

稻虾共作模式下溴氰虫酰胺对二化螟防效 及克氏原螯虾生长的影响

廖敏^{1,3}, 梁子豪^{2,3}, 吴瑞锋^{2,3}, 胡召彬^{1,3}, 肖金京^{1,3}, 高全^{1,3}, 操海群^{1,3*}

(1. 安徽农业大学植物保护学院, 合肥 230036; 2. 安徽农业大学资源与环境学院, 合肥 230036;
3. 安徽省绿色农药研发与应用工程实验室, 合肥 230036)

摘要: 采用手动喷雾法, 在安徽长丰和安徽霍邱开展了 10% 溴氰虫酰胺 OD 对水稻二化螟的田间防效试验, 通过溴氰虫酰胺在克氏原螯虾中的超高效液相色谱-串联质谱 (UPLC-MS/MS) 检测方法, 测定了施药后不同时间和不同施药量在克氏原螯虾虾头、虾尾和全虾中溴氰虫酰胺的生物富集量, 并探究了不同施药浓度和次数对克氏原螯虾生长指标和最终产量的影响, 以期为指导该药剂的田间合理使用提供理论依据。结果显示, 10% 溴氰虫酰胺 OD 在每亩施药量为 20~40 mL 下对水稻二化螟的田间防效均高于 80%。10% 溴氰虫酰胺 OD 施药量为每亩 30 和 60 mL, 其在克氏原螯虾虾头、虾尾和全虾中生物富集量均呈先升高后降低的趋势, 在 14 d 时达到最高值, 虾头、虾尾和全虾中溴氰虫酰胺浓度分别为: 4.00、2.00 和 3.67 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$; 6.33、8.00 和 7.00 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$, 在施药 35 d 后所有样品中溴氰虫酰胺浓度均 < LOQ。溴氰虫酰胺处理组小区的克氏原螯虾体重、体长和最终产量与对照组无显著差异 ($P > 0.05$)。

关键词: 稻虾共作; 溴氰虫酰胺; 二化螟; 防治效果; 克氏原螯虾; 生物富集

中图分类号: S435.112.1

文献标识码: A

文章编号: 1672-352X (2023)05-0828-07

The field efficacy of cyantraniliprole against *Chilo suppressalis* and its effect on growth of *Procambarus clarkii* in rice-crayfish co-culture system

LIAO Min^{1,3}, LIANG Zihao^{2,3}, WU Ruifeng^{2,3}, HU Zhaobin^{1,3}, XIAO Jinjing^{1,3}, GAO Quan^{1,3}, CAO Haiqun^{1,3}

(1. School of Plant Protection, Anhui Agricultural University, Hefei 230036; 2. School of Resources & Environment, Anhui Agricultural University, Hefei 230036; 3. Anhui Province Engineering Laboratory for Green Pesticide Development and Application, Hefei 230036)

Abstract: In order to provide a theoretical basis for guiding the rational use of cyantraniliprole in the field, the field efficacy test of 10% cyantraniliprole OD against *Chilo suppressalis* was carried out in Changfeng and Huoqiu of Anhui Province by manual spraying method. By using an ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS) method for the determination of cyantraniliprole residues in *Procambarus clarkii*, the bioaccumulation of cyantraniliprole in the head, tail and whole body of *P. clarkii* at different application doses and different time after application was determined. The effects of different application concentrations and times on the growth indexes and final yield of *P. clarkii* were studied. The results showed that the control effect of 10% cyantraniliprole OD at the recommended dose of 20 - 40 mL per mu on *C. suppressalis* was greater than 80%. When the doses of 10% cyantraniliprole OD were 30 and 60 mL per mu, the bioaccumulation of cyantraniliprole in the head, tail and whole body of *P. clarkii* increased first and then decreased with time after application, and reached the highest value at day 14. The concentrations of cyantraniliprole in the head, tail and whole body of *P. clarkii* were 4.00, 2.00 and 3.67 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$; 6.33, 8.00 and 7.00 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$, respectively, at the doses of 30 and 60 mL per mu. And the concentrations of cyantraniliprole in all samples were lower than LOQ after 35 days of application. There were no significant differences in the body weight, body length and final yield between the cyantraniliprole treatment groups and the control group ($P > 0.05$).

收稿日期: 2023-08-03

基金项目: 安徽省自然科学基金 (200808MC95) 资助。

作者简介: 廖敏, 博士, 副教授。E-mail: liaomin3119@126.com

* 通信作者: 操海群, 博士, 教授。E-mail: caohaiqun@ahau.edu.cn

Key words: rice-crayfish co-culture system; cyantraniliprole; *Chilo suppressalis*; efficacy; *Procambarus clarkii*; biological enrichment

