

# 20% 三唑磷乳油在稻田上的残留试验

俞 飞, 蔡道基, 单正军, 石利利, 左海根

(国家环境保护总局南京环境科学研究所, 江苏 南京 210042)

**摘 要:**用气相色谱法测定了田间试验中 20% 三唑磷乳油在稻田水、植株、土壤、稻壳和糙米中的残留。用甲苯提取浓缩定容后, 在 NP 检测器的气相色谱上利用外标法进行定量测定。当田水、水稻、土壤添加水平分别为 0.05 ~ 2.0 mg · L<sup>-1</sup>, 0.05 ~ 5.0 mg · kg<sup>-1</sup>, 0.05 ~ 5.0 mg · kg<sup>-1</sup> 时, 回收率达 95.2% ~ 118.8%、85.0% ~ 102.8%、92.0% ~ 104.0%。结果表明 20% 三唑磷乳油在稻田水、植株、土壤、稻壳和糙米中的残留量均低于最低检出限 2.50 × 10<sup>-4</sup> mg · L<sup>-1</sup>, 1.25 × 10<sup>-2</sup> mg · kg<sup>-1</sup>, 1.25 × 10<sup>-3</sup> mg · kg<sup>-1</sup>, 1.25 × 10<sup>-3</sup> mg · kg<sup>-1</sup> 和 2.50 × 10<sup>-3</sup> mg · kg<sup>-1</sup>。因而 20% 三唑磷乳油按 4 500 mL · hm<sup>-2</sup> 的使用量是安全的。

**关键词:** 20% 三唑磷乳油; 气相色谱法; 残留

**中图分类号:** X839.2      **文献标识码:** A      **文章编号:** 1672 – 2043(2004)02 – 0384 – 03

## Residue Trials on 20% Triazophos EC in Rice Field

YU Fei, CAI Dao-ji, SHAN Zheng-jun, SHI Li-li, ZUO Hai-gen

(Nanjing Institute of Environmental Science, SEPA, Nanjing 210042, China)

**Abstract:** The residues of 20% triazophos EC in rice field water, plant, rice shell and unpolished rice were determined by gas chromatography. After extracted, concentrated and calibrated with Methylbenzene, samples were determined by gas chromatography equipped with NP detector according to external standards method. The results showed that when the added level in rice field water, rice and soil were 0.05 ~ 2.0 mg · L<sup>-1</sup>, 0.05 ~ 5.0 mg · kg<sup>-1</sup>, 0.05 ~ 5.0 mg · kg<sup>-1</sup> respectively, the recovery rates were 95.2% ~ 118.8%, 85.0% ~ 102.8%, 92.0% ~ 104.0% respectively. The residues in rice field water, plant, soil, rice shell and unpolished rice were all lower than the minimum detection limits. Therefore, the application of 4 500 mL · hm<sup>-2</sup> triazophos EC on rice field is safety.

**Keywords:** 20% triazophos EC; gas chromatography; residue

三唑磷是具有触杀、胃毒作用的广谱、高效、中等毒性的有机磷杀虫、杀螨剂<sup>[1]</sup>。它不仅对水稻的三化螟、二化螟具有较强的触杀活力, 而且对稻株的渗透性强, 有较高的胃毒活性及杀卵能力<sup>[2]</sup>。根据农药残留试验准则, 我们在江苏和福建两地进行了为期二年的水稻田间试验, 以了解三唑磷在稻田水、植株、土壤、稻壳和糙米中的残留情况, 为农药的安全施用提供科学依据。

## 1 田间试验

### 1.1 时间地点及材料

收稿日期: 2003 – 08 – 15

基金项目: 国家重点基础研究发展规划 2002CB410800 项目资助

作者简介: 俞 飞(1965—), 男, 长期从事环境化学及农药残留方面的研究工作。E – mail: gdyf2001@sina.com

试验时间: 2001—2002 年, 每年 7—8 月和 8—9 月。

试验地点: 江苏和福建。江苏句容和福建属亚热带湿润气候区, 土壤类型分别为江宁水稻土和福建水稻土。

试验农药: 20% 三唑磷乳油 (由美国 Hoechst AG 公司提供)。

试验作物: 水稻(单晚)。

### 1.2 试验方法

#### 1.2.1 田间试验设计

整个试验包括 6 个处理, 3 个重复, 共 18 个小区, 每个小区面积 40 m<sup>2</sup>。处理 1 为水稻植株消解动态处理用 20% 三唑磷乳油 900 g · hm<sup>-2</sup> (4 500 mL · hm<sup>-2</sup>) 植株喷雾。处理 2, 3 为 20% 三唑磷乳油最终常量处理 (450 g · hm<sup>-2</sup>)。处理 4, 5 为 20% 三唑磷乳油最终

