

研究通讯

稻丰散在水稻上的残留动态

麦 铭 尤 玉 珍

(湖北省农科院测试中心)

稻丰散 Elsan, phenthoate, 化学名称: O, O-二甲基-S-(d-乙氧羰基苄基)二硫代磷酸酯是一种广谱性杀虫剂, 对多种害虫有良好的防治效果, 残效期短。本试验目的是为稻丰散防治水稻害虫经济有效及安全使用提供科学依据。

一、试 验 方 法

1. 消解动态试验

1984 年 8—9 月间在湖北省农科院实验农场进行。每亩使用 100 毫升 50% 稻丰散乳剂, 兑水 120 斤进行喷雾, 设不喷药对照。待稻株上药液干燥后, 采样分别测定稻株、水、土的原始附着量, 然后分别隔 1、3、5、9、13 天采样测定。

2. 残留动态试验

9 月 17 日—10 月 18 日在上述同一地点进行, 施药量设每亩 100 毫升、150 毫升, 兑水 120 斤用背负式喷雾器喷洒, 收割时采样测定。表 1 表明本试验设计。

表 1 稻丰散在水稻上残留试验设计

施药量 (ml/亩)	施药 次数	施 药 日 期	最后一次施药 距采样间隔天 数
100	4	17/9 24/9 4/10 11/10	7
	3	17/9 24/9 4/10	14
	3	24/9 4/10 11/10	7
	1	17/9	31
	1	11/10	7
150	1	17/9	31
	4	17/9 24/9 4/10 11/11	7
CK (不喷药)			

二、测 定 方 法

1. 提取及纯化

(1) 糙米: 称取 20 克经粉碎、过筛 (60 目) 的样品置于 250 毫升具塞三角烧瓶中加入 80 毫升 40% 丙酮溶液, 在振荡机上振摇 30 分钟, 抽滤, 残渣用 25 毫升丙酮洗涤, 移至 500 毫升的分液漏斗中加入 50 毫升石油醚和 50 毫升饱和的氯化钠溶液, 振摇 5 分钟, 放下水相, 在水相中加入石油醚 40 毫升, 振摇 5 分钟, 合并有机相, 用 30 克无水硫酸钠脱水, 在水浴 50℃ 下减压浓缩至 5 毫升, 然后通过制备好的层析柱进行纯化。层析柱长 120 mm, 内径 20 mm 内装 12 克混合吸附剂 (弗罗里硅土+活性炭 10:1 w/w) 柱底部及上部分别装上 2 厘米高的无水硫酸钠, 用苯 30 毫升预淋, 然后倒入提取浓缩液, 再加苯 120 毫升进行淋洗, 定容 5 毫升待测。

(2) 稻草: 稻草经晒干、粉碎、过筛 (60 目), 混匀称取 10 克置于 250 毫升具塞三角烧瓶中加入 100 毫升 20% 丙酮溶液提取 (同

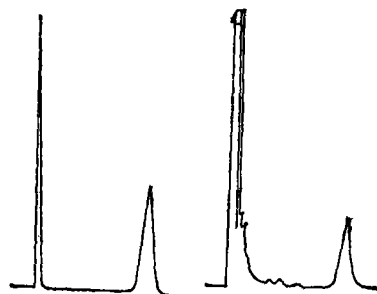


图 1 色谱流出曲线
A. 标准样品 B. 大米样品

表 2 糙米、谷壳、稻草添加稻丰散回收率

样品 浓度(ppm)		回 收 率 (%)					
		1	2	3	平 均	标准差 (S)	变异系数 (C.V.)
糙米	0.01	85.7	100	85.7	90.5	0.083	9.17
	0.1	91.6	100	95.2	95.6	0.042	4.39
	1	90.0	90.0	93.3	91.1	0.038	4.07
谷壳	0.01	102	81.6	91.8	91.8	0.063	6.72
	0.1	91.8	94.3	85.1	90.4	0.059	6.34
	1	85.7	86.7	104.8	92.4	0.066	7.10
稻草	0.01	107	94.2	100	100.4	0.070	7.44
	0.1	99	91.4	99.4	96.6	0.066	6.98
	1	81.8	87.3	84.8	84.6	0.028	3.31

表 3 稻丰散在稻、土、水中消失情况

施药后 天 数	残留量 (ppm)			消 失 率 (%)			试验期间天气情况
	稻	土	水	稻	土	水	
当天	2.625	0.306	0.255	0	0	0	8月30日—10月18日
1	0.65	0.034	0.03	75.2	88.9	88.2	平均气温: 26.7℃
3	0.45	0.022	0.0003	82.9	92.8	99.8	最高平均气温: 32.9℃
5	0.20	0.008	0.0002	92.4	97.3	99.9	最低平均气温: 20.6℃
9	0.051	0.006	0.0002	98.1	98.0	99.9	降雨量: 82.3 mm
13	0.016	0.001	0.0001	99.4	99.7	100	降雨天数: 24 天