水稻是世界上最重要的粮食作物之一, 作为主要食物来源承担了全球超过 50% 的人口供给^[1]。但近些年种粮效益普遍偏低, 农户种植积极性不高。因此, 迫切需要发展多元化、可持续和高效益的种植新模式^[2]。稻虾共作, 即“水稻-克氏原螯虾 (*Procambarus clarkii*) 共作”是将水稻种植和养殖小龙虾有机结合, 充分利用水稻和小龙虾的互利共生关系, 通过虾防治水稻害虫和控制杂草, 改善稻田水质和土壤环境, 促进了水稻优质生长, 同时还能增加虾的产量和营养价值, 真正做到“一水两用”和“一田双收”^[3-4]。稻虾共作模式作为一种高效和高产的稻田种养模式, 在中国市场迅速推出和发展, 2021 年全国稻虾种养面积 2 100 万亩, 占全国稻渔综合种养面积的 50% 以上^[5]。近年来, 克氏原螯虾以其烹饪方式多样、肉质味道鲜美、营养元素丰富深受中国消费者们的喜爱^[6], 2021 年我国小龙虾养殖面积 2 600 万亩、产量 263 万 t, 其中 80% 以上是通过稻虾养殖的^[7]。然而, 稻虾共作模式也面临着一些问题和挑战, 如病虫害的防治、农药的使用和生态风险问题等。

二化螟(*Chilo suppressalis*)是重要的水稻害虫之一, 其幼虫取食水稻的叶片和穗部, 并且危害水稻多个生长阶段, 造成枯鞘、枯心苗、白穗等, 极大影响了水稻产量和品质。灯光诱杀和天敌捕杀等物理和生物防治效果具有一定限制性, 常用防治方式是使用化学农药^[8]。随着农药的大面积推广使用, 其对环境的污染效应已成为不可回避的重大问题^[9]。目前防治二化螟推荐农药施用剂量多数是适用于单一水稻种植模式, 在稻虾共作模式下施用相同剂量, 会造成农药残留和环境污染^[10-11]。农药残留具有较强的淋溶迁移能力, 易通过渗透和径流作用进入水环境中, 进而对非靶标生物(鱼、虾、蟹等)及人体健康造成潜在毒性效应^[12]。特别的是, 克氏原螯虾对化学农药高度敏感, 环境中农药会富集在其鳃和肝胰腺等器官中, 且其在稻田食物链中处于较高的营养水平, 通过生物富集暴露于农药的风险可能更高^[13]。

溴氰虫酰胺(cyantraniliprole, 图 1), 是杜邦公司在氯虫苯甲酰胺之后, 研制出的第二代鱼尼丁受体抑制剂类杀虫剂。其作用机理是通过不断刺激鱼尼丁受体, 使靶害虫横纹肌及平滑肌细胞中储存的 Ca^{2+} 被源源不断地释放出来, 造成肌肉调节功能受损, 麻痹至死亡^[14]。国内销售的产品为 10% 可

分散油悬浮剂, 商品名为倍内威, 与第一代“康宽”相比, 该产品在兼备胃毒和触杀作用同时具有较好的内吸性, 杀虫谱更广, 不但可以防治咀嚼式口器的鳞翅目和鞘翅目害虫, 还对刺吸式口器半翅目害虫具有优异的防效^[15], 已广泛应用水稻、大豆、茶叶和果蔬等 10 余种作物^[16]。

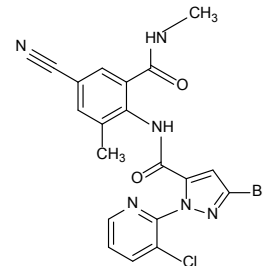


图 1 溴氰虫酰胺结构式

Figure 1 The structural formula of cyantraniliprole

目前, 溴氰虫酰胺广泛用于防治不同作物上的多种害虫, 特别是水稻和果蔬中的蓟马^[17-18]、飞虱、小菜蛾^[19]、稻纵卷叶螟、二化螟等^[20]。多位学者研究了溴氰虫酰胺在果蔬^[21]、玉米^[22]、荔枝^[23]等多种作物中残留分析方法及消解动态, 但关于溴氰虫酰胺对非靶标生物生态环境效应研究较少。有研究表明溴氰虫酰胺对水生昆虫摇蚊(*Chironomus dilutus*)急性毒性约为吡虫啉的 1.5 倍, 明确了鱼尼丁受体激动剂对水生生物的风险^[24]。另有研究表明, 将罗非鱼(*Oreochromis mossambicus*)幼鱼暴露于 0.037、0.37 和 3.7 $mg \cdot L^{-1}$ 溴氰虫酰胺 28 d 后, 与对照组相比, 处理组的罗非鱼比生长率分别降低了 7%、18% 和 30%, 明确了低浓度溴氰虫酰胺长期暴露对水生生物存在负面影响^[25]。但是, 溴氰虫酰胺在稻虾共作模式下对克氏原螯虾的生物富集和生长影响尚不清楚。本研究以 10% 溴氰虫酰胺可分散油悬浮剂为供试药剂, 研究在稻虾共作模式下, 该药剂对水稻二化螟的防治效果及其对克氏原螯虾的生物富集和最终产量的影响, 以期对溴氰虫酰胺在稻虾共作模式下的科学使用提供理论依据和指导。

1 材料与方法

1.1 试验材料

1.1.1 供试材料 98.0% 溴氰虫酰胺标准品, 曼哈格(上海)生物科技有限公司; 10% 溴氰虫酰胺可分散油悬浮剂(10% cyantraniliprole OD), 商品名: 倍内威, 美国富美实公司; 色谱纯乙腈、色谱纯甲醇, 广州

