

中图分类号: S532 文献标识码: A 文章编号: 1672-3635(2011)06-0360-03

病虫害防治

噻虫嗪种衣剂在马铃薯根中的残留动态分析

张海英¹, 陆磊², 胡梅³, 郭建国¹, 刘永刚^{1*}

(1. 甘肃省农科院植物保护研究所, 甘肃 兰州 730070; 2. 甘肃省分析测试中心, 甘肃 兰州 730000;
3. 甘肃省农科院农业测试中心, 甘肃 兰州 730000)

摘要: 建立一种高效液相色谱分析方法, 用于测定马铃薯根中噻虫嗪种衣剂的残留量, 该方法的添加回收率为 89.33%~91.80%, 最低检出量为 0.001 g, 最低检出质量分数为 0.001 mg / kg。该试验还通过运用两种不同的包衣方式, 研究了噻虫嗪在马铃薯根中的残留消解动态。试验结果表明, 在两种不同的包衣方式下, 噻虫嗪在马铃薯根中的消解速度都较为缓慢, 先包衣后切块的半衰期为 17.96 d, 而先切块后包衣的半衰期为 15.13 d, 两者持效期都较长, 但不会长期存在于马铃薯根中。

关键词: 噻虫嗪; 种衣剂; 马铃薯根; 残留动态

Residual Dynamics of Thiamethoxam in Potato Roots

ZHANG Haiying¹, LU Lei², HU Mei³, GUO Jianguo¹, LIU Yonggang^{1*}

(1. Institute of Plant Protection, Gansu Academy of Agricultural Sciences, Lanzhou, Gansu 730070, China;
2. Analysis and Testing Center of Gansu, Lanzhou, Gansu 730000, China;
3. Center of Agricultural Products Test, Gansu Academy of Agricultural Sciences, Lanzhou, Gansu 730070, China)

Abstract: An analytical method was developed for determining residues in roots of potatoes grown from the seeds coated with thiamethoxam. This method was characterized by recovery rates between 89.33% and 91.80%, LOD at 0.001 g and sensitivity of 0.001 mg / kg. The residual dynamics of thiamethoxam in potato roots by two different approaches of seed coating was studied in the experiment. The results showed that the degradation rates of thiamethoxam were slow in potato roots by two different approaches of seed coating. The half-lives of thiamethoxam was 17.96 d in roots of potatoes grown from the seeds which were dressed with medicine before cutting, and the half-lives of thiamethoxam was 15.13 d in roots of potatoes from seeds which were cut before dressing with medicine. In a word, thiamethoxam had a long residual activity, but the activity would not exist for a long time in the potato roots.

Key Words: thiamethoxam; seed coating; potato roots; residual dynamics

噻虫嗪(Thiamethoxam)是瑞士先正达作物保护有限公司开发的一种结构新颖、高效低毒、广谱型的第二代新烟碱类杀虫剂, 可用于茎叶处理、种子处理、土壤处理, 对害虫具有良好的胃毒、触杀活性、强内吸传导性和渗透性, 作用速度快、持效期长, 可以有效防治鳞翅目、鞘翅目、缨翅目以及同翅目害虫, 可有效防治各种蚜虫、马铃薯甲虫、叶

蝉、飞虱类、粉虱、金龟子幼虫、跳甲、线虫、地面甲虫、潜叶蛾等害虫, 施药后, 可被作物根、叶片迅速吸收, 并传导到植株各部位^[1-2]。目前有关噻虫嗪通过喷雾防治害虫后, 在蔬菜、茶叶、土壤中的残留状况报道较多^[3-7], 在马铃薯中的相对很少^[8], 尤其通过种衣剂包衣后, 噻虫嗪在马铃薯中残留状况的研究至今仍未见报道。随着人们对环境保护意

收稿日期: 2010-06-01

基金项目: 国家科技支撑计划(2006BAD21B05); 国家公益性行业(农业)科研专项经费项目(200803024); 甘肃省农科院科技支撑计划项目。

作者简介: 张海英(1978-), 女, 助理研究员, 从事农作物病虫害防治研究。

* 通信作者(Corresponding author): 刘永刚, 主要从事农作物病虫害研究, E-mail: liuyg1972@yahoo.com.cn。

识的增强, 农用化学药剂的施用方式已不仅局限于叶面施用, 而且大多已转移到种子处理上^[9], 因此, 研究种子处理后药剂在植物体内的残留状况对作物无公害生产及农药的安全使用具有重要意义。