倍量处理( $900\text{ g}\cdot\text{hm}^{-2}$ )。处理 6 为对照不施药。

1.2.2 消解动态试验

设对照处理和倍量处理  $900\text{ g}\cdot\text{hm}^{-2}$ ( $4\,500\text{ mL}\cdot\text{hm}^{-2}$ ),每个处理重复 3 次,采用喷洒法于二化螟防治时使用三唑磷 1 次,用药后当天(施药后 2 h),1 d,3 d,7 d,10 d,14 d,21 d,28 d 随机多点采集水稻植株、表层土壤和稻田水,所有样品采集后立即放入冰箱内保存,测定三唑磷含量。

1.2.3 最终残留试验

按试验设计要求施用 20% 三唑磷乳油喷洒水稻植株,于水稻收割时,分别采集各处理试验区内的稻谷、植株和稻田表层土壤,测定三唑磷在糙米、稻壳、植株和土壤中的含量。具体处理方式见表 1。

表 1 三唑磷水稻最终残留试验小区设计  
Table 1 Experimental plot design on final residues of triazophos in rice field

| 处理方式                                    | 施药次数 | 施药时期      | 最后一次施药至收获期 |
|-----------------------------------------|------|-----------|------------|
| 常量( $450\text{ g}\cdot\text{hm}^{-2}$ ) | 2    | 两次间隔 14 d | 20 d       |
|                                         | 2    | 同上        | 35 d       |
| 倍量( $900\text{ g}\cdot\text{hm}^{-2}$ ) | 2    | 同上        | 20 d       |
|                                         | 2    | 同上        | 35 d       |

2 样品测定

2.1 仪器和试剂

HP-5890 气相包谱仪, NP 检测器,配 3390A 积分仪。色谱柱为 HP-17 弹性石英毛细管柱,  $10\text{ m}\times 0.53\text{ mm}\times 2.65\text{ }\mu\text{m}$ ,台式恒温振荡器,匀浆机,真空旋转浓缩仪,恒温水浴锅。甲苯、无水硫酸钠、有机溶剂均经重蒸后使用。三唑磷标准品(由美国 Hoechst A G 公司提供)。

2.2 气相色谱条件

进样口温度  $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,柱温  $175\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,检测器温度  $260\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,载气  $\text{N}_2$ (99.99%)  $40\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ 。进样量为  $1\text{ }\mu\text{L}$ 。

2.3 标准曲线

三唑磷标准曲线浓度由  $0.05\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ ,  $0.10\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ ,  $0.20\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ ,  $0.50\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ ,  $1.0\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ ,  $5.0\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$  6 点组成,在此浓度范围内气相色谱响应值与进样量呈正比关系,见图 1。

2.4 样品的制备

植株、稻谷、土壤样品:将称好的样品  $10\text{ g}$ ,加入少量无水硫酸钠合并于研钵中研磨,等样品干燥后放入  $250\text{ mL}$  磨口三角瓶中,加  $60\text{ mL}$  甲苯溶液,在恒温振荡器中振荡提取 2 h,将提取液滤入三角烧瓶中,残

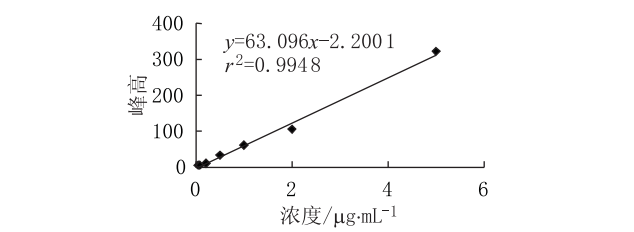


图 1 三唑磷标准曲线  
Figure 1 Standard curve of triazophos

渣用  $20\text{ mL}$  甲苯淋洗 2 次,合并 3 次提取液,用旋转浓缩仪将提取液浓缩至干,用甲苯定容。

水样:量取  $50\text{ mL}$  水样加入到  $250\text{ mL}$  分液漏斗中,用  $30\text{ mL}$  甲苯萃取 2 次,合并萃取液,用旋转浓缩仪浓缩至干,用甲苯定容。

2.5 检测条件

保留时间:在上述试验条件下测得三唑磷的保留时间为  $1.85\text{ min}$ 。

最低检出浓度:本方法对稻田水的最低检出浓度达  $2.50\times 10^{-4}\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、对植株的最低检出浓度为  $1.25\times 10^{-2}\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ ,对糙米的最低检出浓度为  $2.50\times 10^{-3}\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ ,对土壤、稻草及稻壳的最低检出浓度为  $1.25\times 10^{-3}\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 。