糙米)。

(3) 水: 取水样 200 毫升置于 500 毫升分液漏斗中, 加入二氯甲烷 50 毫升、饱和氯化钠 50 毫升, 振摇 5 分钟, 放下水相, 在水相中加入二氯甲烷 50 毫升振摇 5 分钟, 静置分层后, 弃水相, 合并有机相, 用 30 克无水硫酸钠脱水, 浓缩用丙酮定容至 5 毫升待测。

(4) 土: 称取 20 克土置于 250 毫升具塞三角烧瓶中, 加入 100 毫升丙酮, 在振荡机上振摇 30 分钟, 取下置于离心机上离心 10 分钟, 吸取 50 毫升提取液, 浓缩经层析柱纯化(同糙米)定容至 5 毫升待测。

2. 测定

用气相色谱仪进行检测, 仪器为 Varian 3711, 检测器 FPD。

(1) 操作条件: 玻璃色谱柱长 2 米, 内径 2mm, 担体 Chromosorb W Aw-DMCS 60—80 目, 固定液 15% Silicone SE-30, 氮气流量

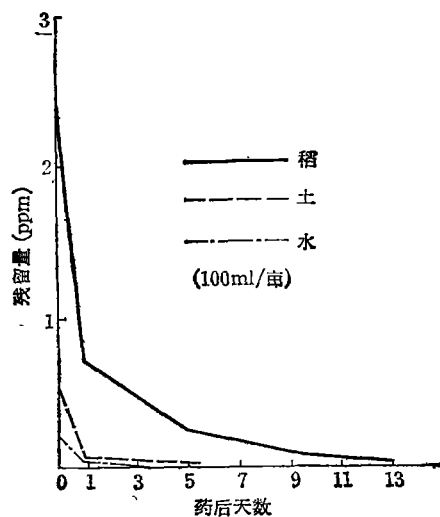


图 2 稻丰散消解曲线

31 毫升/分, 空气流量 ①75 毫升/分②170 毫升/分, 氢气流量 140 毫升/分, 柱温 215℃, 进样气化温度 220℃, 鉴定器温度 230℃, 衰

表 4 稻丰散在水稻上的残留量

用药量 毫升/亩	用药次数	距收获 天数	残留量 (ppm)		
			稻 草	谷 壳	糙 米
100	4	7	2.050	1.032	0.014
	3	14	0.545	0.531	0.005
	3	7	0.825	0.823	0.006
	1	31	0.075	0.176	0.003
	1	7	0.210	0.792	0.009
150	1	31	0.092	0.176	0.004
	4	7	2.750	1.701	0.021
CK	不 喷 药		0.028	0.003	未检出

减 $10^{-9} \times 4$, 纸速 0.5 厘米/分。

(2) 定量分析: 用外标法定量。在上述操作条件下, 稻丰散的色谱流出曲线如图 1, 保留时间为 $6'24''$, 稻丰散在稻米中的最小检出量 6.5×10^{-11} 克, 最小检出浓度为 0.003 ppm。

(3) 回收率: 用未施药的糙米、谷壳、稻草样品, 添加标准农药的方法, 获得回收率结果, 见表 2。

三、结 果 分 析

1. 稻丰散在水稻、土、水中的消失动态

在常用量情况下, 施药后约 1 小时, 待药液干, 采样测定农药的原始沉积量, 相隔 1、3、5、9、13 天采样测定稻株、土、水农药的残留量, 结果如表 3。

试验表明: 稻丰散无论在稻、土、水中消解是迅速的, 在水稻上半衰期为 0.5 天, 在土

和水中均为 0.3 天, 从残留毒性和环境保护的角度着眼, 稻丰散这一特性是可取的。

2. 稻丰散在水稻上的残留动态

在防治稻飞虱、稻叶蝉等害虫过程中, 每亩使用 50% 稻丰散乳剂 100—150 毫升喷洒, 用药四次, 稻丰散的残留量见表 4。

试验结果表明: 稻丰散由于降解较快, 在米中的残留量极微, 其残留量以稻草最高, 谷壳次之, 米最少。我国尚未制订稻丰散的卫生标准, 参照联合国粮农组织和世界卫生组织 (FAO/WHO) 关于稻丰散在米中最高残留允许量为 0.05ppm 的规定, 在上述用药情况下, 均没有超过最高允许标准。

参 考 文 献

- [1] Nissan Chemical Industries, Ltd. Elsan Residue Analysis Method on Rice and Soil, 1—6, (1982).
- [2] Nissan Chemical Industries, Ltd. Insecticide Elsan (phenthoate), 39—45 (1982).