

不同品种草莓果实中吡虫啉残留动态研究

陈建美, 陈振德, 孙永红, 王文娇, 赵征宇, 柳伟英

(青岛农业科学研究院, 山东 青岛 266100)

摘要:为探讨草莓果实中吡虫啉残留的品种间差异,研究了8个品种草莓果实中吡虫啉的残留动态。结果表明:吡虫啉在不同品种草莓上的降解半衰期在2.1~4.4 d之间;随着时间的延长,吡虫啉在草莓果实中的残留量逐渐降低;其中“槐花蜜”、“卡姆罗莎”、“幸香”和“明宝”4个品种的半衰期均在2 d左右,“弗吉尼亚”的半衰期最长,为4.41 d;该试验中有6个草莓品种的吡虫啉半衰期均在4 d以内,属于低农药残留的基因型,值得在生产上推广应用,有利于提高草莓的食用安全水平。

关键词:农药残留;吡虫啉;草莓品种;降解动态

中图分类号:668.4 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2014)15-0119-03

草莓(*Fragria ananassa* Duch.)属蔷薇科草莓属多年生草本植物。据不完全统计,目前全世界约有草莓品种逾2 000个^[1]。其果实柔软多汁、酸甜适口、营养丰富、香气浓郁,在国内外市场备受青睐,被誉为“水果小皇后”。20世纪80年代以来,随着我国科技进步和农村经济体制的改革,草莓科研、生产发展非常迅速,相继从欧美和日本引进了一大批优良品种,栽培面积逐年扩大。因此,草莓以其周期短、见效快、经济效益高、适于保护地栽培等特殊优势已成为我国果树业中发展最快的一项新兴产业,在一些地区已成为当地农村经济的支柱产业^[2]。目前我国草莓的栽培面积已达8.6万hm²,总产量达130万t,均居世界首位^[3]。

蚜虫是危害草莓的主要虫害之一,因其吸取汁液使

果实生育受阻;另外,蚜虫也是传播病毒的媒介^[4]。吡虫啉(Imidacloprid)是高效、广谱性烟碱类杀虫剂,具有用量少、活性高、持效期长、杀虫谱广、与常规农药无交互抗性、低毒等优点,是取代高毒农药的理想品种之一,对刺吸式口器的害虫有良好的防治效果,广泛用于果树、蔬菜等作物的害虫防治^[5-6]。为了解不同草莓品种果实中吡虫啉残留动态,筛选出低农药残留草莓品种,以提高草莓的食用安全性,现以8个草莓品种为试材,研究了不同草莓品种果实中吡虫啉的残留动态,以为草莓生产中的品种选择提供依据。

1 材料与方法

1.1 试验材料

供试草莓品种为“丰香”、“幸香”、“槐花蜜”、“弗吉尼亚”、“卡姆罗莎”、“女峰”、“佐贺清香”、“明宝”。供试吡虫啉10%可湿性粉剂由江苏常隆化工有限公司生产,农药登记号为LS96753。

1.2 试验方法

试验在青岛市农业科学院果茶研究所草莓品种资

第一作者简介:陈建美(1959-),女,山东青州人,高级农艺师,现主要从事土壤肥料与食品安全等研究工作。E-mail: ckyjcm@163.com.

基金项目:青岛市科技发展计划基础研究资助项目(07-2-3-4-jch)。

收稿日期:2014-03-13

Abstract: With *Reineckea carnea* leaf spot disease as research object, the biological characteristics and suitable fungicide for the pathogen of *Reineckea carnea* leaf spot were investigated in this paper, in order to provide a scientific basis for the disease control. The results indicated that the pathogen mycelium were grown well in PDA under 28°C, the lethal temperature was 50°C. It could be growth in pH 4.0~10.0, and prefer to pH 6.0. The light-dark alternation(24 h/0 h) was benefit for the mycelial growth. Among the 3 tested pesticides, the most effective was 10% myclobutanil, the relative inhibition rate was 91.4% under the recommended concentration 0.3 mg/L. Lime sulfur was the least effective, the relative inhibition rate was 8.0% under the recommended concentration 6.67 mg/L.

