

◆ 环境与残留 ◆

# 威百亩在黄瓜和土壤中的残留分析方法

齐涓菲, 乔琳, 查欣欣

(江苏省农药产品质量监督检测站有限公司, 南京 210046)

**摘要:**建立了威百亩在黄瓜和土壤中的残留分析方法。样品中威百亩加热转化为异硫氰酸甲酯, 通过气相色谱测定异硫氰酸甲酯质量分数, 折算出样品中威百亩质量分数。结果表明:异硫氰酸甲酯线性范围为0.05~10 mg/L, 线性相关系数为0.999 8;威百亩在黄瓜及土壤样品中的平均回收率为78%~93%, 变异系数为0.80%~5.42%。方法符合农药残留检测要求。

**关键词:**威百亩;异硫氰酸甲酯;黄瓜;土壤;气相色谱;残留分析

中图分类号:TQ 450.2<sup>+</sup>63 文献标志码:A doi:10.3969/j.issn.1671-5284.2018.03.011

## Analytical Method of Metam-sodium Residue in Cucumber and Soil

QI Juan-fei, QIAO Lin, ZHA Xin-xin

(Jiangsu Pesticide Quality Supervise and Test Station Co., Ltd., Nanjing 210046, China)

**Abstract:** Using gas chromatography, the determination of metam-sodium residue in cucumber and soil was described. Metam-sodium in the sample was converted to methyl isothiocyanate, then the extracts were determined by GC. The amount of metam-sodium was calculated based on the measured values of methyl isothiocyanate. The results showed that at the concentration of 0.05-10 mg/L, the linear correlation was 0.999 8. The average recoveries of the method were 78%-93%, the relative standard deviations were 0.80%-5.42%.

**Key words:** metam-sodium; methyl isothiocyanate; cucumber; soil; GC; residual analysis

威百亩(metam-sodium), 分子式 $C_2H_4NNaS_2$ , 化学名称甲基二硫代氨基甲酸钠, 相对分子质量129.2。其在水中的溶解度为722 g/L(20℃), 在丙酮、乙醇、二甲苯中的溶解度小于5 g/L。威百亩具有二硫代氨基甲酸酯结构, 在土壤中通过降解为异硫氰酸甲酯而发挥作用。威百亩通常用作土壤熏蒸剂, 播前土壤处理, 能有效杀灭根结线虫、土壤害虫、杂草及多种土传病害, 从而获得洁净及健康的土壤<sup>[1]</sup>。其适合在温室、大棚、塑料拱棚中使用, 用于花卉、烟草、中草药、生姜、山药等经济作物。其分解物异硫氰酸甲酯对大鼠的急性经口 $LD_{50}$ 值为72~220 mg/kg, 毒性中等。因此, 有必要对威百亩残留量进行检测<sup>[1]</sup>。目前, 威百亩分析方法以液相色谱法居多, 本文对大棚黄瓜中威百亩残留进行气相色谱分析方法研究。样品前处理简单, 溶剂与样品用量少。方法测定灵敏度高, 线性范围宽, 回收率较好, 具有

精密、准确、简便、快速的特点, 能满足黄瓜和土壤中农药残留分析要求。

## 1 材料与方法

### 1.1 检测方法原理

黄瓜、土壤中的威百亩在水中加热至70℃, 转化为异硫氰酸甲酯, 样品经乙酸乙酯萃取。通过气相色谱仪测定萃取液中异硫氰酸甲酯质量分数, 折算出样品中威百亩的质量分数。

### 1.2 仪器与试剂

岛津GC-2010气相色谱仪(FTD检测器), 带GC solution色谱工作站、AOC-20i自动进样器, 色谱柱: RTX-wax(30 m×0.25 mm  $\phi$ 0.25  $\mu$ m)毛细管柱; BUCHI Rotavapor R-114旋转蒸发器; SHB-3A循环水多用真空泵; KQ-3200超声波清洗器; HY-6双层摇瓶机; BS110S电子天平。

收稿日期: 2017-12-05

作者简介: 齐涓菲(1985—), 女, 南京市人, 主要从事农药残留分析工作。E-mail: 271402418@qq.com

乙酸乙酯(分析纯)、纯水、消泡剂等。异硫氰酸甲酯标准品(质量分数98%),江苏省农药产品质量监督检测站有限公司提供。

### 1.3 色谱条件

毛细管色谱柱(30 m × 0.25 mm, 0.25 μm), 进样口温度 250℃, 检测器温度 250℃, 柱温 60℃, 保持15 min; 总流量 6.5 mL/min; 尾吹气流量 3.0 mL/min; 分流比 2:1, 进样量 2.0 μL。

