

施保功 50% WP 浸芒果防腐保鲜后的残留消解动态及安全性评价^{*}

卢植新 林明珍 黄辉晔 李雪生

(广西农业科学院应用农药研究中心 南宁 530007)

摘要 用气象色谱法试验研究施保功 50% WP 浸芒果防腐保鲜后的残留消解动态及安全性评价结果表明,施保功处理芒果后其原始沉积量广西为 0.8929~1.0433 mg/kg,广东为 0.8506~0.9522 mg/kg,半衰期(T_{1/2})广西为 8~9d,广东为 8d,经 30d 降解率>92%。以 1000~2000 mg/kg 施保功浸芒果,储藏期 10~30d,其果肉中施保功残留量广西为 0.0003~0.0082 mg/kg,广东为 0.0003~0.0089 mg/kg;全果中施保功残留量广西为 0.0037~0.1171 mg/kg,广东为 0.0030~0.1179 mg/kg。用施保功 50% WP 1000~2000 mg/kg 浸芒果保鲜,间隔 10d 以上其残留量均<2 mg/kg,说明施用施保功是安全的。

关键词 施保功 芒果 残留代谢 安全性

Residual dynamics of sporgon in stored mango and its safety evaluation. LU Zhi-Xin, LIN Ming-Zhen, HUANG Hui-Ye, LI Xue-Sheng (Applied Pesticide Research Center, Guangxi Academy of Agriculture Sciences, Nanning 530007, China), *CJEA*, 2007, 15(2): 96~98

Abstract Residual dynamics in stored mango treated by 50% WP sporgon were analyzed by GC with ECD^{Ni63}. The result shows that the sporgon aggradational amounts of the sporgon-treated stored mango are 0.8929~1.0433 mg/kg in Guangxi Province and 0.8506~0.9522 mg/kg in Guangdong Province. The periods of half-lives are 8~9 days in Guangxi and 8 days in Guangdong, respectively. More than 92% sporgon is degraded 30 days after the sporgon is applied. The last residues are 0.0003~0.0082 mg/kg in Guangxi and 0.0003~0.0089 mg/kg in Guangdong in mango flesh, and 0.0037~0.1171 mg/kg in Guangxi and 0.0030~0.1179 mg/kg in Guangdong in whole mango (flesh and skin) after the mangos are treated with 1000~2000 mg/kg sporgon and stored for 10~30 days. It is suggested that the application of 1000~2000 mg/kg 50% WP sporgon on the stored mango with at least 10 days interval between two applications is safe to conserve mango with less than 2 mg/kg residual in the fruit.

Key words Sporgon, Mango, Residues, Safety

(Received Aug. 22, 2005; revised Oct. 12, 2005)

施保功(Sporgon)是施保克与氯化锰复合而成的咪鲜胺锰络合物,是法国安万特作物科技有限公司研制开发的一种广谱性新杀菌剂,对子囊菌及半知菌引起的农作物病害有特效,能防治众多作物白粉病、叶斑病、颖枯病、煤污病、炭疽病等,尚可作为水果保鲜剂^[1,2]。本试验研究了施保功作为防腐保鲜剂在芒果储藏期使用后的残留消解动态及安全性。

1 试验材料与方 法

试验于 2001 年、2002 年分别在广西、广东重复进行,供试品种为“芒果 82 号”(广西)、“紫花芒”(广东),供试农药为施保功 50% WP(法国安万特作物科技有限公司提供)。试验分设残留动态和最终残留两种处理。于芒果 8 成左右成熟时,采摘无病虫害大小均匀的芒果,按设计浓度分别浸果 1min,捞起自然晾干后用卫生纸进行单果包装,置于塑料筐中,室内常温储藏,最终残留分高剂量和低剂量两个处理,每个处理 3 次重复,每个重复浸果 5kg。残留动态试验以推荐剂量的 2 倍即 2000 mg/kg(250 倍)浸果 1min,捞起晾干后于 5h、1d、3d、5d、7d、10d、15d、20d、30d 分别取芒果进行处理分析。最终残留试验以 1000 mg/kg(500 倍)和

* 农业部“九五”重点项目资助

收稿日期:2005-08-22 改回日期:2005-10-12

2000mg/kg(250 倍)分别浸果 1min,按上述方法处理储藏后分别于 10d、20d、30d 取芒果样品,每重复取果 5 个,进行处理分析。另设不经药液浸果空白对照。试验所用仪器为气相色谱仪 GC-17A 带 ECD^{Ni63}(日本岛津产)、组织捣碎机、旋转蒸发器等;所用试剂为丙酮、石油醚、盐酸、吡啶盐酸盐、无水硫酸钠等,均为 AR 级;标准样为 2,4,6-三氯苯酚 99.6%、施保克 99.0%(安万特提供)。

