5 mL 甲醇活化净化柱, 用 5 mL 水平衡, 弃去活化液; 加入 1 mL 烟叶样品提取液, 用 5 mL V(甲醇): V(水) = 5:95 的溶液洗脱 3 次; 收集洗脱液, 过 0.22 μm 滤膜, 待测定。

1.2.3 HPLC 检测条件 Waters Sun Fire-C<sub>18</sub> 色谱柱(4.6 mm × 150 mm, 5.0 μm); 柱温 30 °C; 流动相为 V(甲醇): V(0.01% 磷酸水溶液) = 5:95 的混合溶液(pH 4.0), 流速 0.8 mL/min; 检测波长 248 nm; 进样体积 10 μL。在此条件下, 嘧肽霉素的保留时间为 15.3 min。

1.2.4 标准曲线绘制 采用外标法定量<sup>[6]</sup>。准确称取 0.01 g 嘧肽霉素标准品, 用 0.01% 的冰乙酸水溶液(pH 4.0)溶解并定容至 100 mL, 用 V(乙腈): V(0.01% 冰乙酸水溶液) = 4:96 的混合溶液(pH 4.0)稀释成质量浓度分别为 0.05、0.1、0.5、1、5 和 10 mg/L 的标准溶液。按 1.2.3 节条件进行测定, 重复 3 次, 以进样质量浓度为横坐标, 色谱峰面积为纵坐标绘制标准曲线, 求得回归方程。

1.2.5 添加回收率测定 分别对鲜烟叶、干烟叶和土壤进行嘧肽霉素的添加回收率试验, 添加水平分别为 0.05、0.5 和 2 mg/kg, 每处理重复 5 次。按照所建立方法进行样品提取、净化及 HPLC 测定。

### 1.3 田间试验

按照《农药残留试验准则》<sup>[7]</sup>的相关要求,分别于2010和2011年在山东省青岛市和湖南省长沙市进行了2年2地的消解动态试验及最终残留试验。湖南试验点土壤为水稻土,烟草品种为云烟87;山东试验点土壤为壤土,烟草品种为中烟100。试验地肥力中等,行、株距为1.2 m×0.5 m,其他农事操作遵从当地烟草生产技术规范。处理和对照各重复3次,每小区面积30 m<sup>2</sup>,小区之间设保护行。

**1.3.1 消解动态试验** 2%嘧肽霉素水剂按有效成分42.3 g/hm<sup>2</sup>(1.5倍推荐高剂量)对水喷雾(用水量900 L/hm<sup>2</sup>),于烟草现蕾期叶面施药1次。分别于施药后1 h及1、3、5、7、14、21、28、35和42 d随机采集上、中、下部位烟叶,切碎后缩分,留样200 g, -20℃保存。同时采集烟叶空白样品作为对照。

同时选择周围空地土壤进行土壤中的消解试验。按照有效成分42.3 g/hm<sup>2</sup>的剂量对水稀释(用水量900 L/hm<sup>2</sup>),地表喷雾施药1次,分别于施药后1 h及1、3、5、7、14、21、28、35和42 d,用土壤取样器按“S型取样法”采集0~10 cm深土样,每次采样不少于10个点,采样量不少于1 kg,过2 mm筛后缩分,留样300 g, -20℃保存。同时采集土壤空白样品作为对照。

**1.3.2 最终残留试验** 2%嘧肽霉素水剂按有效成分28.2 g/hm<sup>2</sup>(推荐高剂量)和42.3 g/hm<sup>2</sup>(1.5倍推荐高剂量)对水喷雾(用水量900 L/hm<sup>2</sup>),于烟株现蕾-成熟初期施药,分别施药2次和3次,施药间隔期为7 d。分别于最后一次施药后7、14、21 d采集烟叶,每处理采样量不少于100片,三段式工艺烘烤,粉碎后缩分,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,过2 mm筛,缩分,留样300 g, -20℃保存。同时采集烟叶和土壤空白样品作为对照。

## 2 结果与分析

### 2.1 不同溶剂及提取方法对样品前处理效果的影响

比较了乙腈和水对烟叶中嘧肽霉素提取效果的影响。结果表明,用纯乙腈提取时效果不佳,用乙腈和少量水的混合溶液提取时效果较好,加入氯化钠可促使乙腈-水分层,目标农药在水相中出现,回收率超过90%。