Key words: *Reineckea carnea*; leaf spot; biological characteristics; fungicide screening

源圃进行。试验按1次施药多次取样方法进行,将10%吡虫啉可湿性粉剂稀释1500倍在草莓全株均匀喷施,取样采用多点混合采样法,在喷洒农药后2 h、第4、8、12天分别取样,每品种随机取15~20个草莓果实作为样品,并进行编号密封于惰性塑料袋中。将编号的样品立即送青岛农科院中心实验室进行农药残留检测。

1.3 项目测定

草莓样品中吡虫啉残留检测采用液相色谱法,采用外标(峰面积)法定量,保留时间定性。遵照NY/T 1275-2007《蔬菜水果中吡虫啉残留量的测定》,具体过程如下。样品前处理:取草莓样品可食部分用干净纱布擦去样品表面的附着物,采用对角线分割法,取对角线部分将其切碎,充分混匀放入组织捣碎机捣碎制成匀浆,放入低温冰箱(-16~-20℃)内贮藏备用。称取20 g试样,精确到0.01 g,放入250 mL平底锥形瓶,用100 mL甲醇浸泡30 min后在告诉匀浆机匀浆提取,提取时间为2~3 min,用布氏漏斗抽滤,滤液倒入500 mL分液漏斗,残渣倒入平底锥形瓶,再加入80 mL甲醇,继续在高速匀浆机匀浆提取1~2 min,用以上布氏漏斗过滤滤液并入分液漏斗,加入100 mL 5%氯化钠水溶液、50 mL石油醚振摇,静止分层,下层水相放入另一分液漏斗,石油醚液用50 mL氯化钠水溶液反萃取1次,弃去石油醚液,合并水溶液。在水溶液中加入0.5 mL 6 mol/L盐酸溶液,摇匀,再分别加入40、20、20 mL二氯甲烷分3次萃取,二氯甲烷液用无水硫酸钠脱水,过滤到250 mL平底烧瓶中。滤液在40℃下减压浓缩至1~2 mL,再用氮气吹干。取C18固相萃取(SPE)小柱,用10 mL甲醇预淋,用吸耳球排出柱中溶剂,用10 mL去离子水淋洗,再用吸耳球排出柱中水分。上述浓缩试样用10 mL石油醚:乙酸乙酯(8.5:1.5, V/V)分3次移入小柱,弃去淋洗液。再用石油醚:乙酸乙酯(3:7, V/V)淋洗,收集10 mL,50℃下减压浓缩至1~2 mL,用氮气吹干,再用甲醇(色谱纯)定容10 mL,待测。仪器条件:Waters 600 高效液相色谱仪;紫外检测器2487;色谱柱:C18柱, ODS 4.6 mm×250 mm×5 μm;流动相为乙腈:水(40:60, V/V),流速1.0 mL/min,进样量5 μL,检测波长270 nm;柱温25℃范围内保持恒定。检出限:方法检出限0.01 mg/kg,仪器检出限0.01 mg/kg。

2 结果与分析

2.1 吡虫啉在草莓果实中的回收率

分别在空白的草莓果皮及果肉中添加吡虫啉标准溶液,添加水平分别为0.1、0.2、1.0 mg/kg,混匀放置

1 h,然后按检测步骤及方法对样品进行提取、净化、检测,每个添加水平重复3次,计算加标回收率。由表1可知,吡虫啉在草莓果实中的回收率在96.79%~103.70%之间,变异系数为2.11%~2.67%。根据我国农业行业标准《农药残留试验准则》^[7],当添加浓度>0.01 mg/kg时,检测方法的回收率要求在70%~110%、相对标准偏差<10%。结果表明,该试验的回收率和变异系数符合吡虫啉残留分析的要求。

