文章编号:1674-6139(2010)04-0035-03

阿维菌素在稻田水、土壤及稻米中的残留研究

徐浩然,杨仁斌,付强,廖海玉

(湖南农业大学农业环境保护研究所,湖南 长沙 410128)

摘　要:采用田间试验方法,应用HPLC法测定了阿维菌素在水稻水、土壤及稻米中的残留。结果表明:阿维菌素在稻田水、土壤及稻米中的平均添加回收率分别在85.51%~87.98%、78.57%~83.09%、82.74%~86.80%之间。阿维菌素的最小检出量为4.824×10^{-10} g,水、土壤、稻米中阿维菌素的最低检测浓度分别为0.001 mg/kg、0.014 mg/kg、0.01 mg/kg。该药属易分解农药($T_{1/2}<30$ d),按推荐使用剂量使用时收获的稻米是安全的[1]。

关键词:阿维菌素;水稻;残留;HPLC

中图分类号:X592　　**文献标识码**:A

Abamectin Residue in Water, Soil and Rice

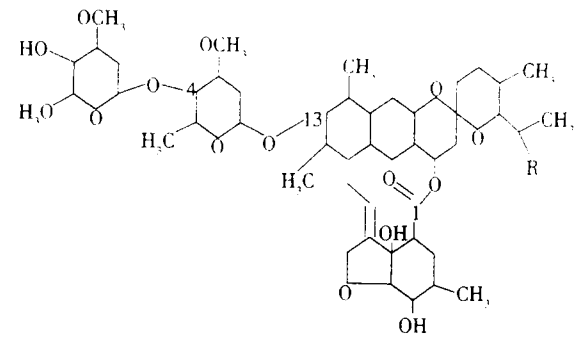
Xu Haoran, Yang Renbin, Fu Qiang, Liao Haiyu

(Institute of Agro-Environment Protection, Hunan Agricultural University, Changsha 410128, China)

Abstract: A field experiment was conducted to reveal the residue of Abamectin in water, soil and rice. The results showed that the recovery rate in the wate, soil and rice were 85.51%~87.98%, 78.57%~83.09%, 82.74%~86.80% respectively. The minimum detectable limits of the method was 4.824×10^{-10} g. The limit of quantification was 0.001 mg/kg for water, 0.014 mg/kg for soil and 0.01 mg/kg for rice. It was suggested that Abamectin belonged to non-persistent pesticides($T_{1/2}<30$ days).

Key words: abamectin; rice; residue; HPLC

阿维菌素,又叫爱比菌素、齐满素等,商品名爱福丁、灭虫丁、虫螨克等等[2],通用名Abamectin[3],最初由日本大村智等人从阿维链霉菌的发酵产物中分离出的,基本结构为十六元大环内酯二糖苷类化合物,由80% B1a和小于20% B1b组成,其杀虫活性之强和杀虫谱之广具有划时代意义[4]。阿维菌素为高毒杀虫剂,对鱼类和水生生物和蜜蜂高毒,对鸟类低毒[5]。适用作物有蔬菜、果树、棉花和花卉等,已在很多国家登记使用。其化学结构式为:



1　材料和方法

1.1　供试材料与试剂

阿维菌素标准品(纯度B1a 93.31%、B1b 95.27%(由农业部农药质量检测中心提供))。甲醇(色谱纯),丙酮、二氯甲烷、氯化钠、无水硫酸钠(均为分析纯)。

1.2　仪器设备

Agilent-1100型高效液相色谱仪(带UVD),CSF-1A超声波波发生器(上海超声波波仪器厂),SHA-B水浴恒温振荡器(金坛市医疗仪器厂),SHB-Ⅲ循环水式多用真空泵(郑州长城科工贸有限公司),旋转蒸发仪,紫外分光光度计,实验室常用玻璃仪器。

