

# 砒嘧磺隆 25% 干悬浮剂在玉米和土壤中的 残留动态研究

黄士忠，李治祥，凌联银，刘潇威，黄永春

(农业部环境保护科研监测所 农业部农产品污染防治实验室,天津 300191)

**摘 要:** 为了制定砒嘧磺隆在玉米上的安全使用标准,采用田间实验的方法,研究了砒嘧磺隆在玉米及土壤中的残留动态,应用 GLC 法测定了砒嘧磺隆在玉米及土壤中的残留量。两年的试验结果表明,砒嘧磺隆在玉米及土壤中消解较快,其半衰期分别为 7—8 d 和 10—11 d,施药为 33.8 g(ai) · hm<sup>-2</sup>,使用 1 次,末次施药距收获时间间隔 55 d,砒嘧磺隆在玉米及土壤中的残留量均低于 0.002 mg · kg<sup>-1</sup>,该药属易分解农药(T<sub>1/2</sub> <30 d)。

**关键词:**砒嘧磺隆; 玉米; 残留动态; 气相色谱法

**中图分类号:**X592      **文献标识码:**A      **文章编号:**1000 – 0267(2002)04 – 0343 – 03

## Residual Dynamic of Rimsulfuron (DPX – E9636) in Corn and Soil

HUANG Shi-zhong, LI Zhi-xiang, LING Lian-yin, LIU Xiao-wei, HUANG Yong-chun

(Agro – Environment Protection Institute of MOA, Tianjin 300191, China)

**Abstract:** In order to make up a standard procedure for safe use of rimsulfuron on soil and corn, a field supervised experiment was conducted to reveal dynamics of rimsulfuron in soil and corn, respectively. The residues of rimsulfuron in soil and corn were determined by GLC procedure. The results of two year’s study showed that rimsulfuron (OPX – E9636) disappeared rapidly from both soil and corn. Its half – lives in soil and corn were 10 – 11 and 7 – 8 days, respectively. The corn was sprayed one time with Titus 25DF at dilution of 1.8: 1000 (33.8 g a.i · hm<sup>-2</sup>). At the 55th day after last application, the final residues of the rinsulfuron in corn seed and soil were <0.002 mg · kg<sup>-1</sup>. Therefore, it maybe conduced that rimsulfuron is a non – persistent pesticide.

**Keywords:** rimsulfuron; corn; residual dynamics; gas chromatography

砒嘧磺隆 25% 干悬浮剂(titus 25DF)是美国杜邦公司生产的一种玉米田使用的内吸性低毒除草剂,主要防除一年生及多年生禾本科杂草及某些阔叶杂草。了解砒嘧磺隆 25% 干悬浮剂在玉米田施用后,砒嘧磺隆在玉米苗期植株上和土壤中的残留消解动态及在青玉米、成熟玉米籽粒、土壤和秸秆中的最终残留量,我们于 1999 年—2000 年在天津(夏玉米)和吉林(春玉米)两地进行了为期两年的残留试验。

## 1 材料与方法

### 1.1 试验时间、地点、药剂、品种及方法

试验时间:1999 年—2000 年。

供试药剂:砒嘧磺隆 25% 干悬浮剂(美国杜邦公

司提供)。

试验地点及玉米品种:天津(夏玉米 津鲜 No.1),吉林(春玉米,吉科 No.56)。

试验方法:详见 1.2 和 1.3 两部分。

### 1.2 消解动态试验

采用一次施药多次采样的方法进行。在供试的玉米田中设 3 个施药处理区和 1 个不施药的对照区。每个试验区面积为 30 m<sup>2</sup>,施药的剂量为推荐使用量的 1.5 倍,即砒嘧磺隆 25DF 135 g · hm<sup>-2</sup>(有效成分相当于 33.8 g · hm<sup>-2</sup>),在玉米 1—4 叶期,将砒嘧磺隆 25DF 兑水(先用温水使药剂溶解后兑清水至 750 kg · hm<sup>-2</sup>)喷雾、使用扇形喷头,顺垄不要重复喷,也不要漏喷。施药后 1 h 和 3、7、10、14、21、28 d 分别采玉米苗(去根、切成约为 1 cm 的片段)和土壤样品(土表层约 10 cm 的土壤),充分混合后缩分,保留 500 g 样品,装入塑料食品袋,拴好标签,立刻放入 – 20 ℃