万从有限公司; 净化填料: N-丙基乙二胺(PSA)、十八烷基键合硅胶(C₁₈)和石墨化碳黑(GCB), 杭州微米派科技有限公司; 试验用水均为超纯水。

1.1.2 主要仪器设备 超高效液相色谱-串联质谱仪(UPLC-MS/MS), 美国 Waters 公司; AXU120 十万分之一分析天平, 日本岛津公司; CY-DCY-24YL 水浴氮吹仪, 上海川宏实验仪器有限公司; 3-18N 台式高速离心机, 湖南恒诺仪器设备有限公司; UPR-II-20L 优普超纯水仪, 郑州优尔普仪器设备有限公司; 3WBD-20L 电动喷雾器, 山东成浩机械有限公司; HD-400 电动喷雾器, 新加坡利农私人有限公司。

1.2 田间试验

1.2.1 试验地概况 试验地点为 2018、2019 年安徽长丰和安徽霍邱的稻虾共作田, 稻田土地平整, 布局合理, 土壤肥力中上, 水稻品种为涌优 538, 养殖水温度为 20.4~33.5 °C, pH 值为 7.23~8.81, 5 月份播种, 6 月下旬移栽, 田间水肥管理保持一致, 水稻整体长势良好。

1.2.2 田间药效试验 (1) 田间防效试验设计。根据试验安排, 于 2018 年安徽长丰和 2019 年安徽霍邱稻虾共作田开展田间防效试验。参照《GB/T 17980.1—2000 农药田间药效试验准则》, 结合农业农村部药检所针对 10% 溴氰虫酰胺 OD 防治水稻二化螟推荐用药量为每亩 20~26 mL。试验设计共 5 个处理: 1) 10% 溴氰虫酰胺 OD, 每亩 20 mL; 2) 10% 溴氰虫酰胺 OD, 每亩 30 mL; 3) 10% 溴氰虫酰胺 OD, 每亩 40 mL; 4) 对照药剂, 安徽长丰: 30% 乙酰甲胺磷 EC, 每亩 160 mL; 安徽霍邱: 5.7% 氨基阿维菌素苯甲酸盐 WDG, 每亩 10 g; 5) 空白对照: 施用清水。每个处理 4 次重复, 每小区面积约 30 m², 各小区间均设有隔离行。以上药剂于二化螟卵盛孵期采用 HD400 电动喷雾器均匀施药, 施药量为每亩兑水 30 L, 施药次数为 1 次。

(2) 田间防效调查及其计算方法。调查水稻的枯心率和防治效果需要在对照区的枯心苗症状趋于稳定后进行。首先需要调查试验区内的水稻种植密度, 然后采用平行跳跃法进行取样。每个小区需要调查 5 个点位, 每个点位需要调查 10 丛水稻, 总共调查 50 丛水稻, 并统计它们的枯心数, 进而计算出枯心率。水稻的种植密度调查方法: 在试验区内选取 5 个点位, 每个点位固定面积, 调查其中 20 个稻丛的分蘖数, 并计算平均值, 推算出水稻种植密度。分别记录每小区调查的总株数和枯心数, 并按以下公式计算枯心率和防治效果:

$$\text{枯心率}/\% = \frac{\text{调查枯心数}}{\text{调查总株数}}$$

$$\text{防效}/\% = \frac{\text{空白对照区枯心率} - \text{处理区施药后枯心率}}{\text{空白对照区枯心率}}$$

1.2.3 溴氰虫酰胺对克氏原螯虾生物富集及生长影响试验 (1) 田间试验设计。根据试验安排, 于 2019 年安徽长丰稻虾共作田开展田间试验。按照《NY/T 788—2018 农作物中农药残留试验准则》, 结合农业农村部药检所针对 10% 溴氰虫酰胺 OD 防治水稻二化螟推荐用药量为每亩 20~26 mL。试验设计 5 个处理组: 1) 10% 溴氰虫酰胺 OD, 每亩 30 mL, 施药 1 次; 2) 10% 溴氰虫酰胺 OD, 每亩 30 mL, 施药 2 次; 3) 10% 溴氰虫酰胺 OD, 每亩 60 mL, 施药 1 次; 4) 10% 溴氰虫酰胺 OD, 每亩 60 mL, 施药 2 次; 5) 空白对照为施用清水。每个处理重复 3 次, 每个小区面积为 300 m², 各小区间均设有隔离区。以上药剂于二化螟卵盛孵期采用 3WBD-20L 电动喷雾器均匀施药, 施药量为每亩兑水 30 L, 施药次数为 1~2 次, 施药间隔期为 14 d。

(2) 田间样品采集。克氏原螯虾样品采集时间为一次施药后 2 h、1 d、3 d、5 d、7 d、14 d、21 d、28 d、35 d、42 d 及 60 d。每小区随机选取 5 个点, 采样前一天傍晚放入虾笼, 第二天清晨收取虾笼, 将捕获的克氏原螯虾带回实验室快速分离出头部、尾部并用高速搅拌机充分混匀并分装入自封袋中, 样品冻存于 -20 °C 冰箱, 待样品前处理和 UPLC-MS/MS 检测溴氰虫酰胺含量。