1.3　田间试验

1.3.1　消解动态试验

收稿日期:2009-11-03
基金项目:农业部农药残留项目(NRC20088037)
作者简介:徐浩然(1986-),女,河北正定人,在读硕士研究生,研究方向:环境污染物及检测技术。
通讯联系人:杨仁斌

在水稻分蘖期用20%阿维菌素·三唑磷微乳剂按24 L/hm²(有效成分阿维菌素48.0 g/hm²)兑水750 L/hm²稀释,对水稻植株和稻田封闭式喷雾施药1次,于施药后1 h、1、2、3、5、7、10、14、21、28、35、45天对水稻水、土壤、稻米样品进行采样和样品处理。

1.3.2 最终残留试验

选择未施用过阿维菌素的稻田,分别按高剂量和低剂量施药。低剂量处理:用20%阿维菌素·三唑磷微乳剂按1 200 mL/hm²(有效成分阿维菌素2.4 g/hm²)兑水750 L/hm²稀释,对水稻茎叶喷雾施药。高剂量处理:用20%阿维菌素·三唑磷微乳剂按2 400 mL/hm²(有效成分阿维菌素4.8 g/hm²)兑水750 L/hm²稀释,对水稻茎叶喷雾施药,施药时期同低剂量处理。同时设一个空白对照,共5个试验小区。于最后一次施药后第15、20、30 d采样,运回实验室待制备。

1.4 分析方法

1.4.1 阿维菌素残留动态分析方法

稻田水:取100.0 ml稻田水于分液漏斗中,加入20 ml 5% NaCl溶液,用二氯甲烷(30 mL、20 mL、20 mL)萃取,收集有机相,浓缩近干,用甲醇定容后过0.45 μm膜,待HPLC测定。

稻田土:称取20.0 g稻田土壤于具塞三角瓶中,加入50 mL丙酮,振荡提取1 h,减压抽滤,滤液浓缩近干,用甲醇定容后过0.45 μm膜,待HPLC测定。

稻米:称取稻米样品10.0 g于具塞三角瓶中,加入50 mL二氯甲烷,振荡提取1 h,减压抽滤,滤液经无水硫酸钠干燥后,40℃浓缩近干,用甲醇定容后过0.45 μm膜,待HPLC测定[6]。

1.4.2 液相色谱测定条件

流动相:甲醇:水=91:9(V/V);流速:0.4 mL/min;柱温:25℃;检测波长:245 nm;进样量:20 μL。在上述色谱条件下,阿维菌素的色谱保留时间为14 min。

1.4.3 结果与计算

外标法定量:阿维菌素峰面积(y)与浓度(x)在0.48 ng~240.6 ng范围内呈线性相关,其线性回归方程为:$y = 3.512\,2x + 5.101\,5$,相关系数为$R^2 = 0.998\,4$。阿维菌素标准溶液图见图1,标准曲线见图2。

