

# 乐斯本乳油在小麦和土壤中的残留试验

戴荣彩, 陈 莉, 陈家梅, 夏福利, 余苹中

(北京市农林科学院植物保护环境保护研究所, 北京 100089)

**摘要:** 2000~2001 年分别在北京市郊区和武汉市郊区进行了 48% 乐斯本乳油在小麦和土壤中残留消解规律和最终残留量的研究。结果表明, 其有效成分毒死蜱在小麦上的半衰期为 2.5~4.2 d, 土壤上的半衰期为 3.7~9.5 d; 在用量 375~750 g/hm<sup>2</sup>、施用 1~2 次的情况下, 小麦麦粉中残留量为未检出(< 0.011)~0.038 mg/kg, 麦秸中残留量为未检出(< 0.045)~0.960 mg/kg, 土壤中残留量则均未检出(< 0.006 mg/kg)。

**关键词:** 乐斯本; 毒死蜱; 小麦; 残留量; 消解

**中图分类号:** X592    **文献标识码:** A    **文章编号:** 1000-7091(2006)01-0133-03

## Residue Trial of Chlorpyrifos in Wheat and Soil

DAI Rong-cai, CHEN Li, CHEN Jia-mei, XIA Fu-li, YU Ping-zhong

(Institute of Plant Protection and Environment Protection, Academic of

Beijing Agricultural Science, Beijing 100089, China)

**Abstract:** Supervised residue experiments for chlorpyrifos in wheat and soil were conducted in suburbs of Beijing and Wuhan. The results showed that half-life of chlorpyrifos in wheat and soil were 2.5~4.2 days and 3.7~9.5 days, respectively. The insecticide of chlorpyrifos was applied as spray according to the recommended dosage, the final residue did not exceed maximum residue limit established by EU at harvest time, which ensured edible safety of wheat.

**Key words:** Lorsban; Chlorpyrifos; Wheat; Residue; Degradation

48% 乐斯本乳油是美国陶氏益农公司生产的硫逐磷酸酯类广谱性杀虫剂, 具有触杀、胃毒、熏蒸作用。其有效成分名称为毒死蜱, 按我国农药毒性分级标准, 属中等毒性。它能防除多种作物上的害虫及跳甲、韭蛆等地下害虫。本试验旨在了解毒死蜱在小麦和土壤中的消解动态及最终残留状况。

## 1 材料和方法

### 1.1 试验材料

**农药:** 48% 乐斯本乳油(美国陶氏益农公司)。  
**作物:** 小麦(品种为 8866, 8860)。地点: 北京市郊区、武汉市郊区。

### 1.2 方法

工农-16 型背负式喷雾器喷雾处理。

### 1.3 田间试验设计

**1.3.1 消解动态试验** 施药浓度为 750 g/hm<sup>2</sup>, 用工农-16 型背负式喷雾器均匀喷施于小麦植株, 施药 1 次, 共设 3 个重复小区, 每个小区面积 30 m<sup>2</sup>。另设不施药的对照区。在施药后的 1 h 及 1, 3, 7, 14, 28 d 采收小麦植株, 每小区随机多点取样, 四分法留样 1 kg。所有样品均贮存于 -20℃ 冰箱中。

在远离施药区设 30 m<sup>2</sup> 的小区, 施药量 750 g/hm<sup>2</sup>, 于喷药后的 1 h 及 1, 3, 7, 14, 28 d, 按多点采样法用土钻采取 0~15 cm 表土, 混匀后留 0.5~1.0 kg。所有样品均贮存于 -20℃ 冰箱中。

**1.3.2 最终残留试验** 共设 3 个处理, 1 个不施药对照, 2 个施药处理, 分别为 375, 750 g/hm<sup>2</sup>。每个处理设 3 个重复小区, 每个小区面积 30 m<sup>2</sup>。于小麦孕穗期开始, 用工农-16 型背负式喷雾器均匀喷施于小麦植株, 每隔 10 d 喷施 1 次。分别施用 1 次和 2 次。