最低检出量: $2.5\times 10^{-11}\text{ g}$ 。

添加回收率:空白样品加标后,按样品提取,净化方法过程测得本方法的添加回收率见表 2。

3 残留试验结果

3.1 三唑磷在水稻植株、土壤及水中的消解动态结果

三唑磷在水稻植株、土壤及水中的消解动态结果分别见图 2、图 3 和图 4。从图可以看出三唑磷在水稻植株,土壤及田水中的半衰期在江苏句容点分别为  $3.6\text{ d}$ ,  $5.0\text{ d}$  及  $1.4\text{ d}$ ,而在福建点分别为  $1.0\text{ d}$ ,  $6.1\text{ d}$  及  $1.8\text{ d}$ ,消解较快。

3.2 三唑磷在水稻植株、稻谷及土壤中的最终残留测定结果

经 1 年 2 地的最终残留测定结果表明,无论是常

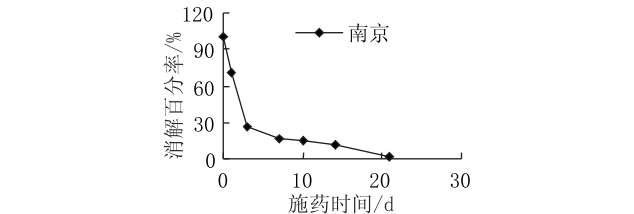


图 2 三唑磷在植株上的消解动态曲线  
Figure 2 Degradation dynamic curve of triazophos in plants

表 2 三唑磷的添加回收率测定

| 样品 | 添加量<br>/mg · kg <sup>-1</sup> | 回收量<br>/mg · kg <sup>-1</sup> | 回收率<br>/% | 平均<br>/% | 变异系数<br>/ CV% |
|----|-------------------------------|-------------------------------|-----------|----------|---------------|
| 水稻 | 5.0                           | 4.53                          | 90.6      | 94.4     | 4.02          |
|    |                               | 4.72                          | 94.4      |          |               |
|    |                               | 4.91                          | 98.2      |          |               |
|    | 0.5                           | 0.42                          | 85.0      | 88.2     | 3.19          |
|    |                               | 0.45                          | 89.6      |          |               |
|    |                               | 0.45                          | 90.1      |          |               |
|    | 0.05                          | 0.047                         | 93.4      | 95.5     | 6.82          |
|    |                               | 0.051                         | 102.8     |          |               |
|    |                               | 0.045                         | 90.3      |          |               |
|    | 2.0                           | 2.12                          | 106.0     | 102.7    | 2.98          |
|    |                               | 2.0                           | 100.0     |          |               |
|    |                               | 2.04                          | 102.0     |          |               |
| 田水 | 0.5                           | 0.50                          | 100.0     | 106.3    | 10.2          |
|    |                               | 0.50                          | 100.0     |          |               |
|    |                               | 0.59                          | 118.8     |          |               |
|    | 0.05                          | 0.051                         | 101.6     | 99.5     | 3.71          |
|    |                               | 0.048                         | 95.2      |          |               |
|    |                               | 0.051                         | 101.6     |          |               |
|    | 5.0                           | 4.83                          | 96.6      | 95.5     | 1.15          |
|    |                               | 4.72                          | 94.4      |          |               |
|    |                               | 4.78                          | 95.6      |          |               |
| 土壤 | 0.5                           | 0.52                          | 104.0     | 96.7     | 6.65          |
|    |                               | 0.46                          | 92.0      |          |               |
|    |                               | 0.47                          | 94.0      |          |               |
|    | 0.05                          | 0.049                         | 98.0      | 98.7     | 5.10          |
|    |                               | 0.047                         | 94.0      |          |               |
|    |                               | 0.052                         | 104.0     |          |               |

注:田水中添加浓度单位为 mg · L<sup>-1</sup>。

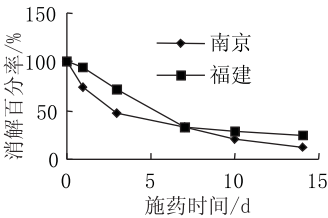


图 3 三唑磷在土壤中的消解动态曲线

Figure 3 Degradation dynamic curve of triazophos in soil

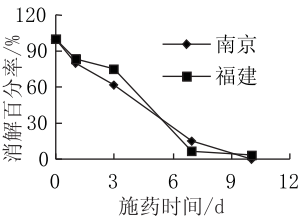


图 4 三唑磷在田水中的消解动态曲线

Figure 4 Degradation dynamic curve of triazophos in field water

量组或倍量组,三唑磷在水稻植株、稻谷、稻壳和土壤

中的残留量均较低,均低于各类样品最低检出限,结果见表 3。

表 3 三唑磷最终残留试验结果(mg · kg<sup>-1</sup>)