分析原理:施保功是施保克与氯化锰的络合物,在测定该药的残留量时,按要求仅测定咪鲜胺及其代谢物,而咪鲜胺及其代谢产物在植物体内最终的水解产物为 2,4,6-三氯苯酚(分子式: C₆H₃Cl₃O,分子量: 197.5),为此,测定 2,4,6-三氯苯酚的残留量转换为咪鲜胺的残留量,即将 2,4,6-三氯苯酚的残留量乘以咪鲜胺分子量与 2,4,6-三氯苯酚分子量之比值 1.906,即为咪鲜胺的残留量,也就是施保功的残留量^[3]。

样品处理:每个重复分别取芒果 5 个,用刀削取果皮和果肉,分别按 1:1 加入蒸馏水,在组织捣碎机中进行捣碎匀浆,称取相当果皮或果肉净重 40g 置三角瓶中,加入 5mL1mol/L 盐酸和 50mL 丙酮浸泡过夜,次日振荡 30min,加助滤剂 545 于布氏漏斗抽滤,再用 40mL 丙酮分次淋洗残渣,合并滤液,转置 500mL 分液漏斗中,用 40mL×2 混合液[石油醚:二氯甲烷(v/v)]萃取,弃水相,合并有机相,经无水硫酸钠干燥,转置 250mL 平底烧瓶中,在旋转蒸发器上(水浴 45~50℃)浓缩至 5mL 左右,转入反应瓶中,在室温下用 N₂ 吹干。

在反应瓶中加入吡啶盐酸盐 8g 和少许防爆沸石,将反应瓶与冷凝管连接,置反应瓶于 210~240℃ 的石蜡浴中水解 1h,冷却后用 10mL 蒸馏水冲洗冷凝管,取出反应瓶,拧紧塞子,振摇使吡啶盐酸盐溶解,并转入 500mL 分液漏斗中,用 50mL 蒸馏水分次冲洗反应瓶并转入分液漏斗中,用 50mL、50mL 石油醚萃取,弃水相,合并有机相。向上述保留在分液漏斗中的有机相中加入 5mL 浓硫酸,振摇 1min,静止分层后弃去浓硫酸,如此反复 3 次,然后用蒸馏水洗有机相中残余硫酸,每次加 50mL,反复洗 3 次,收集有机相,经无水硫酸钠干燥后浓缩定容待测定。试验用检测器为 ECD^{Ni63};色谱柱为 DB-17,15m×0.53mm 毛细管柱;载气为高纯 N₂,流量 30mL/min;温度为柱箱 140℃,汽化室 130℃,检测室 160℃。2,4,6-三氯苯酚最低检出浓度为 0.0002mg/kg,相当施保功 0.0017mg/kg,最小检出量 2,4,6-三氯苯酚为 0.183×10⁻¹²g,相当施保功 0.249×10⁻¹²g,保留时间为 1.19min。检测组分分离好,峰形对称。准确称取微量三氯苯酚标准品,加入石油醚配成不同浓度的标准液,在上述色谱条件下分别进样 0.02ng、0.04ng、0.08ng、0.12ng 和 0.16ng,以进样量为横坐标,峰高为纵坐标,绘制曲线图(图 1),得直线回归方程:

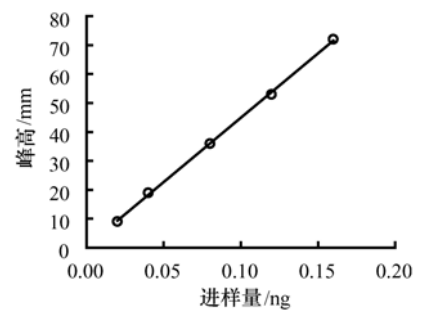


图 1 2,4,6-三氯苯酚标准曲线

Fig.1 Linear of 2,4,6-trichlorophenol

$$Y = 443.9X + 0.5122 \quad (R^2 = 0.9994) \quad (1)$$

表 1 施保功和 2,4,6-三氯苯酚在芒果中的添加回收率

Tab.1 Recoveries of sporgon and 2,4,6-trichlorophenol fortified known amounts in mango

添加组分	回收率/% Recoveries			平均回收率/%	标准偏差	变异系数/%
Analyte	1	2	3	Mean recoveries	Standard deviation	Variation
三氯苯酚	0.1	98.6	96.3	99.0	2.95	3.00
	0.5	98.6	95.6	97.1	1.50	1.55
	1.0	89.6	95.5	92.2	3.02	3.28
	0.1	95.0	94.0	94.0	1.00	1.06
施保功	0.5	93.8	96.4	95.3	1.33	1.40
	1.0	90.6	91.4	90.6	0.85	0.94