同时比较了不同配比的甲醇-水淋洗液对嘧肽霉素的净化效果。结果表明,当V(甲醇):V(水)分别为9:1、1:1和1:9时,嘧肽霉素的回收率均在

90%以上,但净化效果随水相比比例的增加而提高。经过进一步优化改进,发现当V(甲醇):V(水)=5:95时对烟叶样品的净化效果最好(图1)。

### 2.2 方法的线性范围及检出限

外标法定量分析结果表明,在0.05~10 mg/L范围内,嘧肽霉素标准溶液峰面积(y)与进样质量浓度(x)之间呈良好的线性关系。线性回归方程为: $y = 32\ 358x + 655.80$ ,相关系数 $r = 0.9997$ 。根据最小添加水平得方法的检出限(LOD)为0.05 mg/kg。

### 2.3 添加回收率与方法的精密度

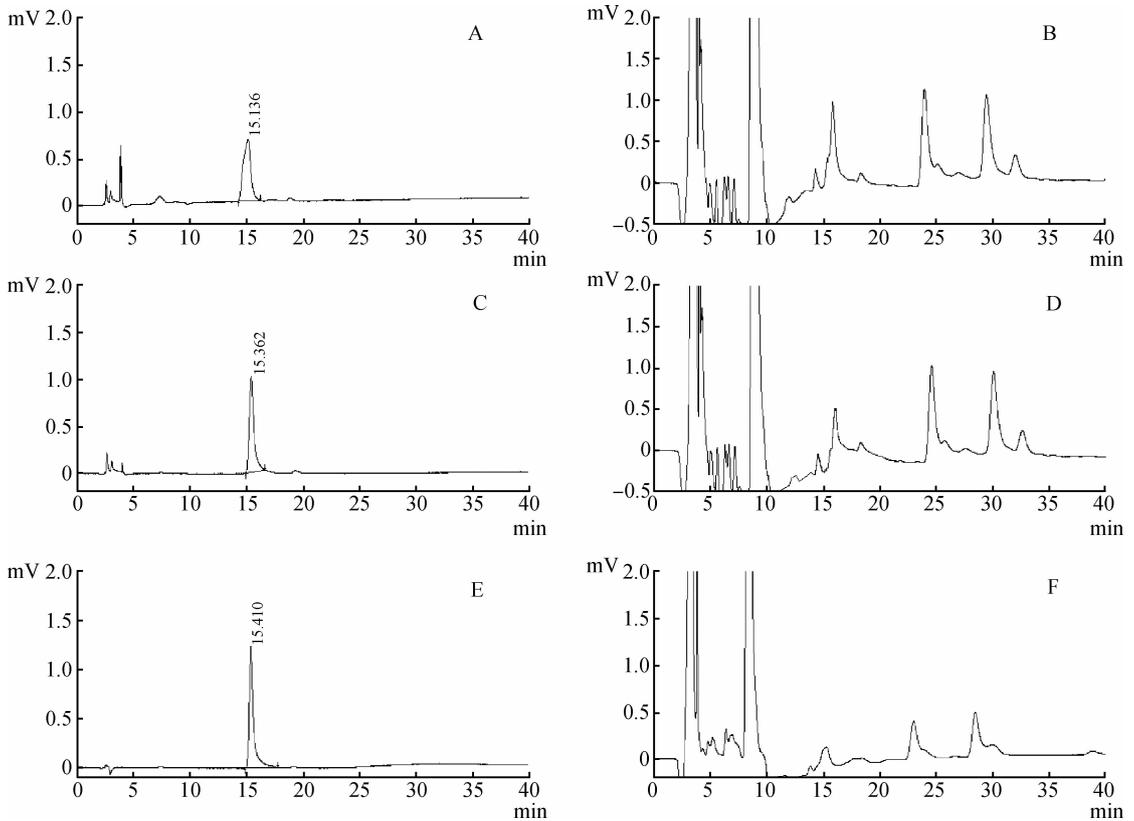
添加回收率结果见表1。在0.05~2 mg/kg添加水平下,嘧肽霉素在鲜烟叶中的平均回收率为82.7%~89.6%,相对标准偏差(RSD)为4.9%~5.7%;干烟叶中的平均回收率为78.7%~81.5%,RSD为2.1%~5.8%;土壤中的平均回收率为79.6%~97.8%,RSD为3.2%~6.1%。由表1和典型色谱图(图2)可看出,所建立方法对嘧肽霉素具有良好的分离效果,均符合农药残留分析的技术要求。

