乙酰甲胺磷在辣椒上的残留消解动态研究

陈恩祥,周艳琳*,陈新来,李宝林,马刚,王丽梅,唐文娟 (武威市农产品质量安全监督管理站,甘肃武威 733000)

摘要 [目的]了解乙酰甲胺磷在辣椒上的残留消解规律。[方法]采用田间试验和气相色谱分析方法,研究了30%乙酰甲胺磷乳油在辣椒上的消解动态和最终残留。[结果]乙酰甲胺磷在辣椒中的初始沉积量因不同施药剂量存在较大差异,施药剂量越大,初始沉积量越高;残留消解动态符合一级动力学方程;1000倍液和500倍液2种施药量的降解速率基本相似,半衰期分别为1.6和1.7d;乙酰甲胺磷在辣椒上的最大残留量(MRL值)推荐值为1 mg/kg,1000倍液和500倍液茎叶喷雾后,农药残留量降解到该值时所需时间分别为1.5和2.3d,符合蔬菜质量安全标准。[结论]为乙酰甲胺磷在甘肃河西走廊及相似地区的科学合理使用提供了理论依据。

关键词 乙酰甲胺磷;辣椒;残留;消解动态

中图分类号 S481⁺.8 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2014)29-10177-02

Residues Degradation Dynamics of Acephate in Pepper

CHEN En-xiang, ZHOU Yan-lin*, CHEN Xin-lai et al (Supervision and Management Station of Agricultural Produces Quality and Safety of Wuwei City, Wuwei, Gansu 733000)

Abstract [Objective] The aim was to understand residues degradation dynamics of acephate in pepper. [Method] The residue dynamics and final residues of 30% acephate EC in pepper were studied by field experiment and gas chromatography analysis. [Result] The initial residues of 30% acephate EC in pepper for different application dosages had relatively large difference; the initial residues increased with the increase of application dosages. Degradation dynamics was in conformity with the first-order dynamic equation. The degradability rates of different application dosages were similar, and the half-life were 1.6 d and 1.7 d in pepper when application dosages were 1 000 times and 500 times respectively. The maximum residue limit of 30% acephate EC was recommended 1 mg/kg in pepper, and its degradation time were 1.5 d and 2.3 d respectively when application dosages were 1 000 times and 500 times, meeting the security standard of vegetables. [Conclusion] The results provide theoretical basis for the rational use of acephate along the Hexi Corridor in Gansu as well as similar areas.

Key words Acephate; Pepper; Residues; Degradation dynamics

乙酰甲胺磷又名高灭磷,属低毒杀虫剂。该制剂在辣椒上使用重点防治蚜虫、白粉虱和蓟马,具有内吸、胃毒和触杀作用,并可杀卵。辣椒是一种营养丰富、四季皆宜的大宗蔬菜品种。甘肃省武威市 2012 年日光温室辣椒栽培面积已超过 2 660 万 hm²,每年露地种植面积超过 5 330 万 hm²。因此,研究乙酰甲胺磷在日光温室栽培辣椒中的残留降解规律,对于辣椒生产规范化、标准化栽培及制定安全使用标准具有重要意义。目前国内对乙酰甲胺磷在辣椒中残留的研究报道很少。为此,笔者研究了乙酰甲胺磷在辣椒上的残留消解规律,旨在为该农药在甘肃河西走廊及相似地区的科学合理使用提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料

- 1.1.1 供试药剂。30% 乙酰甲胺磷乳油由山东华阳科技股份有限公司生产;农药标准品由农业部环境保护科研检测所提供,浓度 100 μg/ml;有机试剂购自天津红岩化学试剂有限公司,经2次蒸馏后使用。
- 1.1.2 主要仪器。Agilent 6890N 气相色谱仪(配 FPD 检测器),安捷伦科技(中国)有限公司生产。
- 1.1.3 供试作物。辣椒品种为陇椒2号,日光温室栽培。
- **1.2 试验设计** 设 2 个浓度处理,即以乙酰甲胺磷推荐的用药高剂量(540 g a. i. /hm²)作为残留试验的低剂量(1 000