收稿日期: 2005-03-23

作者简介: 戴荣彩(1952-), 女, 北京人, 助理研究员, 学士, 主要从事农药残留分析方面的研究工作。

在末次施药后的 7, 14 d 采集小麦和土壤样品, 收获期按小区分别随机多点采集小麦植株和 0~15 cm 表层土壤样品。

## 1.4 检测方法

**1.4.1 仪器与试剂** 日本岛津气相色谱仪 GC-9A, C-R2AX 数据处理机, 电子捕获检测器 (ECD-Ni<sup>63</sup>), 1/100 000 和 1/100 电子天平, 康氏振荡机, 旋转蒸发器, 索氏提取器, 组织捣碎机, 超声波清洗器, 各种玻璃器皿。石油醚 (60~90℃), 乙酸乙酯为分析纯, 均需重蒸馏。无水硫酸钠, 中性氧化铝 (0.30~0.216 mm 孔径)、弗罗里硅土 (0.216~0.172 mm 孔径) 等。毒死蜱标准品 (纯度 99.0%, 美国陶氏益农公司)。

**1.4.2 样品的制备** 小麦植株采集后阴干脱粒, 麦粒取 0.5 kg, 分别粉碎麦粒和麦秸, 混匀。土壤样品需阴干、去杂质、粉碎、过 0.44 mm 筛。所有样品均需置于 -20℃ 冰箱中贮存, 待测定。

**1.4.3 样品的提取** 称取样品 (土壤 20 g、麦粉 10 g、麦秸 5 g) 置于 500 mL 具塞三角瓶中, 加入 50 mL 石油醚浸泡过夜, 在康式机上提取振荡 1 h 抽滤, 用 30~40 mL 石油醚洗涤残渣, 合并石油醚, 转入 500 mL 分液漏斗中, 加 120 mL 饱和 NaCl 液, 振荡 2 min 后静置, 将水相再用 40, 30 mL 石油醚萃取, 合并石油醚, 经无水硫酸钠脱水后, 经旋转蒸发器蒸干, 待净化。

**1.4.4 样品的净化** 玻璃层析柱内径 1.5 cm, 柱长 28 cm。土壤净化柱内从下至上依次装入: 少量脱脂棉、2 cm 高的无水硫酸钠、10 g 弗罗里硅土、2 cm 高的无水硫酸钠。麦粉和麦秸净化柱为: 少量脱脂棉、2 cm 高的无水硫酸钠、5 g 中性氧化铝、5 g 弗罗里硅土、2 cm 高的无水硫酸钠。淋洗液为: 3% 的乙酸乙酯的石油醚溶液 (体积分数)。首先用 20 mL 淋洗液淋洗已填装好的空柱; 吸取 2 mL 淋洗液至蒸干的提取液浓缩瓶中, 将浓缩物溶解并转移到净化柱内, 继续用 3×20 mL 淋洗液淋洗, 收集全部淋洗液, 在旋转蒸发器上蒸干, 用石油醚定容 (土壤、麦粉定容 10 mL, 麦秸定容 20 mL), 以备上机测定。

**1.4.5 气谱测定条件** 气相色谱条件: 日本岛津气相色谱仪 GC-9A, 配有 C-R2AX 数字处理系统, 电子捕获检测器 (ECD-Ni<sup>63</sup>); 色谱柱: 1.5 m×2 mm (φ) 不锈钢内衬玻璃柱, 固定液 1.5% OV-17, 担体 Chromosorb W HP (0.216~0.172 mm 孔径); 检测温度: 色谱柱 195℃, 检测器、进样口 250℃; 载气: 高纯氮, 流量 35 mL/min; 纸速: 2 mm/min

**1.4.6 定量测定** 采用外标法定量 (峰面积)。峰面积 ( $Y$ ) 与浓度 ( $X$ ) 在范围内线性相关关系, 方程为:  $Y=86.9080X-0.8057$ , 相关系数为  $r=0.9996$  ( $n=8$ )。