表1 嘧肽霉素在烟叶和土壤中的添加回收率( $n=5$ )  
Table 1 Fortified recoveries of cytosinpeptidemycin in tobacco and soil ( $n=5$ )

样本 Samples	添加水平 Spiked levels/ (mg/kg)	平均回收率 Average recovery/%	相对标准偏差 RSD/%
鲜烟叶 Fresh leaf	0.05	82.7	5.5
	0.5	87.8	5.7
	2	89.6	4.9
干烟叶 Dried leaf	0.05	79.2	5.8
	0.5	81.5	3.9
	2	78.7	2.1
土壤 Soil	0.05	79.6	6.1
	0.5	91.6	6.0
	2	97.8	3.2

### 2.4 嘧肽霉素在烟叶和土壤中的消解动态

2010和2011年山东和湖南2地的消解动态测定结果见图3和图4。施药后1 h,山东点烟叶中嘧肽霉素的原始沉积量分别为1.32和1.45 mg/kg,湖南点的原始沉积量分别为1.03和0.86 mg/kg;烟叶中嘧肽霉素的消解速率均较快,施药1 d后,嘧肽霉素在2地烟叶中的消解率分别达到22.4%、36.5%和37.7%、36.0%,3 d后消解率均超过50%,



A. 用  $V(\text{甲醇}):V(\text{水})=9:1$  洗脱时  $1\ \mu\text{g}/\text{mL}$  添加图谱; B. 用  $V(\text{甲醇}):V(\text{水})=9:1$  洗脱时烟叶样品空白图谱; C.  $V(\text{甲醇}):V(\text{水})=1:1$  时  $1\ \mu\text{g}/\text{mL}$  添加图谱; D.  $V(\text{甲醇}):V(\text{水})=1:1$  时烟叶样品空白图谱; E.  $V(\text{甲醇}):V(\text{水})=1:9$  时  $1\ \mu\text{g}/\text{mL}$  添加图谱; F.  $V(\text{甲醇}):V(\text{水})=1:9$  时烟叶样品空白图谱

A.  $V(\text{methanol}):V(\text{water})=9:1$  as elution of cytosinepeptidemycin at  $1\ \mu\text{g}/\text{mL}$ ; B. Blank tobacco leaves of  $V(\text{methanol}):V(\text{water})=9:1$  as elution solvent; C.  $V(\text{methanol}):V(\text{water})=1:1$  as elution of cytosinepeptidemycin at  $1\ \mu\text{g}/\text{mL}$ ; D. Blank tobacco leaves of  $V(\text{methanol}):V(\text{water})=1:1$  as elution solvent; E.  $V(\text{methanol}):V(\text{water})=1:9$  as elution of cytosinepeptidemycin at  $1\ \mu\text{g}/\text{mL}$ ; F. Blank tobacco leaves of  $V(\text{methanol}):V(\text{water})=1:9$  as elution solvent

图 1 不同净化方法下烟叶样品中嘧啶霉素残留的典型色谱图

Fig. 1 Chromatograms of cytosinepeptidemycin at different extraction-cleanup methods

14 d 后消解率均超过 90%。山东点土壤中嘧啶霉素的原始沉积量分别为 0.92 和 0.81 mg/kg, 湖南点分别为 1.20 和 0.75 mg/kg; 施药 1 d 后, 2 地土壤中嘧啶霉素的残留量均显著降低, 消解率分别达到 51.1%、44.1% 和 46.3%、31.7%, 3 d 后消解率均超过 50%, 10 d 后均超过 90%, 14 d 后, 2 地土壤中嘧啶霉素的残留量均低于检出限(0.05 mg/kg)。