1.4.4 方法的灵敏度、准确性与精密度

在上述色谱条件下,阿维菌素的最小检出量为4.824×10^{-10} g。水样、土样、稻米中的阿维菌素的

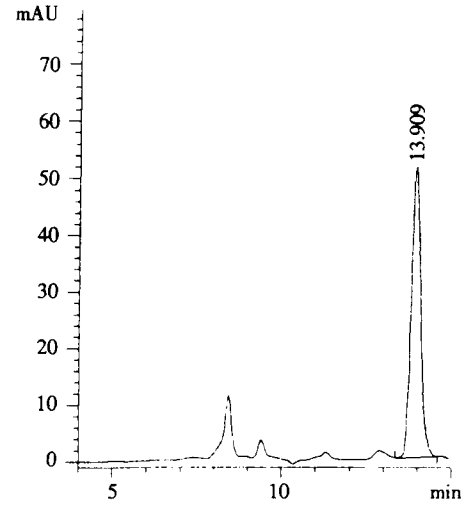


图1 阿维菌素标准溶液

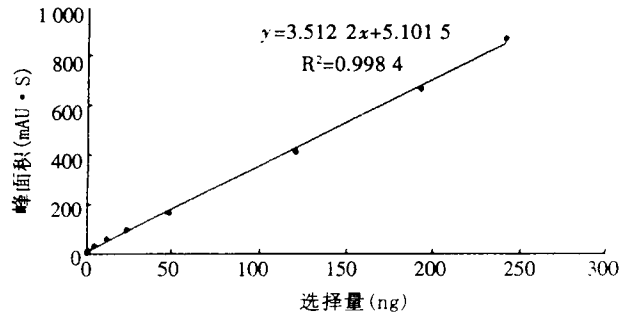


图2 阿维菌素标准曲线

最低检出浓度分别为0.001 mg/kg、0.014 mg/kg、0.01 mg/kg。

添加不同浓度的阿维菌素标准溶液(0.01 mg/l、0.1 mg/l、1.0 mg/l)于空白的水稻水、土壤和稻米中,按上述提取净化和测定步骤进行添加回收率实验。结果表明,阿维菌素在稻田水、土壤和稻米中的平均添加回收率分别在85.51%~87.98%、78.57%~83.09%、82.74%~86.80%之间,变异系数分别在2.49%~3.84%、3.70%~6.51%、2.55%~4.56%之间。分析方法的准确度、灵敏度、精密度均符合残留分析方法要求。

2 结果与分析

2.1 阿维菌素的降解

2.1.1 阿维菌素在水中的降解

长沙试验结果表明:阿维菌素在水中的原始附着量为0.1 mg/kg,$c = 0.109\,e^{-1.336\,7t}$,半衰期$T_{1/2} = 0.52$ d,$R^2 = 0.997\,7$;杭州试验结果表明:阿维菌素在水中的原始附着量为0.09 mg/kg,$c = 0.098\,8\,e^{-0.051\,5t}$,半衰期$T_{1/2} = 0.81$ d,$R^2 = 0.947\,2$;长春试验结果表明:阿维菌素在水中的原始附着量为0.07 mg/kg,$c = 0.068\,9\,e^{-0.634\,7t}$,半衰期$T_{1/2} = 1.09$ d,R^2

=0.956 4。降解图见图3。

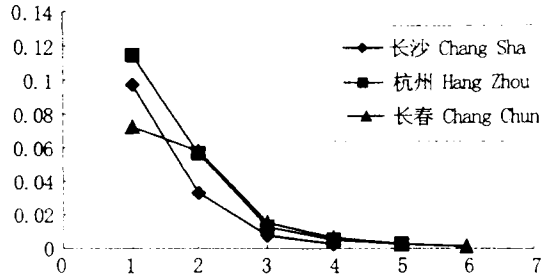


图3 阿维菌素在水样中的降解曲线

2.1.2 阿维菌素在土壤中的降解

长沙试验结果表明:阿维菌素在土壤中的原始附着量为0.04 mg/kg,$c=0.039\ 3\ e^{-0.329\ 9t}$,半衰期$T_{1/2}=2.10$ d,$R^2=0.935\ 6$;杭州试验结果表明:阿维菌素在土壤中的原始附着量为0.04 mg/kg,$c=0.038\ 5\ e^{-0.151\ 4t}$,半衰期$T_{1/2}=4.56$ d,$R^2=0.977\ 1$;长春试验结果表明:阿维菌素在土壤中的原始附着量为0.030 8 mg/kg,$c=0.030\ 8\ e^{-0.155\ 8t}$,半衰期$T_{1/2}=4.45$ d,$R^2=0.979\ 9$。降解图见图4。