**1.4.7 添加回收率试验** 在麦粉、麦秸和土壤空白样品中, 添加浓度为 0.02, 0.05, 0.1 mg/kg 的毒死蜱标准液, 依上述方法提取、净化、测定, 获得全流程回收率结果。结果表明, 毒死蜱在麦粉中的平均回收率为 90.6%~93.8%, 变异系数为 4.74%~9.70%; 毒死蜱在麦秸中的平均回收率为 86.3%~98.0%, 变异系数为 5.27%~8.45%; 土壤中的平均回收率为 88.2%~95.2%, 变异系数为 2.57%~6.90%。以上结果满足本试验要求。

## 2 结果与讨论

### 2.1 48% 乐斯本乳油在小麦和土壤中的消解动态

**2.1.1 48% 乐斯本乳油在小麦上的消解动态** 2000~2001 年, 北京和武汉两地的试验结果表明: 毒死蜱在北京小麦上的原始沉积量为 4.005 mg/kg, 施用后 7 d 可消解 90% 左右,  $C=2.0594e^{-0.1664t}$ ,  $R^2=0.9498$ , ( $n=6$ ), 半衰期为 4.2 d; 在武汉小麦上的原始沉积量为 2.160 mg/kg, 施用后约 7 d 降解 90% 以上,  $C=1.6027e^{-0.2750t}$ ,  $R^2=0.9728$  ( $n=5$ ), 半衰期为 2.5 d。在小麦上的消解曲线见图 1。

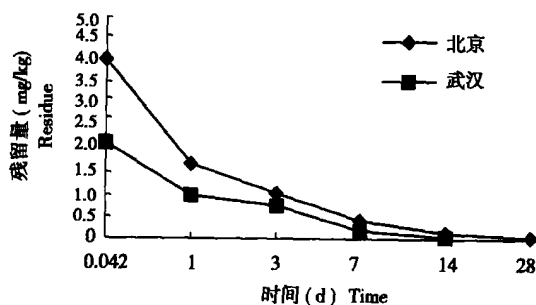


图 1 毒死蜱在小麦上的消解动态

Fig 1 Degradation curves of chlorpyrifos in wheat

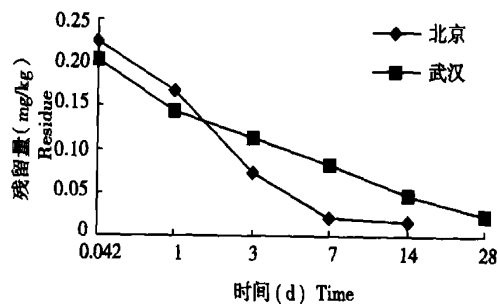


图 2 毒死蜱在土壤中的消解动态

Fig 2 Degradation curves of chlorpyrifos in soil

### 2.1.2 48% 乐斯本乳油在土壤中的消解动态

2000~2001 年, 北京和武汉两地的试验结果表明: 毒死蜱在北京土壤中的原始沉积量为 0. 223 mg/kg, 在北京土壤中 7 d 可消解 50% 以上, 14 d 可消解 90% 以上,  $C = 0. 161 4e^{-0. 188 7t}$ ,  $R^2 = 0. 839 7$  ( $n = 5$ ), 半衰期 3. 7 d; 在武汉土壤中的原始沉积量为 0. 204 mg/kg, 7 d 可消解 50% 以上, 28 d 可消解 90% 左右,  $C = 0. 155 7e^{-0. 072 9t}$ ,  $R^2 = 0. 954 1$  ( $n = 6$ ), 半衰期 9. 5 d。由此可见, 在武汉土壤中的毒死蜱的降解速率慢于北京。在土壤中的消解曲线见图 2。