表1 果实中吡虫啉的回收率

Table 1 The recovery of imidacloprid in strawberry fruit

添加浓度 Additive concentration /mg·kg ⁻¹	重复 Repetition			平均数 Average /%	变异系数 RSD /%
	1	2	3		
0.1	98.29	101.22	96.79	98.77	2.26
0.2	102.16	98.03	99.31	99.83	2.11
1.0	103.70	102.27	98.52	101.49	2.67

2.2 草莓果实中吡虫啉的残留量

由图1可知,随着施药时间的延长,吡虫啉在草莓果皮和果肉中的残留量逐渐降低。在药后2 h取样,测定各个草莓品种的吡虫啉含量无显著差异,各品种的吡虫啉含量均在0.025 mg/kg左右;在药后第4天,除“弗吉尼亚”和“女峰”2个品种外,其余品种的吡虫啉降解率均在50%以上,其中“卡姆罗莎”的降解率最高,为77.1%;其次为“槐花蜜”,降解率为71.5%,其余4个品种的吡虫啉降解率在52.5%~66.5%。喷药后第8天,除“弗吉尼亚”、“丰香”和“佐贺清香”外,其余品种的吡虫啉残留量均较低,其中以“卡姆罗莎”、“明宝”、“幸香”最低,<0.0018 mg/kg。到药后第12天取样检测,虽然“弗吉尼亚”和“佐贺清香”的残留量相对较高,但均低于0.004 mg/kg。

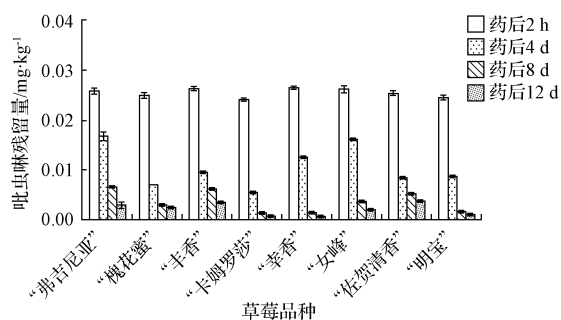


图1 不同草莓品种中吡虫啉残留量的差异比较

Fig. 1 Comparison of differences of imidacloprid residues in different varieties of strawberry

对不同草莓品种吡虫啉的降解动态数据进行回归处理,其动态曲线符合一级动力学方程。由表2可以看出,8个草莓品种的拟合方程均达到了极显著水平,这表

明所采用的拟合方程能很好地描述不同草莓品种中吡虫啉残留与降解时间之间的关系。按动力学一级方程式计算吡虫啉降解的半衰期($T_{1/2}$)得出,吡虫啉在不同品种草莓上的降解半衰期在 2.05~4.41 d。其中“槐花蜜”、“卡姆罗莎”、“幸香”和“明宝”4 个品种的半衰期均在 2 d 左右,“弗吉尼亚”的半衰期最长,为 4.41 d。

表 2 不同草莓品种中吡虫啉的降解方程

Table 2 The degradation of imidacloprid equation in different varieties of strawberry

品种	降解方程($n=4$)	相关系数	半衰期/d
“弗吉尼亚”	$y=0.0291e^{-0.1842x}$	0.9809	4.41
“槐花蜜”	$y=0.0193e^{-0.1925x}$	0.9114	2.28
“幸香”	$y=0.0227e^{-0.1613x}$	0.9636	3.36
“卡姆罗莎”	$y=0.0199e^{-0.2824x}$	0.9655	2.05
“幸香”	$y=0.0299e^{-0.3209x}$	0.9506	2.54
“女峰”	$y=0.0293e^{-0.2233x}$	0.9569	3.61
“佐贺清香”	$y=0.0205e^{-0.1554x}$	0.9279	3.08
“明宝”	$y=0.0233e^{-0.2732x}$	0.9651	2.35