冰箱冻存直至分析。

1.3 最终残留试验

在供试的玉米田中设 2 个药剂处理区和 1 个对照区。每个处理区面积为 30 m<sup>2</sup>,各重复 3 次。处理剂量分别为 22.5 g(a·i) · hm<sup>-2</sup>(推荐剂量) 和 33.8 g(a·i) · hm<sup>-2</sup>(1.5 倍推荐剂量)。在玉米 1—4 叶期,每个处理区按剂量喷药 1 次,喷药方法同上述动态试验(1.2)。对照区不施除草剂。施药后间隔 55 d 和 80 d 分别采集有代表性的青玉米(55 d 采夏玉米,80 d 采春玉米)。62 d 和 72 d 各采 1 次成熟夏玉米的籽粒、土壤和秸秆样品。120 d 和 130 d 各采 1 次成熟春玉米的籽粒、土壤和秸秆样品。样品经简单处理(玉米脱粒,秸秆切成 1cm 左右的片段)缩分后放入 -20℃ 的冰箱中冻存直至分析。

1.4 检测方法

砒嘧磺隆在玉米及土壤中的检测方法,见农业环境保护,2001,20(4),246—248。

2 结果与讨论

2.1 添加回收试验

见农业环境保护 2001.20(4),246—248。

2.2 砒嘧磺隆在玉米茎叶和土壤中的消解动态

施用砒嘧磺隆 25DF,按 135 g · hm<sup>-2</sup>(有效成分

相当于 33.8 g · hm<sup>-2</sup>) 剂量,在玉米 1—4 叶期,兑水 750 kg(每公顷用量)喷雾。施药后间隔不同时间采玉米植株(苗、去根)和土壤样品进行残留量测定。1999 年测定结果列入表 1,2000 年结果列入表 2 中。

从表 1 和表 2 中可以看出,施药后 1 h 砒嘧磺隆在玉米茎叶和土壤中的原始沉积量,天津试验点 1999 年分别为 0.039 mg · kg<sup>-1</sup> 和 0.027 mg · kg<sup>-1</sup>,2000 年分别为 0.363 mg · kg<sup>-1</sup> 和 0.054 mg · kg<sup>-1</sup>。吉林试验点 1999 年分别为 0.042 mg · kg<sup>-1</sup> 和 0.013 mg · kg<sup>-1</sup>,2000 年分别为 0.323 mg · kg<sup>-1</sup> 和 0.098 mg · kg<sup>-1</sup>。随着时间的延长,砒嘧磺隆的残留量逐渐下降,两年的试验结果表明,消解较为一致。施药后间隔的时间与玉米茎叶(或土壤)中的残留量呈指数关系。残留动态曲线方程为:

$$C_t = C_0 e^{-kt},$$

式中: C<sub>t</sub> 为施药后间隔 t 时的农药浓度, C<sub>0</sub> 为施药后的原始沉积量, k 为消解速率常数, t 为施药后的天数。

将表 1、2 结果统计分析,得到砒嘧磺隆在玉米茎叶及土壤中残留消解动态的回归方程见表 3。砒嘧磺隆在玉米茎叶和土壤中的半衰期分别为 7—8 d 和 10—11 d。

2.3 砒嘧磺隆 25DF 在玉米籽粒、秸秆和土壤中的最

表 1 砒嘧磺隆在玉米茎叶(苗期)及土壤中的消解动态(1999)

| 采样距施药间隔天数 | 天津                        |            | 吉林                        |            |
|-----------|---------------------------|------------|---------------------------|------------|
|           | 残留量/mg · kg <sup>-1</sup> | 消失率/%      | 残留量/mg · kg <sup>-1</sup> | 消失率/%      |
| 1/24      | 0.039(0.027)              | 0(0)       | 0.042(0.013)              | 0(0)       |
| 3         | 0.023(0.022)              | 41.1(18.6) | 0.025(0.009)              | 40.5(30.8) |
| 7         | 0.019(0.019)              | 51.4(29.7) | 0.020(0.008)              | 52.4(38.5) |
| 10        | 0.015(0.014)              | 61.6(48.2) | 0.012(0.006)              | 71.5(53.9) |
| 14        | 0.011(0.010)              | 71.8(63.0) | 0.008(0.004)              | 81.0(69.3) |
| 21        | 0.004(0.006)              | 89.8(77.8) | 0.004(0.003)              | 90.5(77.0) |
| 28        | 0.002(0.004)              | 94.9(85.2) | 0.003(0.002)              | 92.9(84.7) |