2010 年我们利用 1.2% 噻虫嗪种衣剂对马铃薯种薯进行了两种不同方式的包衣, 研究了噻虫嗪在马铃薯植株茎叶、根部及薯块中的残留分析方法和残留消解动态, 通过苗期试验证明了该种衣剂对马铃薯出苗及生长安全。本文将噻虫嗪在马铃薯根中的残留动态做一分析, 旨在为噻虫嗪作为种子处理剂制定合理的残留量检测标准提供依据, 同时也为噻虫嗪在其它作物体内的残留分析提供参考。

1 材料与方法

1.1 供试材料

供试药剂: 自制 1.2% 噻虫嗪种衣剂(噻虫嗪原药购自江苏盐城福利德化工有限责任公司)

供试作物: 马铃薯品种陇薯 3 号。

1.2 主要仪器与试剂

Water1525 高效液相色谱仪, 2478 紫外检测器, Empower 软件, 旋转蒸发仪; 试剂均为分析纯, 甲醇、二氯甲烷、2 mol/L 的盐酸、5% 氯化钠水溶液; 标准储备溶液: 准确称取噻虫嗪(纯度 $\geq 99.9\%$)标准品 1 mg, 于 1 mL 棕色试管中, 用甲醇定容, 标准溶液的浓度为 1 mg/mL。

1.3 试验方法

1.3.1 拌种方式

处理①: 使用 1.2% 噻虫嗪种衣剂 833 g / 100 kg 种薯直接拌种(在此剂量下对马铃薯出苗安全且经济), 在自然条件下风干后, 按照芽眼位置将种薯切成小块, 备用。

处理②: 先将种薯按照芽眼位置切成小块, 然后再按照 833 g / 100 kg 种薯的使用剂量拌种马铃薯切块, 在自然条件下风干后备用。

1.3.2 样品采集方法

待马铃薯苗长至 10 cm 高时(即马铃薯播种后 60 d)按不同处理随机 5 点取样, 每处理 3 次重复, 该次为第一次采样, 以后按 7、14、21、35、40、54、68、82、96 d 的间隔期依次取样, 分别测定残留量, 分析两种拌种方式下噻虫嗪在马铃薯根中的消解动态。

1.3.3 样品处理方式

预处理: 将马铃薯的根用组织搅碎机搅碎, 充分混匀, 四分法分装在冻存管中, 于 -15°C 冰箱中保存。

提取: 准确称取 20.0 g 样品置于 100 mL 三角烧瓶中, 加入 2 mol/L 的盐酸 5 mL 和甲醇 80 mL, 混摇后超声提取 30 min。过滤, 用 20 mL 甲醇分两次清洗残渣, 合并。移入 1 000 mL 的分液漏斗中, 加入 5% NaCl 水溶液 80 mL, 用二氯甲烷 30 mL 分别萃取两次, 过无水硫酸钠层脱水, 于 50°C 水浴中旋转蒸发浓缩至近干, 用甲醇定容至 1 mL, 过微孔 $0.45\ \mu\text{m}$, 进行液相色谱测定, 外标法进行定性和定量分析。

1.3.4 色谱条件

色谱柱: Novapak C_{18} 不锈钢柱[150 mm \times 3.9 mm (i.d.), $5\ \mu\text{m}$]; 流动相: V(甲醇):V(水) = 20:80; 柱温: 30°C ; 流速: 1.0 mL/min; 检测波长: 263 nm; 进样量 20 μL 。在上述色谱条件下, 噻虫嗪的保留时间为 10.836 min。

2 结果与分析

2.1 试验方法的准确度、精密度和相关性

2.1.1 方法线性关系与检测限

将噻虫嗪标准品母液稀释 0.1、0.5、1.0 和 10 mg/L 的标准溶液系列, 定容 10 mL, 进样量 20 μL 。以标准溶液浓度为横坐标, 以峰面积为纵坐标做标准曲线(图 1), 在试验质量浓度范围内, 峰面积与进样量呈正相关, 其标准曲线方程为 $y = 19748x - 273.64$, $r = 0.9999$ 。最低检出量为 0.001 μg , 最低检出质量分数为 0.001 mg/kg。