3 结论与讨论

从整个检测结果看,“槐花蜜”、“卡姆罗莎”、“幸香”和“明宝”4 个品种的吡虫啉降解较快,属于低农药残留的基因型。“弗吉尼亚”、“女峰”2 个品种在 8 个草莓品种中吡虫啉降解相对较慢,其余品种的吡虫啉降解半衰期在 4 d 以内。

该试验采用的是单次施药,而且施用量为推荐剂量,各品种的吡虫啉含量均在 0.025 mg/kg 左右,远远低于欧盟草莓中吡虫啉最大残留限量(MRL)0.1 mg/kg,更低于美国草莓中的 MRL(0.5 mg/kg)。假设采用加倍剂量施药 3 次则草莓果实吡虫啉含量大概在 0.15 mg/kg 左右,以降解最慢的品种“弗吉尼亚”为例,施药 5 d 后吡

虫啉残留量为 0.0116 mg/kg,需要说明的是随着施药浓度的增加,草莓的降解速率加快^[4],而在我国草莓中农药残留限量中没有吡虫啉的限量标准。

关于吡虫啉在草莓果实中的残留,肖艺等^[4]研究表明,吡虫啉的消解半衰期介于 4.5~5.7 d 之间。该研究表明,吡虫啉在推荐剂量下的半衰期在 2.05~4.41 d 之间,这可能与草莓品种不同有关。张金林等^[8]研究表明,吡虫啉在苹果上半衰期约在 5~6 d;而康萍芝等^[9]在枸杞果实上的降解半衰期为 4.3 d。吡虫啉残留在草莓果实上呈指数函数下降趋势,不同品种的草莓其降解速率也不同。由此可见,选择低残留基因型的草莓品种,有利于提高草莓的食用安全水平。

参考文献

- [1] 高清华,叶正文,张学英,等.草莓生物技术育种研究进展[J].分子植物育种,2006(3):123-129.
- [2] 雷家军.我国草莓生产现状及展望[J].中国果树,2001(1):49-51.
- [3] 万春雁,糜林,李金凤,等.我国草莓新品种选育进展及育种实践[J].江西农业学报,2010,22(11):37-39.
- [4] 肖艺,张志勇,孙淑玲,等.吡虫啉在设施草莓上的残留研究[J].农业环境科学学报,2007,26(3):1076-1079.
- [5] 杜春秀.吡虫啉研究概况[J].海南大学学报(自然科学版),2004,22(1):84.
- [6] 丘光,顾正远,肖英芳.吡虫啉对蚜虫的防效[J].农药,1995,34(8):33.
- [7] NY/T 788-2004.中华人民共和国农业行业标准-农药残留试验准则[S].
- [8] 张金林,石键.吡虫啉在苹果上残留动态研究[J].农业环境保护,1997,16(6):247-251.
- [9] 康萍芝,沈瑞清,张丽荣,等.吡虫啉在枸杞中的残留消解动态[J].农药,2005,44(10):471-472.

Study on Residue Trends of Imidacloprid in Different Varieties of Strawberry

CHEN Jian-mei, CHEN Zhen-de, SUN Yong-hong, WANG Wen-jiao, ZHAO Zheng-yu, LIU Wei-ying
(Qingdao Academy of Agricultural Sciences, Qingdao, Shandong 266100)

Abstract: Imidacloprid degradation dynamic of eight varieties of strawberry were studied to explore the difference of different varieties strawberry. The results showed that the half-life period of imidacloprid on different varieties of strawberry was between 2.1~4.4 days. With the extension of time, imidacloprid residues in strawberry fruit decreased. The half-life period of imidacloprid of ‘Huaihuami’, ‘Kamm Rosa’, ‘Xingxiang’ and ‘Mingbao’ was about 2 days. The half-life period of ‘Virginia’ was 4.41 days, which was the longest. There were 6 strawberry varieties in this experiment which half-life period of imidacloprid was within 4 days, belongs to the genotype of low pesticide residues, worthy of popularization and application in the production, to improve the edible safety of strawberry.

Key words: pesticide residue; imidacloprid; strawberry varieties; degradation dynamic