

关于杀虫脒在农产品中残留状况的简明检测报告*

庄无忌 查如璧 高 生

(中国农业科学院综合分析室)

杀虫脒是近年来发展的一种高效杀螨和防治稻螟的杀虫剂,现已广泛用于防治水稻、棉花、果树的虫害。它对螟虫和螨类具有高度的杀卵、杀虫、熏蒸和内吸作用,但是杀虫脒及其代谢产物对小白鼠均有致癌作用。据瑞士气巴-嘉基公司的资料报道,把杀虫脒和它的代谢物 4-氯邻甲苯胺在小白鼠上进行慢性试验,发现其结缔组织恶性血管内皮瘤生成。其致癌作用与剂量相关,4-氯邻甲苯胺的致癌作用最强,N-甲酰化合物和杀虫脒次之。杀虫脒致癌的无作用剂量为 20ppm,4-氯邻甲苯胺为 2ppm。杀虫脒在我国原是一

个重点发展的农药新品种,已有相当规模的生产量。为了弄清杀虫脒在稻米、苹果和棉籽油中的残留状况,以保障人民健康,我们从 1976 年开始了此项研究工作,现把四年来的试验研究结果摘要报告如下。

一、用气相色谱法测定了北京、河南、陕西、河北等省市送测的使用了杀虫脒的苹果和梨样品。凡使用杀虫脒两次,末次施药至收获间隔期超过 30 天,苹果上杀虫脒残留量在 1ppm 以下,否则均超过 1ppm,有的高达 2.57ppm,结果见表 1。

此外,我们分别测定了去果皮和不去皮

表 1 苹果中杀虫脒的残留量

试验期限 1976—1979 年

苹果品种和产地	施药浓度	施药次数	收摘距末次喷药间隔(天)	残留量(ppm)
国光 陕西眉县	25% 杀虫脒水剂 1000 倍稀释液	2	31—69	0.27—0.243
金冠 郑州	25% 杀虫脒水剂 1000 倍, 600 倍稀释液	2	16—43	2.57—0.90
祝光 郑州	同 上	1	39	0.129
金冠 北京西山	700 倍稀释液	2		0.34
酥梨 砭山		2	13	1.26

苹果中杀虫脒的残留量,发现两者残留量数据差异不大,仅相差 0.05—0.33ppm。这说明杀虫脒的渗透性较强,食用时去皮并不能大大减少果肉中杀虫脒的残留量。与此对照,我们分析用 2,4-滴果菜涂料处理的苹果,果皮与果肉中残留量差异较大,果皮比果肉大 10—20 倍。

从杀虫脒在苹果残留动态试验结果以及对存放一定时期后样品中杀虫脒残留量测定结果看出,杀虫脒消失缓慢,残留时间长。在试验后期消失更慢。施药后 20 天消失率为 72%,41 天消失率为 74.5%。

* 广东省农科院植保所张友松、徐烽参加了糙米中杀虫脒残留量的部分测定工作。

二、我们测定了广东省农科院和福建省农科院送来的施用过杀虫脒的试验稻谷样品。稻谷用实验室脱壳机脱壳，仅脱壳而未去糠皮。施药一次，间隔天数少于半个月的，糙米中残留量就达 0.112—0.48ppm，均大于 0.1ppm；间隔 48 天的，残留量为 0.086ppm，小于 0.1ppm。施药两次，间隔天数 48 天，残留量为 0.25ppm。因此，杀虫脒在糙米中的

残留量与施药次数，间隔天数密切相关，结果见表 2。

杀虫脒在稻谷贮藏过程中消失也较慢。我们在 1978 年测定于 1976、1977 年施药后采收的稻谷样品，发现其中杀虫脒的残留量还相当大。如 1978 年 4 月测定 1976 年施药三次距收期 14 天的样品，残留量还有 1.65 ppm；施药四次的样品，残留量达 2.26ppm。

表 2 糙米中杀虫脒的残留量

试验期限 1976—1978 年

送测单位	品 种	施药浓度和方法 (25% 杀虫脒水剂)	施药次数	收获距末次施 药间隔(天)	残留量 (ppm)
广东省农业科学院 植保所	早 稻	0.4 斤/亩, 稀释 400 倍, 每隔 12 天用药一次	1	12	0.112—0.33
			3	36	0.168—0.33
	晚 稻	0.4 斤/亩, 稀释 400 倍 每隔 7 天用药一次	1	7	0.116—0.48
			3	14	0.496—1.65
福建省农业科学院 植保所		0.25 斤/亩	1	48	0.086
		每次 0.15 斤/亩	2	48	0.25
		0.25 斤/亩, 0.125 斤/亩	2	28	0.50