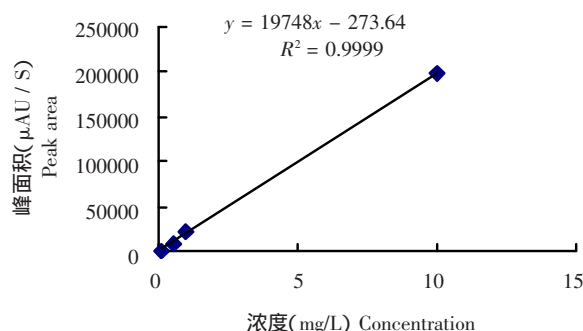


图 1 噻虫嗪的标准曲线

Figure 1 The standard curve of thiamethoxam with HPLC

2.1.2 添加回收率

按照提取、分析测定步骤, 添加不同浓度的噻虫嗪标准品溶液于空白马铃薯根中, 进行添加回收率试验。回收率结果见表 1。结果表明, 本试验的分析方法符合农药残留分析要求, 平均回收率在 89.33%~91.80%之间, 标准偏差 2.17%~2.78%。

表 1 噻虫嗪在马铃薯根中的添加回收率
Table 1 The recovery of added thiamethoxam in samples of potato roots

添加水平(mg / kg) Adding level	平均回收率(%) Average recovery rate	标准差(%) Standard deviation
0.05	89.33	2.22
0.5	91.80	2.78
1	91.23	2.17

2.2 两种包衣方式下马铃薯根中噻虫嗪的消解动态

噻虫嗪在马铃薯根中的消解动态见表 2。结果表明, 先包衣后切块的处理①中, 噻虫嗪的消解动态按 $C = 1.1712 e^{-0.0386 x}$ 规律消解, $r = -0.9828$, 半衰期($t_{1/2}$)=17.96 d; 先切块后包衣的处理②中, 噻虫嗪的消解动态按 $C = 2.3391 e^{-0.0458 x}$ 规律消解, $r = -0.9809$, 半衰期($t_{1/2}$) = 15.13 d, 可以看出处理②中噻虫嗪的半衰期明显低于处理①的半衰期, 因而, 马铃薯在使用同一剂量 1.2% 噻虫嗪种衣剂进行包衣后, 噻虫嗪在处理②中的降解速度快于处理①, 但由于处理方式的不同(表 2), 在间隔天数为 0 d 时, 处理②的残留量高于处理①, 并且在后续相同的间隔天数下, 处理②中噻虫嗪的残留量始终大于处理①的, 这可能是由于处理②在播种之前薯块经过切块后表面积增大, 再通过包衣,

表 2 噻虫嗪在马铃薯根中的消解动态

Table 2 The residual dynamics of thiamethoxam in potato roots

间隔天数(d) Spacing days	先包衣后切块 Cut after dressing with medicine		先切块后包衣 Cut before dressing with medicine		空白对照平均残留量 (mg / kg) Average residues of CK
	平均残留量(mg / kg) Average residues	消解率(%) Digestion rate	平均残留(mg / kg) Average residues	消解率(%) Digestion rate	
0*	1.037	—	1.830	—	ND
7	0.984	5.11	1.624	11.26	ND
14	0.607	41.47	1.421	22.35	ND
21	0.557	46.29	1.114	39.13	ND
35	0.353	65.96	0.527	71.20	ND
40	0.283	72.71	0.384	79.01	ND
54	0.120	88.43	0.161	91.20	ND
68	ND	—	ND	—	ND

注: ND 为未检出, 最低检出质量分数为 0.001 mg / kg; * 播种后 60 d。

Note: ND—not detected; sensitivity was 0.001 mg / kg; *60 days after planting.

药量也会相应增加的缘故。从表 2 还可看出, 两种包衣方式在间隔天数为 68 d 时, 也就是在播种后 128 d, 噻虫嗪的残留量均小于 0.001 mg / kg, 说明该药剂在马铃薯根中的药效较长, 能持续 130 d 左右, 但在植株的根部不会长期存在。

3 讨 论

噻虫嗪作为新烟碱类杀虫剂, 在我国于 2001 年取得登记^[8], 并在稻类作物、甜菜、油菜、马铃薯、棉花、菜豆、果树、花生、向日葵、大豆、烟草和柑桔等植物上推广使用^[2], 到目前噻虫嗪在马铃薯中

的最低残留限量国内尚未制定, 欧盟规定噻虫嗪在马铃薯中的最大允许残留量(MRL)为 0.1 mg / kg, 黄伟等^[8]通过喷施噻虫嗪的方式, 测定了噻虫嗪在马铃薯中的残留动态, 参照欧盟的标准建议噻虫嗪在马铃薯中的最大残留限量为 0.1 mg / kg。

通过两种不同的包衣方式对马铃薯种薯进行包衣后, 噻虫嗪在马铃薯根中的消解速度均较缓慢, 先包衣后切块的半衰期为 17.96 d, 而先切块后包衣的半衰期为 15.13 d, 两种方式下持效期都较长, 黄伟等^[8]对马铃薯进行噻虫嗪喷雾防治后表明, 噻虫嗪在马铃薯植株中的消解速度较快, 在北京和

