

苏南地区土壤和作物中农药残留监测

石利利 , 林玉锁 , 徐亦钢 , 周军英 , 陈良燕

(国家环境保护总局南京环境科学研究所 国家环境保护农药环境评价与污染控制重点实验室,江苏 南京 210042)

摘要: 报道了对江苏省苏南地区稻田土壤和稻粒中农药残留采样调查结果。监测农药品种为杀虫单(双)和甲胺磷。监测结果表明,在所有调查采样的土壤和稻粒中,该两种农药均有检出。其中杀虫双在土壤中的浓度范围为 0.000 3—0.030 mg · kg⁻¹,米壳中为 0.055—0.350 mg · kg⁻¹,米粒中为 0.002—0.224 mg · kg⁻¹;甲胺磷在土壤中残留浓度为 0.003—0.042 mg · kg⁻¹,米壳中为 0.008—0.508 mg · kg⁻¹,米粒中为 0.034—0.210 mg · kg⁻¹。

关键词: 农药残留; 土壤; 水稻; 污染; 监测

中图分类号: X833, X835 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000 – 0267(2001)03 – 0158 – 02

Detection of Pesticide Residues in Soil and Crops in South of Jiangsu Province

SHI Li-li , LIN Yu-suo , XU Yi-gang , ZHOU Jun-ying , CHEN Liang-yan

(Nanjing Institute of Environmental Sciences, SEPA. The Key Laboratory of Pesticide Environmental Assessment and Pollution Control, SEPA. Nanjing 210042 China)

Abstract: The present paper reports the results of pesticide residues in paddy soils and rice in the South of Jiangsu Province. The mostly found pesticides residues were methamidophos and Shachongdan (Shuang). It has been shown that these pesticides residues were detected in all soils and rice samples taken. And the contents of Shachongdan (Shuang) were in a ranges of 0.000 3—0.030 mg · kg⁻¹ in soils, 0.055—0.350 mg · kg⁻¹ and 0.002—0.224 mg · kg⁻¹, respectively, in rice bran and rice brown. While the contents of methamidophos in soil, rice bran and brown rice were 0.0031—0.042 mg · kg⁻¹, 0.008—0.508 mg · kg⁻¹ and 0.034—0.210 mg · kg⁻¹, respectively.

Keywords: pesticide residues; soil; paddy rice; pollution

现代农业离不开农药的使用。但农药施用后,绝大部分进入环境残留在土壤中,或被作物吸收进入可食部位。因此,农药对生态环境影响和对食品的安全已经引起人们的普遍关心。本文选择江苏省苏南地区主要水稻产区,对目前水稻上常用的两种农药品种(杀虫双、甲胺磷)进行了土壤和稻粒中农药残留监测,以了解农药对生态环境的污染状况及对农产品安全的影响。

1 采样布点

调查范围为江苏省苏南地区,设了 12 个点,分别为丹阳珥陵、金坛指前、溧阳杨庄、宜兴红塔、武进漕桥、无锡胡埭、无锡安镇、太仓西郊、常熟白茆、张家港塘桥、江阴华西和江阴璜土。采样时间为 1998 年 10 月下旬,水稻收获期。土壤样品采集稻田表层土(0 – 15 cm),稻粒样品采集成熟稻穗。土壤和稻穗样均为

收稿日期: 2000 – 05 – 23

作者简介: 石利利(1965—),女,副研究员,长期从事农药残留分析和农药对生态环境影响研究。

多点采集,混合而成。

2 农药残留测定方法

2.1 仪器与试剂

HP5890 气相色谱仪,氮磷检测器。

恒温振荡器,稻米脱壳机,万能粉碎机, K – D 浓缩仪。

杀虫双标准品(99.5%): 贵阳化工研究院提供。

杀虫双标准溶液: 100 μg · mL⁻¹, 由杀虫双标准品用甲醇配制制得。

甲胺磷标样: 100 μg · mL⁻¹, 购自农业部环境保护科研监测所,国家技术监督局监制。

农药标准使用溶液分别由上述标准溶液用甲醇稀释制得。

试验所用试剂: 丙酮、乙醚、甲醇、乙酸乙酯、盐酸、氢氧化钠、无水硫酸钠、氯化钠等均为分析纯。

2.2 样品的制备

土样: 土壤阴干,磨碎过 20 目筛,备用。

米壳、糙米: 稻谷阴干,经脱壳后,分别收集糙米

与稻壳,再分别粉碎,过 40 目,得糙米样与稻壳样,备用。

2.3 农药残留测定方法

2.3.1 杀虫双残留测定方法^[1]