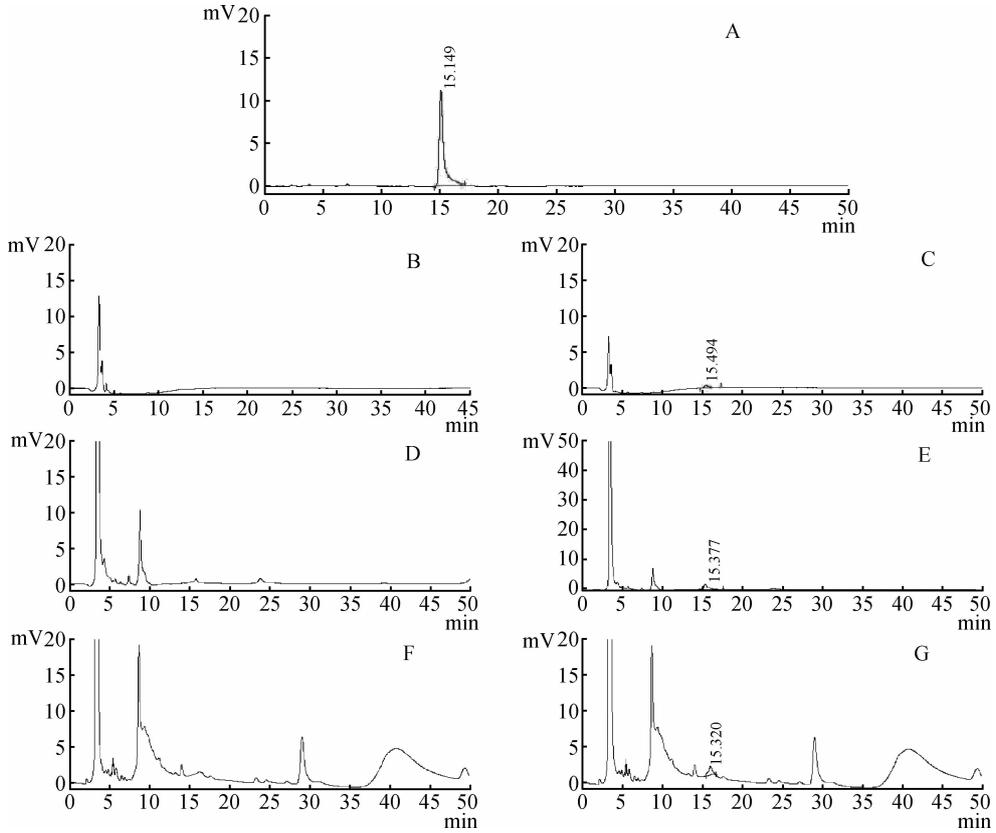
不同年份及不同试验点的结果显示, 由于受烟草品种、烟草生长阶段、施药或采样不均匀等因素的影响, 导致烟叶中农药的原始沉积量有所差异; 此外, 由于施药期间烟叶质量和体积迅速增长, 其生长稀释因素在降低烟叶中农药残留量方面也起着重要的作用<sup>[8-9]</sup>。土壤中嘧啶霉素的残留量受土壤有机质含量、pH 值、土壤质地、土壤墒情、施药均匀性、样品均匀性、温度及土壤微生物活性的影响。这些因

素可能是导致不同年份及不同试验点烟叶及土壤中嘧啶霉素降解速率存在差异的主要原因。

动力学方程拟合结果(见表 2)表明, 嘧啶霉素在烟叶和土壤中的消解符合一级动力学特征。2010 和 2011 年, 山东、湖南 2 地烟叶中嘧啶霉素的消解半衰期分别为 4.8、5.1 和 3.4、3.9 d, 土壤中的半衰期分别为 1.3、3.1 和 2.5、2.2 d, 表明嘧啶霉素在烟叶和土壤中降解均较快。根据我国农药在土壤中的降解等级划分标准<sup>[10]</sup>, 嘧啶霉素属于易降解性农药。

## 2.5 嘧啶霉素在烟叶和土壤中的最终残留

2% 嘧啶霉素水剂按有效成分 28.2 和 42.3 g/hm<sup>2</sup> 的剂量于烟株旺长期开始喷雾, 分别施药 2 次和 3 次, 距最后一次施药后 7、14、21 d, 山东和湖南 2 地烟叶和土壤中嘧啶霉素的残留量均为未检出(低于