注:()内是土壤的测定值。

表 2 砒嘧磺隆在茎叶(苗期)及土壤中消解动态(2000)

| 采样距施药间隔天数 | 天津                        |            | 吉林                        |            |
|-----------|---------------------------|------------|---------------------------|------------|
|           | 残留量/mg · kg <sup>-1</sup> | 消失率/%      | 残留量/mg · kg <sup>-1</sup> | 消失率/%      |
| 1/24      | 0.363(0.054)              | 0(0)       | 0.323(0.098)              | 0(0)       |
| 3         | 0.025(0.036)              | 43.5(33.4) | 0.261(0.080)              | 19.2(18.4) |
| 7         | 0.158(0.029)              | 56.5(46.5) | 0.146(0.064)              | 54.8(36.7) |
| 10        | 0.085(0.023)              | 76.6(54.5) | 0.047(0.049)              | 85.4(50.0) |
| 14        | 0.041(0.017)              | 88.7(68.5) | 0.028(0.025)              | 91.3(74.5) |
| 21        | 0.023(0.009)              | 93.7(83.4) | 0.019(0.010)              | 94.1(89.8) |
| 28        | 0.009(0.004)              | 97.5(92.6) | 0.011(0.006)              | 96.6(93.9) |

注:()内是土壤的测定值。

终残留量

按前述的田间试验设计,施药剂量分别为砒嘧磺隆 25DF 90 g · hm<sup>-2</sup>(有效成分相当于 22.5 g · hm<sup>-2</sup>)和 135 g · hm<sup>-2</sup>(有效成分相当于 33.8 g · hm<sup>-2</sup>)。在玉米 1—4 叶期,在每个处理区按设计剂量施药 1 次,对照区不施除草剂。施药后间隔 55 d 和 80 d 分别采集有代表性的青玉米样品(55 d 采夏玉米,80 d 采春

玉米)。62 d 和 72 d 各采一次成熟夏玉米籽粒、土壤和秸秆样品。对上述青玉米、成熟玉米、秸秆和土壤样品按前述分析方法进行残留量测定,测定结果 1999 年和 2000 年都列入表 4。

从表 3 可以看出,无论是天津试验点(夏玉米)还是吉林试验点(春玉米),也无论是低剂量(砒嘧磺隆有效成分 22.5 g · hm<sup>-2</sup>)还是高剂量(砒嘧磺隆有效

表 3 砒嘧磺隆在玉米茎叶(苗期)及土壤中消解动态回归方程

| Table 3 Regression equation of rimsulfuron residue on corn stem and leaf and on soil at seedling stage |      |      |                                |        |       |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------|------|------|--------------------------------|--------|-------|
| 样品                                                                                                     | 试验地点 | 年份   | 回归方程                           | 相关系数/r | 半衰期/d |
| 玉米茎叶                                                                                                   | 天津   | 1999 | $C_t = 0.038\ 3e^{-0.1035\ t}$ | -0.992 | 6.7   |
|                                                                                                        |      | 2000 | $C_t = 0.331\ 3e^{-0.1308\ t}$ | -0.993 | 5.3   |
|                                                                                                        | 吉林   | 1999 | $C_t = 0.035\ 4e^{-0.0961\ t}$ | -0.986 | 7.2   |
|                                                                                                        |      | 2000 | $C_t = 0.282\ 6e^{-0.1284\ t}$ | -0.961 | 6.6   |
| 土壤                                                                                                     | 天津   | 1999 | $C_t = 0.027\ 9e^{-0.0705\ t}$ | -0.996 | 9.8   |
|                                                                                                        |      | 2000 | $C_t = 0.053\ 5e^{-0.0887\ t}$ | -0.995 | 7.8   |
|                                                                                                        | 吉林   | 1999 | $C_t = 0.011\ 8e^{-0.0567\ t}$ | -0.992 | 10.5  |
|                                                                                                        |      | 2000 | $C_t = 0.115\ 1e^{-0.107\ t}$  | -0.986 | 6.5   |