异硫氰酸甲酯标准品气相色谱图见图1。

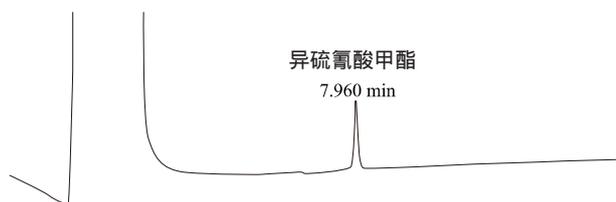


图1 标准品气相色谱图

### 1.4 样品前处理

分别准确称取黄瓜、土壤样品20 g, 置于250 mL浓缩瓶中, 加入50 mL纯水、1 mL消泡剂, 在70℃水浴中回流40 min, 降至室温后用20 mL乙酸乙酯冲洗冷凝管至反应后的浓缩瓶中。将浓缩瓶中的液体转移至盛有15 g氯化钠的分液漏斗中, 剧烈振荡萃取, 收集有机层, 待测。

## 2 结果与讨论

### 2.1 方法的线性相关性

准确称取质量分数为98%的异硫氰酸甲酯标准品0.010 2 g于10 mL容量瓶中, 乙酸乙酯定容, 配制质量浓度1 000 mg/L的异硫氰酸甲酯标样母液, 再用乙酸乙酯稀释配制10.00、5.00、1.00、0.50、0.10、0.05 mg/L系列标样溶液。在1.3气相色谱条件下进行测定, 以异硫氰酸甲酯标样溶液质量浓度与对应色谱峰面积作标准曲线。得异硫氰酸甲酯线性方程为  $y=29\ 723 x+792.47$ ,  $R^2=0.999\ 8$ 。方法线性关系良好, 见图2。

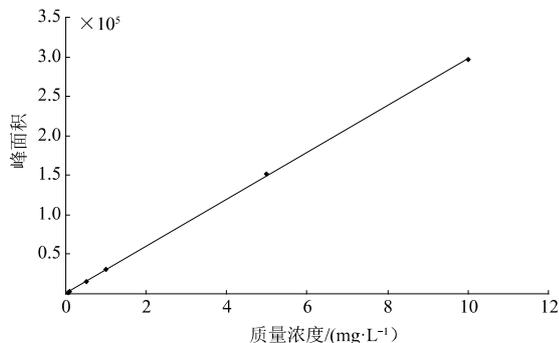


图2 异硫氰酸甲酯标准曲线

黄瓜、土壤中异硫氰酸甲酯的最低检测浓度均为0.05 mg/kg, 异硫氰酸甲酯最小检出量为  $1.0 \times 10^{-10}$  g。

### 2.2 威百亩转化率

试验考察威百亩至异硫氰酸甲酯转化率, 威百亩与异硫氰酸甲酯的折算系数为2.204, 试验结果见表1。

表1 威百亩的转化率

质量分数/(mg·kg <sup>-1</sup> )		转化率/%	平均转化率/%	相对标准偏差/%
威百亩	异硫氰酸甲酯			
1.000	0.453	99.8		
1.000	0.439	96.7	98.8	1.79
1.000	0.452	99.7		

### 2.3 添加回收率与相对标准偏差

按照上述前处理方法及测定步骤, 称取空白黄瓜、土壤进行添加回收率试验, 回收率结果见表2。由表2可知, 当添加质量分数为0.05、0.5、1.0 mg/kg时, 威百亩平均回收率为78%~93%, 变异系数范围为0.80%~5.42%。本试验的分析方法符合农药残留分析要求<sup>[2]</sup>。黄瓜、土壤空白样品及威百亩添加色谱图见图3~图6。

表2 方法回收率试验结果

空白样品	添加水平/(mg·kg <sup>-1</sup> )	回收率/%					平均回收率/%	RSD/%
		1	2	3	4	5		
黄瓜	0.05	98	90	96	86	95	93	5.42
	0.50	90	89	88	90	89	89	0.80
	1.00	89	87	88	89	88	89	0.84
土壤	0.05	90	88	80	87	86	86	4.28
	0.50	80	87	88	79	87	84	4.95
	1.00	79	78	76	80	75	78	2.90