(3) 生长指标及最终产量测定。最终采样期时, 将捕获的克氏原螯虾测量体重和体长指标, 并对所有试验小区进行最终产量测定。

1.3 克氏原螯虾中溴氰虫酰胺残留检测方法确证

1.3.1 标准溶液的配制 分别用色谱乙腈和色谱甲醇作为溶剂, 将 300 mg·L⁻¹ 的溴氰虫酰胺标准溶液逐级稀释到浓度为 1.0、0.50、0.20、0.10、0.050、0.020、0.010、0.005 和 0.001 mg·L⁻¹ 的标准溶液。

1.3.2 仪器检测条件 色谱条件: Acquity UPLC™ BEH C₁₈ 色谱柱(50 mm × 2.1 mm, 1.7 μm); 柱温 35 °C; 流速 0.35 mL·min⁻¹; 进样量 5.0 μL; 流动相: A 为 0.1% 甲酸水溶液, C 为甲醇; 梯度洗脱程序: 0.00~2.00 min, C 保持 10%; 2.00~3.00 min, C 升至 95%; 3.00~4.20 min, C 降至 10%。

质谱条件: 电喷雾正离子源模式(ESI+); 多重反应监测模式(MRM) 扫描; 毛细管电压为 3.0 kV; 脱溶剂气温度为 400 °C, 流速 800 L·h⁻¹; 离子采集参数: 母离子为 *m/z* 475.3; 锥孔电压为 30 kV; 定

量离子为 m/z 285.95; 碰撞能为 14 kV; 定性离子为 m/z 443.95; 碰撞能为 15 kV。

1.3.3 标准曲线与稳定性测定 分别用 3 种基质空白提取液按梯度稀释溴氰虫酰胺标准溶液至 1 000、500、200、100、50、20、10、5 和 $1 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$, 按照上述检测条件进行检测。结果分别以进样浓度 ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$) 为横坐标, 峰面积 (mAU) 坐标, 绘制标准曲线并求出线性回归方程。对同一混合标准溶液连续多次进样, 测定仪器响应值的稳定性; 每隔 12 h 对混合标准溶液进行测定, 确定其贮存的稳定性。

1.3.4 样品前处理 用分析天平分别准确称取 5.0 g 虾头、虾尾和全虾样品于 50 mL 离心管中, 加入 20 mL 色谱乙腈溶液 (虾尾加入 20 mL 色谱甲醇溶液), 涡旋 3 min, 随后放入冰箱冷冻 5 min。从冰箱中拿出后加入 4.0 g 无水 MgSO_4 , 涡旋 60 s 至充分混匀; 在 $4\ 500\ \text{r}\cdot\text{min}^{-1}$ 下离心 5 min; 随后准确吸取 8.0 mL 上清液至离心管中, 加入 2.0 g 混配净化填料 (PSA : C_{18} : GCB : 无水 $\text{MgSO}_4 = 1:1:0.15:3$, m/m), 涡旋 30 s, 随后在 $3\ 500\ \text{r}\cdot\text{min}^{-1}$ 离心 3 min, 吸取 5.0 mL 上清液至空白离心管中, $40\ ^\circ\text{C}$ 水浴氮吹近干, 用色谱乙腈定容至 1.0 mL, 涡旋后倒入无菌注射器过 $0.22\ \mu\text{m}$ PTFE 滤头至进样瓶中, 待测。

1.3.5 添加回收试验 分别向空白虾头、虾尾和全

虾样品中添加 20、200 和 $1\ 000\ \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 3 个水平的溴氰虫酰胺标准溶液, 每个水平重复 5 次, 同时设置不加药的空白对照, 添加后静置 2 h, 随后按照 1.3.4 节步骤进行样品前处理, 按 1.3.2 节的仪器条件进行溴氰虫酰胺残留量的检测, 并计算平均添加回收率和相对标准偏差(RSD)。

1.4 数据处理

使用 SPSS 22.0 数据分析软件对试验结果进行 ANOVA 单因素方差分析, 并用 Waller-Duncan 法进行差异显著性检验 ($P < 0.05$)。

2 结果与分析

2.1 10%溴氰虫酰胺可分散油悬浮剂对稻虾田二化螟的田间防效

由表 1 可以看出, 在安徽长丰和安徽霍邱两地分别每亩施用 20、30 和 40 mL 的 10%溴氰虫酰胺 OD 对水稻二化螟的防治效果分别为 80.7%~90.3% 和 88.2%~96.1%, 且在推荐施用剂量下随着制剂用量的增加, 防治效果显著增加 ($P < 0.05$)。与对照药剂相比, 10%溴氰虫酰胺 OD 在安徽长丰和安徽霍邱两地防治效果分别提升了 3.3%~12.9% 和 2.0%~9.9%。表明 10%溴氰虫酰胺在推荐剂量下能对稻虾共作田中的水稻二化螟起到很好的防控作用。