(1) 样品提取

土壤:称取 20 g 土样于 250 mL 具塞三角瓶中,加 10 g NaCl,再加蒸馏水 30 mL,置于恒温振荡器上振荡 30 min 后,在高速离心机上以 5 000 r · min⁻¹ 转速离心 20 min,取过滤后的上清液。再在离心后的土壤中加入 20 mL 蒸馏水振荡离心,合并提取液于反应瓶中,用 1% 的 NaOH 调节 pH 至 8.5—9.0,加 2 mL 0.2 mol · L⁻¹ 的 Na₂S,混匀后放入 70 ℃ 水浴中反应 2 h 取出,待反应瓶冷至室温后,将水样倒入分液漏斗中,加 20 mL 乙醚萃取,振摇 3 min,静置分层后分离二相溶液,再用 20 mL 乙醚萃取一次,合并二次提取液,加少量无水硫酸钠,转入 K-D 浓缩仪上浓缩至近干,用乙醚定容,备色谱测定。

糙米和稻壳:分别称取 5 g 糙米、稻壳样于 250 mL 具塞三角瓶中,各加 NaCl 5 g,再加入 0.1 mol · L⁻¹ HCl 30 mL,置于恒温振荡器上振荡 30 min 后,在高速振荡机上以 5 000 r · min⁻¹ 转速离心 20 min,取过滤后的上清液。再加 20 mL HCl 重复一次,合并提取液于反应瓶中。用 20% 的 NaOH 调节 pH 至 8.5—9.0,加 2 mL 0.2 mol · L⁻¹ 的 Na₂S,混匀后同上处理,备色谱测定。

(2) 色谱测定条件

色谱柱:长 10 m,内径 0.53 mm,5% 甲基苯基硅酮固定液,液膜厚度为 2.65 μm 的毛细管柱。

温度:柱温 100 ℃,汽化室温度 220 ℃,检测器温度 250 ℃。

流速:N₂ 25.0 mL · min⁻¹,H₂ 3.0 mL · min⁻¹,空气 60 mL · min⁻¹

进样量:1 μL

保留时间:上述条件下,杀虫双转化为沙蚕毒素,其保留时间为 2.89 min。

2.3.2 甲胺磷残留测定方法^[2]

(1) 样品提取

土样:称取 20.00 g 土样于 250 mL 具塞三角瓶中,加 4 g cekte-545,再加蒸馏水 50 mL,置于恒温振荡器上振荡 1 h 后,在高速离心机上以 5 000 r · min⁻¹ 转速离心 20 min,取过滤后的上清液。再在离心后的土壤中加入 30 mL 蒸馏水振荡离心,合并提取液,置于 250 mL 分液漏斗中,加入 50 mL 乙酸乙酯,加入硫酸铵至饱和,剧烈振摇 2 min,静置分层,收集有机相,水相再用 50 mL 乙酸乙酯 + 10 mL 甲醇、50 mL 乙酸乙酯提取,合并有机相,浓缩、定容,待 GC 测定。

米壳、糙米样:称取 20.00 g 样品于 250 mL 具塞三角瓶中,加 50 mL 丙酮,浸泡 4 h,在恒温振荡器中振荡提取 1 h,在高速振荡机上以 5 000 r · min⁻¹ 转速离心 20 min,取过滤后的上清液,再加 30 mL 丙酮重复一次,合并有机相,浓缩至 10 mL,过净化柱(装 3 g 无水硫酸钠 + 4 g 中性氧化铝 + 0.1 g 粉状活性炭),甲醇淋洗,浓缩、定容,待 GC 测定。

(2) 色谱测定条件

色谱测定条件同杀虫双气相色谱测定,甲胺磷的保留时间为 1.37 min。

3 结果与讨论

3.1 测定结果

测定结果见表 1。(下转第 163 页)

表 1 土壤和稻谷中农药残留检测结果(mg · kg⁻¹)
Table 1 Pesticide Residues Found in Soils and Rice (mg · kg⁻¹)

样点编号	采样地点	杀虫双			甲胺磷		
		土壤	米粒	稻壳	土壤	米粒	稻壳
1	丹阳珥陵	0.030	0.074	0.121	0.018 9	0.034	0.008
2	金坛指前	0.000 5	0.054	0.071	0.006 1	0.081	0.048
3	溧阳杨庄	0.000 5	0.092	0.099	0.003 1	0.097	0.040
4	宜兴红塔	0.000 8	0.024	0.076	0.012	0.060	0.016
5	武进漕桥	0.000 9	0.160	0.177	0.042	0.113	0.016
6	无锡胡埭	0.000 7	0.115	0.153	0.013	0.210	0.064
7	无锡安镇	0.000 5	0.181	0.232	0.004 0	0.054	0.050
8	太仓西郊	0.009 9	0.197	0.210	0.008 5	0.034	0.220
9	常熟白茆	0.000 5	0.224	0.350	0.011	0.067	0.056
10	张家港塘桥	0.000 9	0.056	0.131	0.009 7	0.113	0.508
11	江阴华西	0.000 3	—	0.055	0.009 7	0.123	0.089
12	江阴璜土	0.001 2	0.156	0.154	0.009 7	0.105	0.014