杀虫脒水溶性强，因广东地区早稻播种期间雨量较多，晚稻播种期间雨量较少。在同样施药情况下，晚稻糙米中杀虫脒残留量高于早稻。

三、杀虫脒是防治棉花害虫的好药，但施用后棉子油中残留量有多少，国内尚无数据可查。为此，我们于 1979 年用气相色谱

测定棉子油中杀虫脒残留量，回收率可达 94.6% 以上。随即在此基础上测定本院棉花研究所送来的棉子油样品。测定结果表明，杀虫脒在棉子油中残留量都很低，在 0.00125—0.075ppm 之间(见表 3)。

杀虫脒在国外于 1968 年开始在市场上出售，但在 1976 年 9 月经毒性试验发现该药

表 3 棉籽油中杀虫脒的残留量

试验期限 1978 年

送测单位	样品采收地点	施药浓度和方法	残留量 (ppm)
中国农业科学院棉花所 (河南安阳)	棉花所西场	机器喷药一次, 25% 水剂稀释 250 倍, 150 斤/亩	0.0187
	棉花所植保组	超低容量喷药一次, 原药 0.5 斤/亩	0.024
	安阳县郭林	人工喷药一次, 300 倍稀释液, 130 斤/亩	0.075
	棉花所丰产组	人工喷药三次, 250 倍稀释液, 130 斤/亩	0.00125

引起小鼠恶性肿瘤,生产的厂家停止出售并收回存货。据报道,美国每年由于棉铃虫、夜蛾毛虫危害造成棉花损失估计达 1 亿 1 千 3 百万美元。为了在棉区防治毁灭性的棉铃虫的需要,美国环保局批准杀虫脒重新使用,并且在 1972 年联邦农药法规的基础上对杀虫脒作出新的规定(参见 *International Pest Control* 4 卷 1978 年 7—8 月号)。(1) 杀虫脒只能在棉花上使用,不能在水果、干果(如胡桃)和蔬菜上使用。(2) 只能用飞机喷洒杀虫脒药液,机务人员必须经过安全使用杀虫脒的训练并须持有施药许可证。施药和清洗容器人员必须戴防毒面具和穿防护服。不穿防护服的人员应在施药一天后才能进入田间。(3) 施药量比过去减少一半。过去每英亩施 1 品脱(约 90 毫升/亩以上),现改为 1/4—

1/2 品脱(22.5—45 毫升/亩)。(4) 杀虫脒只能用密封的喷药机具喷洒,避免施药人员直接接触,把飞溅的药液减少到最低限度。

杀虫脒是否能在 1—2 个生长季节内安全使用仍在继续观察。美国环保局正在对其引起小鼠致癌威胁的研究及对人体健康和环境效应的研究等方面作出新的评价。

我国农牧渔业部和卫生部已颁发了《农药安全使用规定》,特别对杀虫脒要控制使用。杀虫脒可用于防治棉花红蜘蛛、水稻螟虫等。在水稻整个生长期,只准使用一次,每亩用 25% 水剂 0.2 斤,距收割期不得少于 40 天,每亩用 0.4 斤,不得少于 70 天。禁止在其他粮食、油料、水果、蔬菜等作物上使用。这是根据杀虫脒毒性的国内外研究结果而作出的必要规定。(参考文献从略)

用涂钨碳管无火焰原子吸收法测定痕量锡

邹时复 于秀兰 梁秀凤

(山东大学化学系)

碳管涂钨或钼、钛、镉等元素使预先形成一层碳化物,然后用以测定铍、钨等易于形成顽固碳化物的元素,此类报道较多^[1-6]。我们利用涂钨碳管测定锡,灵敏度为 0.055ng,是已报道的无火焰法中^[6-7]较灵敏的一种。本文介绍的方法适用于废水及罐头食品中痕量锡的测定。

实 验

1. 仪器

原子吸收分光光度计 日本日立 170-50 型。石墨炉 GA-2 型。记录仪 QD-15 型。碳管由光谱纯电极(上海碳素厂)自行加工制成。形状大小如图 1。

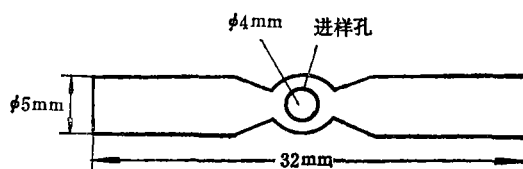


图 1 碳管的形状与大小

2. 试剂

锡标准溶液 (1) 贮备标准液 0.1000 克金属锡(光谱纯)溶于 5 毫升浓盐酸,稀释至 100 毫升,浓度为 1 毫克/毫升。(2) 使用标准液由贮备标准液逐级稀释而成。浓度在 10 微克/毫升或更稀时,则在临用时配制。使用标准液含游离酸(盐酸或硫酸)约为 0.1 当量浓度。其他试剂为分析纯或优级纯。