表 1 10%溴氰虫酰胺 OD 对稻虾田二化螟的防效

地点	处理	药剂	每亩制剂用量/(mL(g))	枯心率/%	防效/%
安徽长丰	试验药剂	10%溴氰虫酰胺可分散油悬浮剂	20	0.19	80.7 ^c
			30	0.13	87.1 ^b
			40	0.09	90.3 ^a
安徽霍邱	对照药剂	30%乙酰甲胺磷乳油	160	0.22	77.4 ^d
	试验药剂	10%溴氰虫酰胺可分散油悬浮剂	20	0.18	88.2 ^c
			30	0.15	90.1 ^b
			40	0.06	96.1 ^a
对照药剂	5.7%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐水分散粒剂	10	0.21	86.2 ^d	

注: 不同的字母表示处理间差异显著 ($P < 0.05$)。

表 2 溴氰虫酰胺的保留时间、线性和检测限

基质	保留时间/min	线性方程	线性范围/ ($\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$)	相关系数 R^2	LOD/LOQ/ ($\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$)	基质效应 ME/%
虾头	1.968	$y = 3\ 657.4x - 7\ 201$	1~1 000	0.999 9	0.617/1.786	22.653
虾尾	1.964	$y = 3\ 154.5x + 1\ 292$	1~1 000	0.999 9	0.725/2.311	5.788
全虾	1.966	$y = 3\ 575.0x - 2\ 723$	1~1 000	0.999 9	0.513/1.683	19.890

2.2 克氏原螯虾中溴氰虫酰胺残留检测方法确证

2.2.1 方法线性关系、检测限 按照上述方法测定了 3 种基质空白提取液稀释的 1、5、10、20、50、

100、200、500 和 $1\ 000\ \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 浓度的溴氰虫酰胺标准溶液的峰面积。以进样浓度 ($\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$) 为横坐标, 峰面积 (mAU) 为纵坐标绘制基质标准曲线。

结果(表2)显示,虾头、虾尾和全虾3种基质中溴氰虫酰胺在1~1000 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 浓度范围内呈现出良好的线性关系,相关系数(R^2)均高于0.9999。溴氰虫酰胺在该仪器上的检出限(limit of detections, LODs)为0.513~0.725 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$,定量限(limit of quantitations, LOQs)为1.683~2.311 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$,表明该方法具有良好的灵敏度,且3种基质中均存在一定的基质效应,田间实际样品将采用基质匹配标准曲线进行溴氰虫酰胺的分析定量。

2.2.2 方法的平均回收率和相对标准偏差 在20、200和1000 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 3种添加水平下,测定虾头、虾尾和全虾3种基质中溴氰虫酰胺的平均添加回收率。结果表明(表3),虾头、虾尾和全虾中溴氰虫酰胺的平均添加回收率为75.2%~89.3%,相对标准偏差(RSD)为2.64%~10.15%。说明该残留分析方法具有良好的准确度和精确度,满足农药残留分析要求,可用于田间实际样品中溴氰虫酰胺残留量的检测。

表3 溴氰虫酰胺在3种基质中的添加回收结果

Table 3 Recovery results of spiked cyantraniliprole in three matrices

基质	溴氰虫酰胺添加量/ ($\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$)					
	20		200		1000	
	添加回收率/%	相对标准偏差/%	添加回收率/%	相对标准偏差/%	添加回收率/%	相对标准偏差/%
虾头	83.2	7.64	82.8	5.28	87.9	10.15
虾尾	83.2	8.87	89.3	6.32	86.3	7.95
全虾	75.2	4.84	77.6	2.64	75.8	5.11

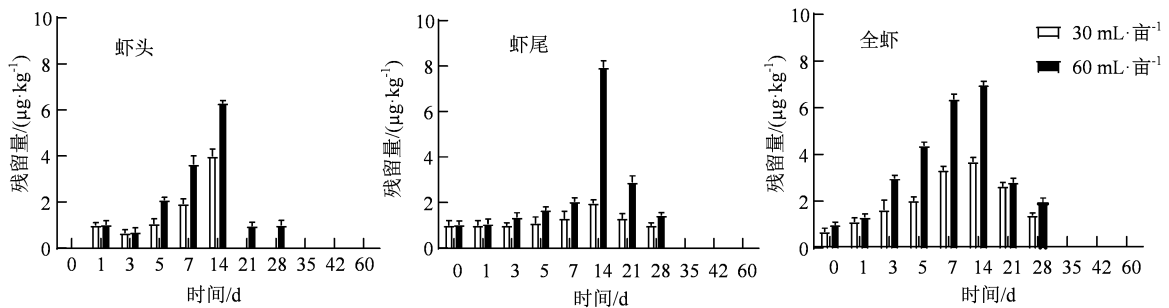


图2 溴氰虫酰胺在克氏原螯虾虾头、虾尾和全虾中的生物富集规律

Figure 2 Bioaccumulation of cyantraniliprole in head, tail and whole body of *P. clarkii*