A. 嘧肽霉素标样(5 mg/kg); B. 土壤空白; C. 土壤添加(0.05 mg/kg); D. 鲜烟叶空白; E. 鲜烟叶添加(0.5 mg/kg); F. 干烟叶空白; G. 干烟叶添加(0.5 mg/kg)  
 A. Standard chromatogram of cytosinpeptidemycin at 5 mg/kg; B. Blank soil; C. Soil fortified at 0.05 mg/kg; D. Blank fresh leaf; E. Fresh leaf fortified at 0.5 mg/kg; F. Blank dried leaf; G. Dried leaf fortified at 0.5 mg/kg

图2 嘧肽霉素的典型液相色谱图

Fig. 2 Typical HPLC chromatograms of cytosinpeptidemycin blank and fortified samples

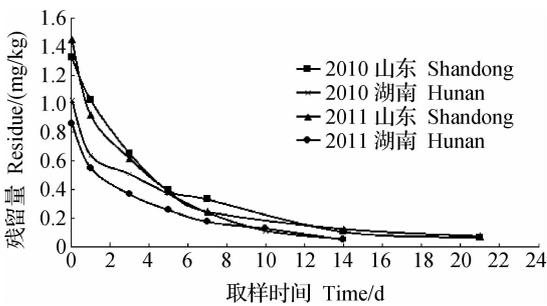


图3 嘧肽霉素在烟叶中的消解动态曲线

Fig. 3 Decline dynamics of cytosinpeptidemycin in tobacco leaves

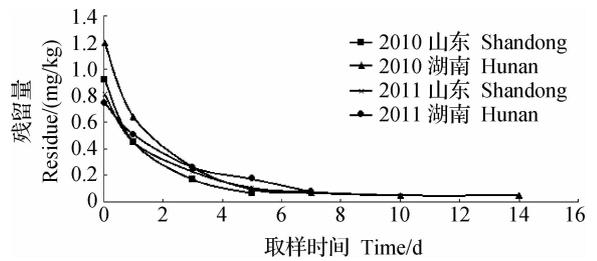


图4 嘧肽霉素在土壤中的消解动态曲线

Fig. 4 Decline dynamics of cytosinpeptidemycin in soil

表2 嘧肽霉素在烟叶和土壤中的消解动力学方程及其相关参数

Table 2 The decline dynamics equation and parameters of cytosinpeptidemycin in tobacco and soil

试验年份 Year	试验地点 Field site	样品类型 Sample type	消解动态方程 Decline dynamics equation	相关系数(r) Correlation coefficient	半衰期 Half-life/d
2010	山东 Shandong	鲜烟叶 Fresh tobacco	$c_t = 1.0308e^{-0.1437t}$	0.9572	4.8
		土壤 Soil	$c_t = 0.8413e^{-0.5141t}$	0.9921	1.3
	湖南 Hunan	鲜烟叶 Fresh tobacco	$c_t = 0.9361e^{-0.2035t}$	0.9903	3.4
		土壤 Soil	$c_t = 0.6037e^{-0.2789t}$	0.9446	2.5

续表(Continued)

试验年份 Year	试验地点 Field site	样品类型 Sample type	消解动态方程 Decline dynamics equation	相关系数( <i>r</i> ) Correlation coefficient	半衰期 Half-life/d
2011	山东 Shandong	鲜烟叶 Fresh tobacco	$c_t = 0.955 1e^{-0.135 2t}$	0.926 9	5.1
		土壤 Soil	$c_t = 0.609 8e^{-0.220 2t}$	0.767 6	3.1
	湖南 Hunan	鲜烟叶 Fresh tobacco	$c_t = 0.714 1e^{-0.188 3t}$	0.982 7	3.9
		土壤 Soil	$c_t = 0.725 2e^{-0.312 4t}$	0.990 3	2.2

LOD 值 0.05 mg/kg)。表明噁肽霉素在烟叶和土壤中降解较快,在烟叶上使用较安全。

### 3 结论

研究建立了采用高效液相色谱(HPLC-UV)测定烟叶和土壤中噁肽霉素残留的分析方法,检出限(LOD)为 0.05 mg/kg。方法的重现性好,操作简便,准确度、精密度及检出限均满足农药残留分析要求。