中图分类号: S532 文献标识码: B 文章编号: 1672-3635(2011)06-0363-04

我国马铃薯病毒的种类及脱毒种薯生产过程中病毒的检测

吴兴泉^{1*}, 时妍¹, 杨庆东²

(1. 河南工业大学生物工程学院, 河南 郑州 450001; 2. 北大荒薯业集团公司九三分公司, 黑龙江 嫩江 161441)

摘要: 对近年来我国各马铃薯产区病毒发生情况进行分析, 详细列出马铃薯主产区病毒病种类及各主要马铃薯病毒的分布情况。分析表明, 我国很多马铃薯产区尚缺少全面、系统的马铃薯病毒调查。同时比较了我国各地区马铃薯脱毒种薯生产过程中对病毒的检测规程, 并分析了马铃薯 A 病毒(PVA)的检疫风险。

关键词: 马铃薯病毒; 分布; 脱毒种薯; 检测

Potato Viruses and Their Detection in Virus-free Seed Potato Production in China

WU Xingquan^{1*}, SHI Yan¹, YANG Qingdong²(1. College of Biotechnology, Henan University of Technology, Zhengzhou, Henan 450001, China;
2. Great Northern Wilderness Potato Industry Group Co., Ltd, Jiusan Branch, Nenjiang, Heilongjiang 161441, China)

Abstract: The occurrence and distribution of potato viruses in China were reviewed. The results showed that more comprehensive and systemic investigation should be done in some potato growing areas. The detection rules in the virus-free seed potato production of different areas were compared, and the risk of PVA was pointed out.

Key Words: potato virus; distribution; virus-free seed potato; detection

收稿日期: 2011-03-19

基金项目: 河南省教育厅自然科学基金研究项目(2006210003); 河南工业大学校科研基金项目(07XJC008)。

作者简介: 吴兴泉(1970-), 男, 博士, 教授, 研究方向为植物病毒学与分子生物学。

* 通信作者(Corresponding author): 吴兴泉, E-mail: wuxq70@126.com。

安徽的半衰期为 1.83 d 和 1.92 d, 因此与喷雾防治相比, 种薯包衣后噻虫嗪在马铃薯中的残留时间较长, 但该药剂不会长期存在于马铃薯根中, 在播种后 128 d 均未检出噻虫嗪含量($< 0.001 \text{ mg / kg}$), 因此, 1.2%噻虫嗪种衣剂在 833 g / kg 种薯剂量下包衣使用对植株安全, 在马铃薯采收后植株残体不会造成环境污染。通过试验我们发现, 该种衣剂可能对地下害虫及其它土壤生物有一定的防效, 但其结果还有待做进一步的调查研究。

【参 考 文 献】

- [1] 张梅凤, 范金勇, 张宏伟, 等. 新烟碱类杀虫剂的研究进展[J]. 世界农药, 2009, 31(1): 22-25.
- [2] 陶贤鉴, 黄超群, 罗亮明. 新一代烟碱类杀虫剂—噻虫嗪的合成研究[J]. 现代农药, 2006, 5(1): 11-13.
- [3] 李明立, 宋姝娥, 嵇俭, 等. 噻虫嗪在番茄上的残留消解动态[J]. 农药, 2007, 46(7): 477-478.
- [4] 汤富彬, 陈宗懋, 罗逢健. HPLC 法测定黄瓜和土壤中噻虫嗪的残留量[J]. 农药, 2007, 46(5): 335-337.
- [5] 刘宾, 郭栋梁, 毛江胜, 等. 菠菜中噻虫嗪的残留检测与消解动态[J]. 农药, 2009, 48(9): 667-668.
- [6] Singh S B, Foster G D, Khan S U. Microwave-assisted extraction for the simultaneous determination of thiamethoxam imidacloprid and carbendazim residues in fresh and cooked vegetable samples [J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2004, 52(1): 105-109.
- [7] Campbell S, Chen L, Yu J, et al. Adsorption and analysis of the insecticides thiamethoxam and indoxacarb in Hawaiian soils [J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2005, 53(13): 5373-5376.
- [8] 黄伟, 李建中, 王会利, 等. 噻虫嗪在马铃薯中的残留分析[J]. 环境化学, 2010, 29(5): 970-973.
- [9] 张繁, 张海清. 种子包衣技术研究现状及展望[J]. 作物研究, 2007, 21(5): 531-533.