照,并设空白做校正。详细记录试验期间耕作措施(如灌溉、施肥等)、气象条件(如外界气温变化、天气过程等)、物候期及其他农药应用情况等。
1.3 样品采集与处理
1.3.1 样品采集。采用在同小区同处理一次施药多次采样的试验方法。按农药残留试验准则^[1],施药后分别于当天(2h内)、1、3、5、7、14d采集果实样品。平行线式取样。避免在

倍液),其2倍剂量(1080ga.i./hm²)作为残留试验的高剂

量(500 倍液)。小区面积 28 m²,每个处理 3 次重复。2013

年2月在甘肃省武威市凉州区永昌镇石碑村于辣椒采摘结

東前 30 d,按照用药量由低到高的顺序,用当地使用的工农-

16型背负式喷雾器,常规喷雾施药法在辣椒叶片正反面均匀

喷洒药液。喷洒药液量为 1 125 kg/hm²。喷等量清水做对

- 1.3.1 样品米集。米用在同小区同处埋一次施约多次米样的试验方法。按农药残留试验准则^[1],施药后分别于当天(2h内)、1、3、5、7、14d采集果实样品。平行线式取样。避免在地头、试验区边缘取样(留0.5m边缘),避免采集有病、过小或未成熟的样品,按规定采集所有可食用的部分。先采集对照区样品,再按剂量从小到大顺序采集其他处理样品,每次每样品采集量为1.5kg。
- 1.3.2 样品处理。采集、包装运输和处置过程中尽量避免样品表面残留农药的损失,粘附的土壤等杂物可用软刷子或干布擦抹,并避免交叉污染和暴露。采回样品在12 h 内打浆冷藏,写好标签,并完整、正确记录资料。

1.4 分析方法

1.4.1 样品的前处理。称取 25 g 试样,加入 50 ml 乙腈高速 匀浆 2 min 后用滤纸过滤,滤液收集到盛有 5 ~7 g 氯化钠的 100 ml 具塞量筒中,收集滤液 40 ~50 ml,盖上塞子,剧烈振荡 1 min,在室温下静置 30 min,使乙腈相和水相分层。从具塞量筒中吸取 10 ml 乙腈溶液,放入 150 ml 烧杯中,将烧杯

基金项目 甘肃省科技支撑计划项目(GS04521)。

作者简介 陈恩祥(1962 -),男,甘肃民勤人,农艺师,从事农药残留检测和植保工作。*通讯作者,农艺师,从事农药残留检测监管工作。

收稿日期 2014-08-26

放在80 ℃水浴锅上加热,杯内缓缓通入氮气或空气流蒸发近干,加入2 ml 丙酮溶解样品,并转移至15 ml 刻度离心管中,再用约3 ml 丙酮分3次冲洗烧杯,并转移至离心管中,最后定容至5 ml,在漩涡混合器上混匀,供色谱测定。

1.4.2 气相色谱分析条件。色谱柱 HP-5(30 m×0.32 mm×0.25 μ m);柱温 130 ℃保持 1 min,然后以 10 ℃/min 升至 205 ℃保持 1 min,检测器温度 240 ℃,进样口温度 280 ℃;载气:N₂,流速 10 ml/min;燃气:H₂,流速 75 ml/min;助燃气:空气,流速 100 ml/min;进样量:1 μ l;进样方式:不分流进样;峰面积外标法定量。

2 结果与分析

2.1 乙酰甲胺磷在辣椒上的残留消解动态

2.1.1 乙酰甲胺磷在辣椒上的残留降解动态^[2-3]。由图 1 可见,施药后 2 种使用剂量的初始沉积量差异较大。使用的剂量越大,初始沉积量越高。施药后第 5 天 1 000 倍液和500 倍液的残留降解率分别达 71.74%和78.06%,具有明显的降解拐点;施药后第 14 天残留降解率分别达 92.20%和93.29%。