消解动态试验结果表明:噁肽霉素在烟叶和土壤中的消解均符合一级动力学方程,其在烟叶和土壤中的半衰期分别为 3.4~5.1 d 和 1.3~3.1 d;湖南试验点的消解速率快于山东试验点;土壤中的消解速率快于植株中。按照《化学农药环境安全评价试验准则》评价标准<sup>[10]</sup>,噁肽霉素在烟叶和土壤中属易降解性化合物。

2% 噁肽霉素水剂按推荐剂量和 1.5 倍推荐剂量分别施药 2 次(推荐次数)和 3 次(推荐次数增加 1 次),距最后一次施药后 7、14、21 d,噁肽霉素在烟叶和土壤中的最终残留量均低于其检出限 0.05 mg/kg。目前 FAO/WHO 均未对烟叶中噁肽霉素的 MRL 值作出规定,我国也尚未制定噁肽霉素在烟草及其他作物中的 MRL 标准,根据本研究结果,建议烟叶中噁肽霉素的 MRL 值可考虑暂定为 0.05 mg/kg。

### 参考文献(Reference):

- [1] 吴元华,朱春玉,杜春梅,等.噁肽霉素影响烟草花叶病毒 RNA 蓄积量的研究[J].病毒学报,2005,21(4):311-313.  
WU Yuanhua, ZHU Chunyu, DU Chunmei, et al. Influence of cytosinepeptidemycin on the accumulation of tobacco mosaic virus RNA in tobacco leaves[J]. *Chin J Virology*, 2005, 21(4): 311-313. (in Chinese)
- [2] 赵秀香,吴元华,杜春梅,等.新型农药噁肽霉素防治番茄病毒病药效[J].农药,2004,43(12):534-536.  
ZHAO Xiuxiang, WU Yuanhua, DU Chunmei, et al. Control of

tomato virus disease with cytosinepeptidemycin[J]. *Chin J Pestic*, 2004, 43(12):534-536. (in Chinese)

- [3] 吴元华,杜春梅,朱春玉.新型农抗噁肽霉素研究进展[J].云南农业大学学报,2003,18(4):135-136.  
WU Yuanhua, DU Chunmei, ZHU Chunyu. Research progress on agricultural antibiotics of cytosinepeptidemycin[J]. *J Yunnan Agric Univ*, 2003, 18(4):135-136. (in Chinese)
- [4] 朱春玉,吴元华,赵秀香,等.噁肽霉素抗烟草花叶病毒作用机理初步研究[J].植物病理学报,2006,36(4):314-316.  
ZHU Chunyu, WU Yuanhua, ZHAO Xiuxiang, et al. Action mechanism of cytosinepeptidemycin against tobacco mosaic virus[J]. *Acta Phytopathologica Sinica*, 2006, 36(4):314-316. (in Chinese)
- [5] 穆凌霄,伏颖,吴元华.噁肽霉素发酵液抗真菌组分的高效液相色谱分析[J].农药,2011,50(7):508-509.  
MU Lingxiao, FU Ying, WU Yuanhua. Analysis of the antifungal ingredient in cytosinepeptidemycin fermentation broth by HPLC[J]. *Agrochemicals*, 2011, 50(7):508-509. (in Chinese)
- [6] 朱国念.农药残留快速检测技术[M].北京:化学工业出版社,2008:59-61.  
ZHU Guonian. Technology for Rapid Detection of Pesticide Residues[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2008: 59-61. (in Chinese)
- [7] NY/T 788—2004, 农药残留试验准则[S].北京:中国农业出版社,2004.  
NY/T 788—2004, Guideline on pesticide residue trials[S]. Beijing: China Agriculture Press, 2004. (in Chinese)
- [8] GUPTA M, SHARMA A, SHANKER A. Dissipation of imidacloprid in orthodox tea and its transfer from made tea to infusion[J]. *Food Chem*, 2008, 106(1):158-164.
- [9] TEWARY D K, KUMAR V, RAVINDRANATH S D, et al. Dissipation behavior of bifenthrin residues in tea and its brew[J]. *Food Contr*, 2005, 16(3):231-237.
- [10] 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.  
Chemical pesticide environmental safety evaluation guidelines [Z]. Beijing: National Environmental Protection Agency, 2003. (in Chinese)

(责任编辑:唐静)