2. 2 48% 乐斯本乳油在小麦粉、麦秸和土壤中的最

终残留量

北京和武汉 2 年的试验显示, 48% 乐斯本乳油按 375, 750 g/hm<sup>2</sup> 药量, 施药 1~2 次, 间隔期 7, 14 d 采样, 在北京麦粉中残留量范围是未检出(< 0. 011 mg/kg)~0. 022 mg/kg; 在麦秸中的残留量范围是未检出(< 0. 045 mg/kg)~0. 729 mg/kg; 土壤中残留量是未检出(< 0. 006 mg/kg)。在武汉麦粉中残留量范围是未检出(< 0. 011 mg/kg)~0. 038 mg/kg; 在麦秸中的残留量范围是 0. 150~0. 960 mg/kg; 土壤中残留量是未检出(< 0. 006 mg/kg)。

表 1 48% 乐斯本乳油在小麦粉、麦秸和土壤中的最终残留

Tab. 1 The final residues of chlorpyrifos in wheat wheat straw and soil

地点	施药量(g/ hm <sup>2</sup> ) Herbicide dosage	施药次数 Times	样本 Example	采收距施药间隔期的残留量	
				7 d	14 d
北京	375	1	麦 粉	< 0. 011	< 0. 011
			麦 秸	0. 194	< 0. 045
			土 壤	< 0. 006	< 0. 006
		2	麦 粉	< 0. 011	< 0. 011
			麦 秸	0. 200	0. 132
			土 壤	< 0. 006	< 0. 006
	750	1	麦 粉	< 0. 011	< 0. 011
			麦 秸	0. 418	0. 140
			土 壤	< 0. 006	< 0. 006
		2	麦 粉	< 0. 011	< 0. 011
			麦 秸	0. 729	0. 193
			土 壤	< 0. 006	< 0. 006
武汉	375	1	麦 粉	< 0. 011	< 0. 011
			麦 秸	0. 540	0. 185
			土 壤	< 0. 006	< 0. 006
		2	麦 粉	0. 017	< 0. 011
			麦 秸	0. 489	0. 370
			土 壤	< 0. 006	< 0. 006
	750	1	麦 粉	0. 015	0. 013
			麦 秸	0. 818	0. 759
			土 壤	< 0. 006	< 0. 006
		2	麦 粉	0. 022	0. 015
			麦 秸	0. 960	0. 721
			土 壤	< 0. 006	< 0. 006

3 小结

北京、武汉两地两年试验表明, 乐斯本 48% 乳油在小麦上消解较快, 7 d 可消解 90%, 在小麦上的半衰期 2. 5~4. 2 d, 在土壤中的半衰期 3. 7~9. 5 d。乐斯本 48% 乳油以 375~750 g/hm<sup>2</sup> 在小麦孕穗期均匀喷施于小麦植株治理麦蚜, 施药 1~2 次, 间隔期 7, 14 d 采收, 麦粉中毒死蜱的残留量为未检出(< 0. 011 mg/kg)~0. 038 mg/kg; 麦秸中的残留量为未检出(< 0. 045 mg/kg)~0. 960 mg/kg; 土壤中均未检出(< 0. 006 mg/kg)。参照欧共体规定毒死蜱在小麦子粒中的最大残留限量 0. 05 mg/kg 的标准, 48% 乐斯本乳油以 375

~750 g/hm<sup>2</sup> 在小麦孕穗期均匀喷施于小麦植株, 施药 1~2 次, 间隔期 7, 14 d 采收, 麦粉中毒死蜱的残留量均小于 0. 05 mg/kg。因此 48% 乐斯本乳油以 375 g/hm<sup>2</sup> 在小麦孕穗期均匀喷施于小麦植株, 最多施药 1 次, 间隔期 7 d 采收, 收获期的小麦食用是安全的。

参考文献:

[1] 樊德方. 农药残留量分析与检测[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1982  
[2] 农业部农药检定所. 农药残留量实用检测方法手册[M]. 北京: 中国农业科技出版社, 1995  
[3] 庄无忌. 各国食品和饲料中农药兽药残留限量大全[M]. 北京: 中国对外经济贸易出版社, 1995