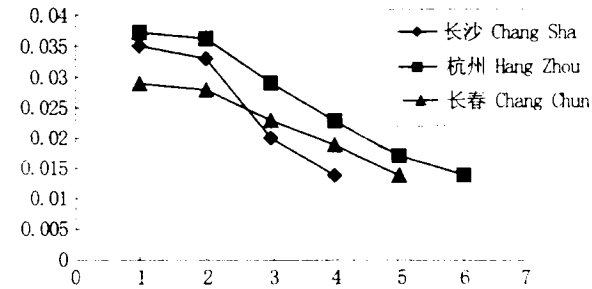


图4 阿维菌素在土样中的降解曲线

2.1.3 阿维菌素在稻米中的降解

长沙试验结果表明:阿维菌素在稻米中的原始附着量为1.05 mg/kg,$c=1.050\ 6\ e^{-0.010t}$,半衰期$T_{1/2}=1.12$ d,$R^2=0.989\ 4$;杭州试验结果表明:阿维菌素在稻米中的原始附着量为1.0 mg/kg,$c=0.989\ e^{-0.492t}$,半衰期$T_{1/2}=1.41$ d,$R^2=0.983\ 1$;长春试验结果表明:阿维菌素在稻米中的原始附着量为0.5 mg/kg,$c=0.549\ 7\ e^{-0.296\ 5t}$,半衰期$T_{1/2}=2.34$ d,$R^2=0.953\ 6$。降解图见图5。

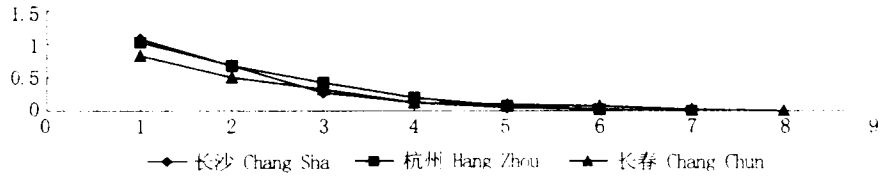


图5 阿维菌素在稻米中的降解曲线

2.2 阿维菌素的最终残留测定结果

经阿维菌素低剂量和高剂量处理后,至水稻收获时,根据分析测试结果表明:两年三地试验地的稻田土壤和稻米中阿维菌素残留量均未检出(土样<0.014 mg/kg;稻米<0.01 mg/kg)。

3 小结与讨论

(1)采用二氯甲烷提取,液相色谱测定,外标法定量,研究了阿维菌素在稻田水、土壤和稻米中的残留分析方法。结果表明:阿维菌素的最小检出量为4.824×10^{-10} g。水样、土样和稻米中的阿维菌素的最低检出浓度分别为0.001 mg/kg、0.014 mg/kg、0.01 mg/kg。在水稻二化螟卵孵盛期,按推荐使用剂量用20%阿维菌素·三唑磷微乳剂按1 200 mL/hm^2(有效成分阿维菌素2.4 g/hm^2)兑水750 L/hm^2稀释,对水稻植株喷雾,收获的稻米食用是安全的。

(2)实验结果表明在中国自然条件下,阿维菌素在稻田水、土壤和稻米中的消解较快,且南方比北方消解快,气温可能是促进阿维菌素消解的主要原因。

(3)中国尚未制定阿维菌素在水稻上的MRL值,笔者建议中国对阿维菌素在水稻中MRL值暂定为0.01 mg/kg。

参考文献:

[1]李恒,杨仁斌,等.福美双在水稻和稻田土壤中残留动态研究[J].农药科学与管理,2009,30(2).

[2]徐映明,朱文达.农药问答[M].北京:化学工业出版社,2005:154-155.

[3]Joan A Lasota, Richard A Dybas. Avermectins, a novel class of compounds: implications for use in Arthropod pest control[J]. Annu Rev Entomol, 1991, 36:91-117.

[4]M. H Fisher. Ivermectin and Avermectin chemistry, Springer-Verlag[M]. Berlin, 1989:1-23.

[5]Miller TW. Avermectin: a New Family of Potent Anthelmintic agents, Producing Organism and Fermentation, Antimicrob[J]. Agents Chemother, 1997, 15:368-371.

[6]郑立国,杨仁斌,李蓓,等.虱满脲在棉花和土壤中的残留动态[J].生态与农村环境学报,2009,25(3):109-112.