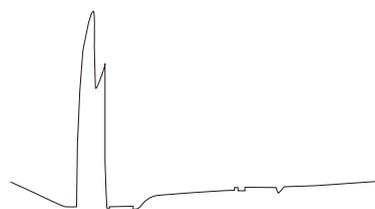


图3 土壤空白色谱图

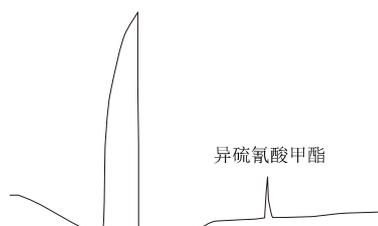


图4 土壤添加色谱图

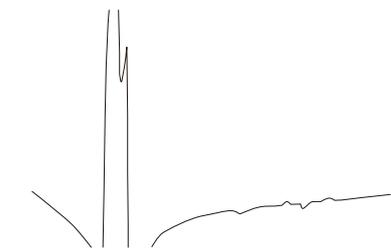


图5 黄瓜空白色谱图

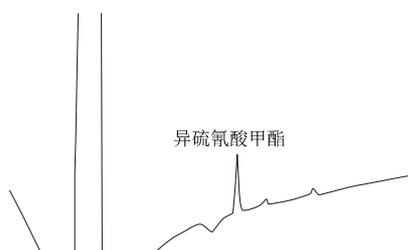


图6 黄瓜添加色谱图

### 3 结论

建立了气相色谱法测定黄瓜中威百亩残留。在添加质量分数为0.05、0.5、1.0 mg/kg时,方法的灵敏度、准确度达到农药残留分析要求,方法的平均回收率为78%~93%,变异系数为0.80%~5.42%。该方法准确可靠,样品前处理过程简单,适用于实际检测工作。该方法也可为其它农产品中威百亩残留量的测定提供参考。

#### 参考文献

- [1] Tomlin C D S. The e-Pesticide Manual [DB/CD]. 16th ed. Brighton: British Crop Production Council, 2011: 565.
- [2] 樊德方. 农药残留分析与检测 [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1982. (责任编辑: 顾林玲)

(上接第32页)

雾剂的国家标准。该配方各组分来源广泛,制备工艺简单,成本低廉,具有较好的开发前景。另外,有效成分由杀菌剂嘧菌酯、咪鲜胺和抗生素类杀虫剂阿维菌素复配而成,15%阿维菌素·嘧菌酯·咪鲜胺热雾剂可用于防治橡胶树白粉病等病害和螨类害虫。该制剂田间防治效果、环境影响和毒性有待进一步研究。

#### 参考文献

- [1] 郑肖兰,王萌,郑服丛,等. 一种新型防治橡胶树主要叶部病害热雾剂的研制 [J]. 现代农药, 2011, 10 (2): 19-22.
- [2] 蒙平. 海南橡胶树主要病虫害及防控技术初探 [J]. 农业灾害研究, 2012, 2 (3): 20-22.
- [3] 李涛,王树明,张勇,等. 橡胶炭疽病、六点始叶螨发生规律及其相关性研究 [J]. 广东农业科学, 2016, 43 (4): 104-110.
- [4] Mondal G C, Sethuraj M R, Sinha R, et al. Pests and Diseases of Rubber in North East India [J]. Indian Journal of Hill Farming, 1994, 7 (1): 41-50.

- [5] 余树华,张宇,王萌,等. 15%嘧啶酮热雾剂防治橡胶树白粉病田间试验 [J]. 热带农业科学, 2011, 32 (5): 56-58; 80.
- [6] 王明,李四有,徐扬川. 两种热雾剂防治橡胶六点始叶螨药效试验 [J]. 热带农业工程, 2014, 38 (4): 9-11.
- [7] 郭武棣. 农药剂型加工丛书——液体制剂 [M]. 3版. 北京: 化学工业出版社, 2003: 165-185.
- [8] Luckham P F. The Physical Stability of Suspension Concentrates with Particular Reference Pharmaceutical and Pesticide Formulations [J]. Pest Management Science, 1989, 25 (1): 25-34.
- [9] 黄乾龙,周一万,马志卿,等. 植物源杀螨剂40%川芎油·冬青油环保型乳油的研制 [J]. 西北林学院学报, 2013, 28 (3): 155-160.
- [10] 张宇,王萌,杨叶,等. 防治橡胶树白粉病15%乙噻酚磺酸酯热雾剂的研制 [J]. 中国热带农业, 2011 (4): 45-47.
- [11] 马长里,侯东艳. 250 g/L苯醚甲环唑乳油配方研究 [J]. 河北化工, 2011, 34 (2): 40-41; 58.
- [12] 骆焱平,宋薇薇. 农药制剂加工技术 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2015: 188-191.

(责任编辑: 柏亚罗)

## 拜耳 Movento(螺虫乙酯)在意大利获紧急豁免使用

意大利已经同意拜耳作物科学公司杀虫剂Movento紧急豁免用于柿子,防治蜡蚧(*Ceroplastes ceriferus*和*C. japonicas*)、粉蚧(*Pseudococcus viburni*)、褐盔蜡蚧(*Lecanium corni*)。此次紧急豁免使用期为4月24日至8月21日。Movento为悬浮剂产品,有效成分为螺虫乙酯(spirotetramat)。2011年底,Movento获得意大利登记,用于20多种作物,包括鲜食葡萄、葡萄、柑橘、仁果、瓜类、甘蓝、莴苣等,防治蚜虫和粉虱。2017年,Movento即已获得同样的豁免使用权。

螺虫乙酯为螺环季酮酸类杀虫杀螨剂,通过抑制脂质生物合成而起效。其对各种刺吸式口器害虫有效,其中包括蚜虫、蝉、蓟马、木虱、粉蚧、粉虱、介壳虫等。

(顾林玲译自《AGROW》)