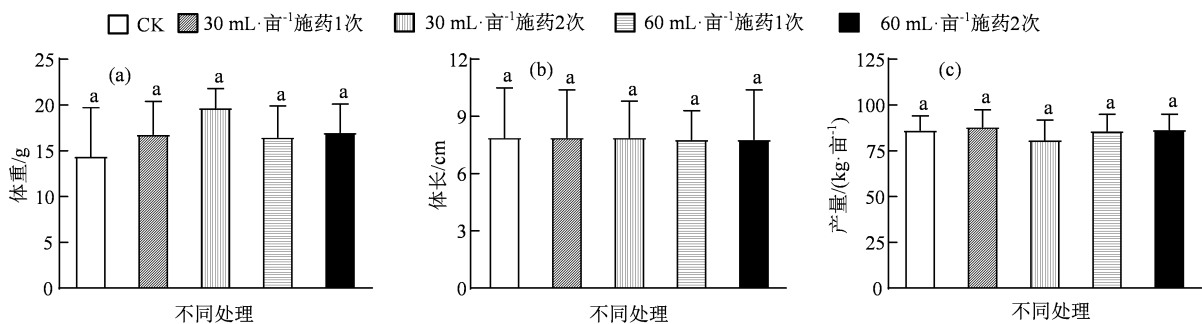


图3 溴氰虫酰胺对克氏原螯虾体长、体重和产量的影响

Figure 3 Effects of cyantraniliprole on body length, body and yield weight of *P. clarkii*

2.3 溴氰虫酰胺在克氏原螯虾体内的生物富集规律

施药后溴氰虫酰胺在克氏原螯虾虾头、虾尾和全虾中的生物富集量随时间变化结果如图2所示。溴氰虫酰胺在克氏原螯虾虾头、虾尾和全虾中的生物富集量与施药剂量均呈正相关;在每亩30 mL和60 mL两种施药剂量下,溴氰虫酰胺在克氏原螯虾虾头、虾尾和全虾中的生物富集规律随时间均呈现

先升高后降低的趋势,且在施药后14 d达到最大值,虾头中分别为4.00和6.33 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$,虾尾中分别为2.00和8.00 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$,全虾中分别为3.67 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 和7.00 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 。在施药14 d后,克氏原螯虾所有部位中溴氰虫酰胺的生物富集量在逐渐减少,21 d时在每亩30 mL处理组的克氏原螯虾的虾头中溴氰虫酰胺含量<LOQ,其他溴氰虫酰胺处理组在35 d至收

获期的克氏原螯虾虾头、虾尾和全虾中溴氰虫酰胺含量均<LOQ。

2.4 溴氰虫酰胺对克氏原螯虾生长和最终产量的影响

在 10%溴氰虫酰胺 OD 推荐施用剂量每亩 30 mL 及其 2 倍剂量即每亩 60 mL 施药 1 次和 2 次的 4 个处理组和空白对照组中, 最终采样期时克氏原螯虾体重、体长和试验小区最终产量如图 3 所示。结果表明, 4 个处理组小区的克氏原螯虾体重、体长和最终产量与对照组无显著差异($P > 0.05$), 对照组、每亩 30 mL 施药 1 次和 2 次、每亩 60 mL 施药 1 次和 2 次, 体长分别为(7.9±2.6) cm、(7.9±2.5) cm、(7.9±1.9) cm、(7.8±1.5) cm 和 (7.8±2.6) cm; 体重分别为(14.37±5.33) g、(16.8±3.6) g、(19.7±2.1) g、(16.5±3.4) g 和(17.0±3.1)g, 试验小区最终产量分别为每亩 86.3、88.1、81.0、86.0 和 86.6 kg。

3 讨论与结论

稻虾共作模式是一种高效稻田综合种养形式, 不同于传统单一水稻种植方式, 该模式能利用水稻和小龙虾的互利共生关系, 改善稻田生态环境, 减少稻田病虫害同时促进小龙虾和水稻生长, 提高稻田综合效益。二化螟作为水稻上的重要害虫, 目前较好的防治方法依旧是使用氯虫苯甲酰胺、氟苯虫酰胺、阿维菌素和甲维盐等化学农药进行防治^[8], 然而市面上农药登记时所推荐的防治水稻害虫的使用剂量多数是基于传统水稻种植模式进行设置的, 且在稻田田使用的农药可能会对稻田水中养殖的小龙虾存在影响, 进而通过食物链影响到人类健康。因此, 研究稻虾共作模式下农药对水稻害虫的防治效果及其残留对稻田小龙虾的安全性具有重要指导意义。

本研究中, 在稻虾共作田中施用 10%溴氰虫酰胺可分散油悬浮剂防治水稻二化螟, 在每亩 20~40 mL 推荐剂量下防治效果均大于 80%, 均显著高于当地常规对照药剂($P < 0.05$)。研究表明, 稻虾共作模式相比传统水稻单作模式, 水土性状方面, N、P 等水质指标及土壤肥力均得到了提升^[26]; 营养元素方面, 田水和土壤中能够被生态系统转化利用的硝铵态氮和有效磷含量明显增加^[27]; 生物结构方面, 增加了稻田生态系统生物多样性、微生物群落种类和丰度^[28-29]; 害虫防效方面, 农药的使用频率和剂量显著降低, 综合防治效果提升明显^[30]。