表 4 砒嘧磺隆在青玉米、成熟玉米、土壤和秸秆中的最终残留量(1999 年和 2000 年)

| Table 4 Final rimsulfuron residues in seeds at both green and mature stage and soil (1999 and 2000) |                                                                        |        |                        |  |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------|--------|------------------------|--|
| 样品名称                                                                                                | 施药剂量                                                                   | 采样间隔天数 | 残留量                    |  |
|                                                                                                     |                                                                        | /d     | /mg · kg <sup>-1</sup> |  |
| 青玉米                                                                                                 | 砒嘧磺隆 25DF90 g · hm <sup>-2</sup><br>(有效成分 22.5 g · hm <sup>-2</sup> )  | 55     | ND                     |  |
|                                                                                                     |                                                                        | 80     | ND                     |  |
|                                                                                                     | 砒嘧磺隆 25DF135 g · hm <sup>-2</sup><br>(有效成分 33.8 g · hm <sup>-2</sup> ) | 55     | ND                     |  |
|                                                                                                     |                                                                        | 80     | ND                     |  |
| 成熟玉米                                                                                                | 砒嘧磺隆 25DF90 g · hm <sup>-2</sup><br>(有效成分 22.5 g · hm <sup>-2</sup> )  | 62     | ND(ND)                 |  |
|                                                                                                     |                                                                        | 72     | ND(ND)                 |  |
|                                                                                                     |                                                                        | 120    | ND(ND)                 |  |
|                                                                                                     |                                                                        | 130    | ND(ND)                 |  |
|                                                                                                     | 砒嘧磺隆 25DF135 g · hm <sup>-2</sup><br>(有效成分 33.8 g · hm <sup>-2</sup> ) | 62     | ND(ND)                 |  |
|                                                                                                     |                                                                        | 72     | ND(ND)                 |  |
|                                                                                                     |                                                                        | 120    | ND(ND)                 |  |
|                                                                                                     |                                                                        | 130    | ND(ND)                 |  |

注:ND 表示未检出,即残留量低于最低检出浓度 0.002 mg · kg<sup>-1</sup>;括弧内为秸秆样品测定值,均低于 0.002 mg · kg<sup>-1</sup>。

成分 33.8 g · hm<sup>-2</sup>)施药 1 次,间隔 55 d 以上,在青玉米、成熟玉米、秸秆及土壤中均未测出 DPX - E9636 的残留(即均低于最低检出浓度 0.002 mg · kg<sup>-1</sup>),两年两地试验结果一致。

3 结论

(1) 在玉米田使用砒嘧磺隆 25DF 除草剂,使用剂量为 135 g · hm<sup>-2</sup>(有效成分相当于 33.8 g · hm<sup>-2</sup>)

在玉米 1—4 叶期使用 1 次,DPX—E9636 在土壤中的半衰期为 10—11 d,在植株上的半衰期为 7—8 d,属于易降解农药( $T_{1/2}$  <30 d)。

(2) 在玉米田使用砒嘧磺隆 DF25 除草剂,使用剂量为 90 g · hm<sup>-2</sup>(有效成分相当于 22.5 g · hm<sup>-2</sup>)和 135 g · hm<sup>-2</sup>(有效成分相当于 33.8 g · hm<sup>-2</sup>),使用 1 次,间隔期为 55 d,在玉米、秸秆及土壤中 DPX - E9636 的残留均低于 0.002 mg · kg<sup>-1</sup>。

(3) 美国规定宝成 DPX—E9636 在玉米中最高允许限量 MRL 值为 0.1 mg · kg<sup>-1</sup>。本试验为推荐剂量的 1.5 倍,即有效成分相当于 33.8 g · hm<sup>-2</sup> 时,使用 1 次间隔期为 55 d,砒嘧磺隆 DPX—E9636 在玉米和秸秆中的残留量均低于 0.002 mg · kg<sup>-1</sup>,远低于 MRL 值为 0.1 mg · kg<sup>-1</sup> 的规定。因此,建议在玉米田使用砒嘧磺隆 25DF 除草剂,按推荐剂量(有效成分相当于 22.5 g · hm<sup>-2</sup>)使用 1 次,间隔期为 55 d。

参考文献:

[1] DUPONTREPORTNO. AMR - 1241 - 88.  
[2] 李本昌,等. 农药残留量实用检测方法手册[M]. 北京:中国农业出版社,1995. 106 - 111.  
[3] 张 乔,等. 农药污染物残留分析方法汇编[M]. 北京:化学工业出版社,1990. 84 - 90.  
[4] 黄士忠,等. 农药多组分残留量气相色谱分析法[M]. 北京:中国科技出版社,1991. 87 - 88.  
[5] 樊德芳. 农药残留分析与检测[M]. 上海:上海科学技术出版社,1982. 230 - 231.