| Table 3 Final residues of triazophos(mg · kg <sup>-1</sup> ) |    |     |       |                          |                          |
|--------------------------------------------------------------|----|-----|-------|--------------------------|--------------------------|
| 试验地点                                                         | 样品 | 施药量 | 距施药天数 | 2001 年                   | 2002 年                   |
| 江苏                                                           | 糙米 | 常量  | 20    | <2.50 × 10 <sup>-3</sup> | <2.50 × 10 <sup>-3</sup> |
|                                                              |    | 高量  | 35    | <2.50 × 10 <sup>-3</sup> | <2.50 × 10 <sup>-3</sup> |
|                                                              | 稻壳 | 常量  | 20    | <2.50 × 10 <sup>-3</sup> | <2.50 × 10 <sup>-3</sup> |
|                                                              |    | 高量  | 35    | <2.50 × 10 <sup>-3</sup> | <2.50 × 10 <sup>-3</sup> |
|                                                              | 植株 | 常量  | 20    | <1.25 × 10 <sup>-2</sup> | <1.25 × 10 <sup>-2</sup> |
|                                                              |    | 高量  | 35    | <1.25 × 10 <sup>-2</sup> | <1.25 × 10 <sup>-2</sup> |
|                                                              | 土壤 | 常量  | 20    | <2.50 × 10 <sup>-3</sup> | <2.50 × 10 <sup>-3</sup> |
|                                                              |    | 高量  | 35    | <2.50 × 10 <sup>-3</sup> | <2.50 × 10 <sup>-3</sup> |
|                                                              | 田水 | 常量  | 20    | <2.50 × 10 <sup>-4</sup> | <2.50 × 10 <sup>-4</sup> |
|                                                              |    | 高量  | 35    | <2.50 × 10 <sup>-4</sup> | <2.50 × 10 <sup>-4</sup> |
| 福建                                                           | 糙米 | 常量  | 20    | <2.50 × 10 <sup>-3</sup> | <2.50 × 10 <sup>-3</sup> |
|                                                              |    | 高量  | 35    | <2.50 × 10 <sup>-3</sup> | <2.50 × 10 <sup>-3</sup> |
|                                                              | 稻壳 | 常量  | 20    | <2.50 × 10 <sup>-3</sup> | <2.50 × 10 <sup>-3</sup> |
|                                                              |    | 高量  | 35    | <2.50 × 10 <sup>-3</sup> | <2.50 × 10 <sup>-3</sup> |
|                                                              | 植株 | 常量  | 20    | <1.25 × 10 <sup>-2</sup> | <1.25 × 10 <sup>-2</sup> |
|                                                              |    | 高量  | 35    | <1.25 × 10 <sup>-2</sup> | <1.25 × 10 <sup>-2</sup> |
|                                                              | 土壤 | 常量  | 20    | <2.50 × 10 <sup>-3</sup> | <2.50 × 10 <sup>-3</sup> |
|                                                              |    | 高量  | 35    | <2.50 × 10 <sup>-3</sup> | <2.50 × 10 <sup>-3</sup> |
|                                                              | 田水 | 常量  | 20    | <2.50 × 10 <sup>-4</sup> | <2.50 × 10 <sup>-4</sup> |
|                                                              |    | 高量  | 35    | <2.50 × 10 <sup>-4</sup> | <2.50 × 10 <sup>-4</sup> |

4 结果与讨论

试验结果表明,20% 的三唑磷乳油在水稻植株、土壤及田水中的半衰期在江苏句容点分别为 3.6 d,5.0 d 及 1.4 d;福建点分别为 1.0 d,6.1 d 及 1.8 d,在水稻植株中的消解较快。

根据 2 年 2 地的试验结果,无论是常量组或倍量组,三唑磷在水稻田水、植株、土壤、稻壳和糙米中的残留量较低,均低于最低检出限 2.50 × 10<sup>-4</sup> mg · L<sup>-1</sup>, 1.25 × 10<sup>-2</sup> mg · kg<sup>-1</sup>, 1.25 × 10<sup>-3</sup> mg · kg<sup>-1</sup>, 1.25 × 10<sup>-3</sup> mg · kg<sup>-1</sup> 和 2.50 × 10<sup>-3</sup> mg · kg<sup>-1</sup>。

根据《农产品农药残留限量标准汇编》,三唑磷在谷物中的允许残留限量为 0.05 mg · kg<sup>-1</sup>,本试验结果表明,三唑磷在稻谷中的残留量低于规定标准,因此按推荐量使用三唑磷对水稻是安全的。

参考文献:

[1] 李秀杰,姜敏怡. 三唑磷的气相色谱分析[J]. 农药,1997, 36 (10): 32.  
[2] 方继朝,郭慧芳,王林贵,等. 三唑磷毒杀水稻主要害虫的作用特点及应用技术[J]. 江苏农业学报, 2000, 16(3): 164 - 169.