本研究中, 采用 UPLC-MS/MS 建立了溴氰虫酰胺在克氏原螯虾体内的残留检测方法, 该方法具有较好的重复性、准确度和精确度。稻虾共作模式

下施用 10%溴氰虫酰胺可分散油悬浮剂推荐剂量为每亩 30 mL 及其两倍剂量每亩 60 mL 后, 溴氰虫酰胺在克氏原螯虾虾头、虾尾和全虾中生物富集量均呈现先增加后减少的趋势, 且在施药后 14 d 生物富集量最高, 最大富集量为 8.00 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$, 在施药 35 d 后所有样品溴氰虫酰胺浓度均<LOQ。研究表明, 水环境中的多菌灵、吡虫啉和溴氰菊酯等农药及重金属等污染物在克氏原螯虾体内生物富集规律呈现先上升后下降的趋势是一个普遍现象, 这可能与虾体内的代谢和排泄等过程有关, 包括鳃和肝胰腺等器官将农药进行吸收和消化; 吸收排泄作用将农药通过体液、粪便等途径排出体外, 体内抗氧化和解毒代谢等相关生化反应将农药降解^[31-33]。

本研究中, 最终采样期时的克氏原螯虾体重、体长和最终产量与对照组无显著差异。有研究表明, 溴氰虫酰胺对水生生物的毒性作用可能受到许多因素的影响, 例如化学品浓度、暴露时间、环境因素、生物物种等^[34]。另有研究报道, 克氏原螯虾对外源污染物具有一定的解毒代谢和清除能力^[35], 其鳃器官过滤水体中的污染物, 从而减少污染物的暴露程度, 此外克氏原螯虾的肝胰腺器官富含脂肪和多种抗氧化及解毒代谢酶系统, 能够吸收污染物并代谢降解^[36]。在本研究中, 克氏原螯虾体内溴氰虫酰胺最大富集量为 8.00 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$, 国内规定溴氰虫酰胺每日容许摄入量 (ADI) 为 0.03 $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ (bw) ^[37], 以 70 kg 为人体正常体重, 结合消费者膳食摄入习惯, 该残留量远低于人体摄入量, 满足食品安全及膳食摄入风险要求。

稻虾共作模式作为一种高效稻田综合种养模式在全国范围内推广, 在此模式下施用推荐剂量的 10%溴氰虫酰胺可分散油悬浮剂对水稻二化螟的防治效果高于 80%, 且对非靶标生物克氏原螯虾的生长和最终产量无显著影响。

参考文献:

- [1] 牛淑琳, 唐苗苗, 杜晨阳, 等. 稻米品质调控的分子基础及非生物胁迫对稻米品质的影响[J]. 中国稻米, 2022, 28(3): 10-19.
- [2] 农业部关于印发《种养结合循环农业示范工程建设规划(2017—2020年)》的通知[EB/OL]. [2023-02-19]. http://www.moa.gov.cn/nybg/2017/djq/201802/t20180202_6136360.htm.
- [3] JIANG Y, CAO C G. Crayfish-rice integrated system of production: an agriculture success story in China. A review[J]. Agron Sustain Dev, 2021, 41(5): 68.
- [4] HOU J, ZHANG D, ZHU J. Nutrient accumulation from excessive nutrient surplus caused by shifting from rice monoculture to rice-crayfish rotation[J]. Environ Pollut,