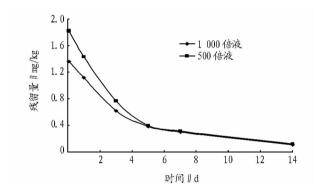


图1 乙酰甲胺磷在辣椒上的残留消解动态

2.1.2 降解模型。表 1 表明,乙酰甲胺磷在辣椒上的消解过程符合动力学一级降解模型^[4]。喷洒 1 000 倍液和 500 倍液后,乙酰甲胺磷在辣椒上的初始沉积量分别为 1. 359 和 1. 819 mg/kg;动力学一级方程分别为 C=1.388 4e $^{-0.243}$ 51 和 C=1.867 5e $^{-0.2843}$ 1,相关系数(r)分别为 0. 992 3 和 0. 993 4,降解系数(k)分别为 0. 243 5 和 0. 284 3,半衰期分别为 1. 6 和 1. 7 d;对辣椒茎叶喷雾后,农药残留量降解到辣椒上乙酰甲胺磷限量标准(MRL 1 mg/kg)以下的时间分别需 1. 5 和 2. 3 d,符合乙酰甲胺磷登记试验所推荐的 7 d 安全间隔期。

表 1 乙酰甲胺磷在辣椒上的消解动态

乙酰甲胺磷浓度	消解动态方程	相关系数(r)	$DT_{50}/\!/\mathrm{d}$
1 000 倍液	$C = 1.388 4e^{-0.243 5t}$	0.992 3	1.6
500 倍液	$C = 1.867 5e^{-0.284 3t}$	0.993 4	1.7

2.2 乙酰甲胺磷在辣椒上的最终残留量[3] 由表 2 可知,

施用乙酰甲胺磷 1 000 倍液和 500 倍液在辣椒上第 3 和第 7 天的残留量分别为 0.622、0.298 和 0.768、0.314 mg/kg。 茎叶喷雾 3 d 后,2 种浓度残留量均完全降低到限量标准(MRL 1 mg/kg)值以下。

表 2 乙酰甲胺磷在辣椒上的最终残留量

乙酰甲胺磷浓度	取样间隔	残留量//mg/kg
1 000 倍液	2 h	1.359
	1 d	1.116
	3 d	0.622
	5 d	0.384
	7 d	0.298
	14 d	0.106
500 倍液	2 h	1.819
	1 d	1.431
	3 d	0.768
	5 d	0.399
	7 d	0.314
	14 d	0.122

3 结论与讨论

喷洒 30% 乙酰甲胺磷乳油在辣椒上的初始沉积量高低与施用剂量密切相关,剂量越大,初始沉积量越高。1000 倍液和500 倍液 2 种使用浓度残留降解规律均符合一级动力学关系。不同施用剂量的降解速率基本相似,半衰期为1.6~1.7 d。

我国于2012年新修订的乙酰甲胺磷残留限量(MRL)标准规定,乙酰甲胺磷在蔬菜(辣椒通用)中的最高残留限量为1 mg/kg。根据该标准,使用30%乙酰甲胺磷乳油1000倍液和500倍液对辣椒茎叶喷雾后,其残留量降低到限量标准以下的时间分别需1.5 和2.3 d。因此,在生产中使用30%乙酰甲胺磷乳油1000倍液和500倍液进行茎叶喷洒防治辣椒生长期害虫,残留符合蔬菜质量安全标准。建议大面积推广应用。

试验期间虽然没有其他农药的交互干扰,但试验前后农药的应用情况以及日光温室耕作措施、气象条件和物候期等因素对残留试验的影响仍有待进一步研究。

参考文献

- [1] 中华人民共和国卫生部,中华人民共和国农业部,食品中农药最大残留限量(GB2763-2012)[S]. 北京:中国质检出版社,中国标准出版社,2012.
- [2]尚艳芬,赵海香,史文礼,等.蔬菜中农药残留快速检测与色谱法检测结果的比较分析[J].农药,2009(1):39-42.
- [3] 农业部农药检定所. 农药合理使用准则实用手册[K]. 北京:中国标准出版社,2002.
- [4] 邬金飞,庄亚其,徐力斌. 毒死蜱在大棚和露天莴笋上残留分解探讨 [J]. 上海农业科技,2009(6):36-37.
- [5] 向锋. 一级动力学反应方程参数中若干问题的讨论[J]. 农村生态环境,1998(3):20-25.