99.0%,标准偏差 1.50~3.02,变异系数为 1.55%~3.28%(表 1)。

2 结果与分析

2.1 施保功浸芒果储藏的消解动态

浸芒果 5h 后取样分析,其果皮农药原始沉积量 2001 年广西为 1.0433mg/kg,广东为 0.9522mg/kg;2002 年广西为 0.8929mg/kg,广东为 0.8506mg/kg。经 30d 广西降解率达 95%以上,广东达 92%以上。回归方程广西(图 2)为:

$$y_{2001} = 0.4264e^{-0.0903 T} \quad (r = -0.9750, T_{1/2} = 8.5d) \quad (2)$$

$$y_{2002} = 0.2696e^{-0.0949 T} \quad (r = -0.9903, T_{1/2} = 8.0d) \quad (3)$$

在芒果空白样品中,分别准确加入施保功或三氯苯酚 0.1~1.0mg/kg,按上述样品的提取方法测定。施保功平均回收率为 90.6%~95.3%,标准偏差 0.85~1.33,变异系数 0.94%~1.40%。2,4,6-三氯苯酚的回收率为 92.2%~

广东为: $y_{2001} = 0.3636e^{-0.081 T}$ ($r = -0.9852, T_{1/2} = 8.4d$) (4)

$y_{2002} = 0.3467e^{-0.0543 T}$ ($r = -0.9932, T_{1/2} = 8.0d$) (5)

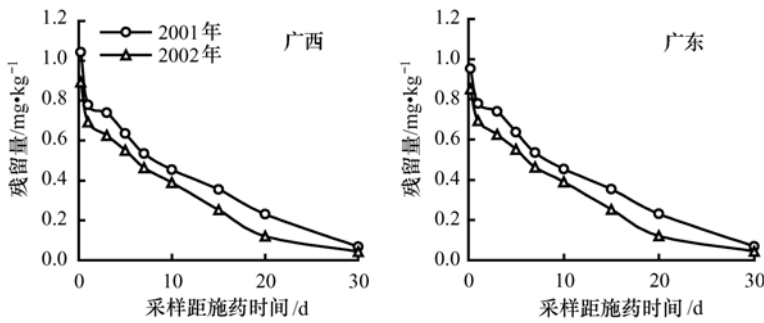


图 2 施保功浸芒果储藏的消解动态

Fig. 2 Degradation dynamics of sporgon in stored mango

mg/kg, 广东为 0.0003~0.0089mg/kg; 果皮中施保功残留量广西为 0.0443~0.4436mg/kg, 广东为 0.0680~0.4447mg/kg; 全果中施保功残留量广西为 0.0111~0.1171mg/kg, 广东为 0.0170~0.1179mg/kg(表 2)。

表 2 施保功浸芒果储藏的最终残留

Tab. 2 Final residues of sporgon on stored mango

地点 Sites	浸果剂量/ $mg \cdot kg^{-1}$ Dose rate of dipping	浸果后时间/d Days after dipping	残留量/ $mg \cdot kg^{-1}$ Residues					
			2001 年 Year 2001			2002 年 Year 2002		
			果肉 Pulp	果皮 Pericarp	全果 Whole	果肉 Pulp	果皮 Pericarp	全果 Whole
广西	1000	10	0.0050	0.2284	0.0609	0.0056	0.2488	0.0664
		20	0.0015	0.1400	0.0361	0.0011	0.0928	0.0240
		30	ND	0.0199	0.0050	ND	0.0148	0.0037
	2000	10	0.0082	0.4436	0.1171	0.0072	0.4183	0.1100
		20	0.0018	0.2589	0.0661	0.0013	0.1712	0.0438
		30	ND	0.0505	0.0126	ND	0.0443	0.0111
广东	1000	10	0.0042	0.2575	0.0676	0.0047	0.2308	0.0612
		20	0.0018	0.1658	0.0429	0.0011	0.0831	0.0216
		30	ND	0.0121	0.0030	ND	0.0155	0.0039
	2000	10	0.0089	0.4447	0.1179	0.0049	0.3846	0.1000
		20	0.0020	0.2293	0.0588	0.0015	0.1591	0.0409
		30	ND	0.0680	0.0170	ND	0.1196	0.0299

3 小结与讨论

施保功浸芒果储藏保鲜,其农药残留主要集中在果皮上,占全果残留量的 98%以上,在果肉中的残留量极少。残留量高、低与浸果的施保功浓度成正相关,与储藏时间成负相关。以最高剂量 2000mg/kg 浸果储藏,最短期 10d,广西、广东两年试验在全果中的最终残留量分别为 0.0111~0.1171mg/kg、0.0170~0.1175mg/kg。按联合国 FAO/WHO 规定施保功在芒果中最高残留限量为 2mg/kg,以此为依据,50%施保功可湿性粉剂浸芒果储藏保鲜,其全果中的残留量均低于 FAO/WFO 规定的最高允许残留量,说明按此剂量和间隔期用药是安全的。

参 考 文 献

- 1 王险峰. 进口农药手册. 北京: 中国农业出版社, 2000. 294~298
- 2 国外农药品种手册(新版合订本). 化工部农药信息总站, 1996. 596~597
- 3 日本最新农药的残留分析法. 东京: 中央法规出版株式会社, 1995. 509~511