- 2021, 271: 116367.
- [5] 于秀娟, 郝向举, 党子乔, 等. 中国小龙虾产业发展报告(2022)[J]. 中国水产, 2022, 559(6): 47-54.
- [6] 周剑, 赵仲孟, 黄志鹏, 等. 池塘和稻田养殖模式下克氏原螯虾肌肉和肝脏营养成分比较[J]. 渔业科学进展, 2021, 42(2): 162-169.
- [7] XU Q, PENG X, GUO H L, et al. Rice-crayfish coculture delivers more nutrition at a lower environmental cost[J]. Sustain Prod Consum, 2022, 29: 14-24.
- [8] 张凯, 曹凯歌, 周长勇, 等. 稻田二化螟综合防治研究进展[J]. 浙江农业科学, 2022, 63(3): 564-568, 572.
- [9] TANG W X, WANG D, WANG J Q, et al. Pyrethroid pesticide residues in the global environment: an overview[J]. Chemosphere, 2018, 191: 990-1007.
- [10] 陈朗, 袁善奎, 姜辉, 等. 双酰胺类杀虫剂环境风险问题浅析[J]. 农药科学与管理, 2019, 40(3): 19-26.
- [11] 何志刚, 王冬武, 杨品红, 等. 农药对稻田养殖克氏原螯虾毒性影响研究进展[J]. 湖南饲料, 2017(3): 41-45.
- [12] VAROL M, SÜNBÜL M R. Organochlorine pesticide, antibiotic and heavy metal residues in mussel, crayfish and fish species from a reservoir on the Euphrates River, Turkey[J]. Environ Pollut, 2017, 230: 311-319.
- [13] DOU Z, LI Y Y, GUO H L, et al. Effects of mechanically transplanting methods and planting densities on yield and quality of Nanjing 2728 under rice-crayfish continuous production system[J]. Agronomy, 2021, 11(3): 488.
- [14] WILSON B E, VILLEGAS J M, WAY M O, et al. Cyantraniliprole: a new insecticidal seed treatment for U.S. rice[J]. Crop Prot, 2021, 140: 105410.
- [15] 胡译文, 孙建昌, 耿阳阳, 等. 溴氰虫酰胺研究进展及应用现状[J]. 南方农业, 2016, 10(31): 24-27.
- [16] GRÁVALOS C, FERNÁNDEZ E, BELANDO A, et al. Cross-resistance and baseline susceptibility of Mediterranean strains of *Bemisia tabacito* cyantraniliprole[J]. Pest Manag Sci, 2015, 71(7): 1030-1036.
- [17] 段爱玲, 李洪刚, 袁雪松, 等. 溴氰虫酰胺对棉花蓟马的室内毒力测定及田间药效评价[J]. 新疆农业科学, 2020, 57(4): 665-670.
- [18] 李强, 付步礼, 夏西亚, 等. 溴氰虫酰胺对香蕉田间黄胸蓟马的药效及其残留规律[J]. 农药学学报, 2017, 19(6): 723-728.
- [19] 洪文英, 吴燕君, 尉吉乾, 等. 溴氰虫酰胺对小菜蛾的田间防效及其在花椰菜中的残留与消解动态[J]. 农药学学报, 2017, 19(2): 211-216.
- [20] 唐涛, 马明勇, 符伟, 等. 三氟苯嘧啶·溴氰虫酰胺对水稻稻飞虱及螟虫的田间防治效果评价[J]. 植物保护, 2019, 45(3): 215-221.
- [21] 王旭强, 孙文闪, 冯均利, 等. 液质联用法测定蔬菜、水果、土壤中的溴氰虫酰胺残留[J]. 福建分析测试, 2019, 28(2): 1-4.
- [22] 丁金凤, 徐春梅, 张薇, 等. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法测定玉米植株和土壤中溴氰虫酰胺及其代谢物残留[J]. 农药学学报, 2018, 20(1): 83-89.
- [23] 王思威, 王潇楠, 常虹, 等. QuEChERS-高效液相色谱-串联质谱法检测荔枝中氯虫苯甲酰胺、溴氰虫酰胺及代谢物残留[J]. 农药学学报, 2022, 24(2): 395-403.
- [24] MALONEY E M, SYKES H, MORRISSEY C, et al. Comparing the acute toxicity of imidacloprid with alternative systemic insecticides in the aquatic insect *Chironomus dilutus*[J]. Environ Toxicol Chem, 2020, 39(3): 587-594.
- [25] XU C, FAN Y, ZHANG X, et al. DNA damage in liver cells of the tilapia fish *Oreochromis mossambicus* larva induced by the insecticide cyantraniliprole at sublethal doses during chronic exposure [J]. Chemosphere, 2020, 238: 124586.
- [26] 赵考诚, 马军, 叶迎, 等. 稻虾生态种养综合效应研究进展[J]. 作物杂志, 2021, 37(2): 22-27.
- [27] DONG S, GAO Y, GAO Y, et al. Evaluation of the trophic structure and energy flow of a rice-crayfish integrated farming ecosystem based on the Ecopath model[J]. Aquaculture, 2021, 539: 736626.
- [28] LI P, WU G, LI Y, et al. Long-term rice-crayfish-turtle co-culture maintains high crop yields by improving soil health and increasing soil microbial community stability[J]. Geoderma, 2022, 413: 115745.
- [29] WANG A, HAO X, CHEN W, et al. Rice-crayfish co-culture increases microbial necromass' contribution to the soil nitrogen pool[J]. Environ Res, 2023, 216: 114708.
- [30] 曹湊贵, 江洋, 汪金平, 等. 稻虾共作模式的“双刃性”及可持续发展策略[J]. 中国生态农业学报, 2017, 25(9): 1245-1253.
- [31] 李亚梦. 稻虾综合种养模式下多菌灵在克氏原螯虾中的残留特征、归趋与富集效应研究[D]. 上海: 上海海洋大学, 2020.
- [32] 李司棋, 杨秋红, 何绪刚, 等. 稻虾综合种养模式下吡虫啉的富集与残留消除[J]. 华中农业大学学报, 2021, 40(1): 105-111.
- [33] 张振燕, 张美琴, 吴瑛, 等. 重金属 Cd 与 Cu 在克氏原螯虾体内富集与释放规律[J]. 食品科学, 2014, 35(17): 250-254.
- [34] CUI F, CHAI T, QIAN L, et al. Effects of three diamides (chlorantraniliprole, cyantraniliprole and flubendiamide) on life history, embryonic development and oxidative stress biomarkers of *Daphnia magna*[J]. Chemosphere, 2017, 169: 107-116.
- [35] 宋昕昊, 杨丹, 季春雷, 等. 马度米星铵对克氏原螯虾肝胰腺药物代谢酶活性及其基因表达的影响[J]. 南京农业大学学报, 2020, 43(4): 720-727.
- [36] DESOUKY M M A, ABDEL-GAWAD H, HEGAZI B. Distribution, fate and histopathological effects of ethion insecticide on selected organs of the crayfish, *Procambarus clarkii*[J]. Food Chem Toxicol, 2013, 52: 42-52.
- [37] 国家卫生健康委员会, 农业农村部, 国家市场监督管理总局. 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量: GB 2763—2021[S]. 北京: 中国标准出版社, 2021.