

高特克在油菜及土壤中的残留降解

单正军 朱忠林 蔡道基

(国家环保局南京环境科学研究所, $y\pi\alpha u\lambda y$)

摘 要 研究了农药高特克及其代谢产物在油菜和土壤中的降解规律。结果表明,高特克使用后,母体在植株和土壤中降解较快,并通过代谢产生高特克酸,以其母体和代谢产物总量评价其安全性,它在土壤和植株上半衰期分别为 $x\Delta t_{1/2}$ 和 $Bt_{1/2}\rho$, 按推荐剂量使用,在油菜籽中的最终残留低于 $w\omega^{11}\nu\tau\omega\upsilon$ 。

关键词 高特克 油菜 土壤 残留

为探讨高特克用于油菜后在植株、土壤中的降解规律及收获时在土壤和油菜籽中的最终残留,为该农药的合理使用提供科学依据,于 $xZZA$ 年— $xZZI$ 年在南京连续进行两年试验,结果如下。

x 田间试验

$x\omega$ 试验材料

农药 $IB\nu\%$ 高特克悬浮剂(艾格福公司提供)。
作物 H 油菜(甘蓝型油菜)。

$x\iota y$ 试验时间与地点

时间 $H(x)$ $xZZA$ 年 xx 月— $xZZB$ 年 B 月,
(y) $xZZB$ 年 xx 月— $xZZI$ 年 Γ 月。
地点 H 江苏省江宁县上坊乡。

$x\omega$ 试验方法

$x\omega\omega$ 残留动态试验

试验设常量组(每公顷 $z\tau\alpha\nu\nu$ 有效成分)、高量组(每公顷 $AB\nu\nu$ 有效成分)和对照组 z 个处理,于油菜移栽后 $\Delta\rho$ 喷施一次,小区面积 $z\tau\omega^{11}\nu$,重复 z 次,定期采集油菜茎叶和 $w\sim x\pi\pi^{11}$ 耕层土壤,测定植株和土壤中高特克及其代谢产物高特克酸含量。

$x\omega\iota y$ 最终残留量试验

于油菜成熟时,在各试验小区内分别采集土壤和菜籽,测定其最终残留量。

y 残留分析方法

高特克在环境和生物体中可降解成代谢产物高特克酸,高特克和高特克酸均具有相近的环境毒性,因此可用两者之和作为评价其对生态环境安全性的指标。高特克经提取净化后直接测定,而高特克酸需经重氮甲烷衍生化,生成高特克一甲酯后供气相色谱测定。

$y\omega$ 仪器与试剂

气相色谱仪 H 岛津 $\Upsilon\Pi-xAO,\Sigma\Pi P$ 检测器,色谱柱为 $s\Sigma-z\tau\omega xy^{11}\times w\iota yB^{111}\times w\iota\omega\mu^{11}\rho$ 弹性石英毛细管柱,操作条件为 H 柱温 $xZ\omega^{\circ}C$,进样口温度 $yB\nu^{\circ}C$,检测器温度 $yE\kappa\nu^{\circ}C$,载气 ϑ_{10} 纯度 $\Lambda ZZ\iota ZZZ\% \rho z\tau\omega^{11}\partial\nu^{11}\chi^2$,进样量为 $x\mu\partial$ 。

试剂 H 丙酮、石油醚、乙醚均为分析纯,重蒸后使用。

弗罗里硅土 $x\pi\alpha\nu\sim y\pi\alpha\nu$ 目 H 先在 $xA\kappa\nu^{\circ}C$ 下烘 $E\varphi$,冷却后加 $z\%$ 水脱活,密封贮存于干燥皿中备用。

重氮甲烷试剂 H 在 $yB\nu^{11}\partial$ 的烧杯中,加 $z\tau\omega^{11}\partial A\kappa\nu\%$ 的 $\Omega\phi\Phi$ 溶液和 $x\pi\alpha\nu^{11}\partial$ 乙醚,将混和液于烧杯中放入冰浴,用磁棒搅拌,取部分混合液,加入 $x\pi\omega\vartheta-1$ 甲基- $\vartheta-1$ 亚硝基脲, $y\tau\omega^{11}\chi^2$ 后合并,冰浴液用磁棒再次搅拌 $xB^{11}\chi^2$,倒入 $yB\nu^{11}\partial$ 的分液漏斗,静置片刻,将乙醚层倒入另一容量瓶中,在 $-y\tau\nu^{\circ}C$

冰箱中保存备用，吸取 $B_{1\theta}$ 上述重氮甲烷溶液，用乙醚稀释A倍作为高特克酸的衍生化试剂。

yyiy 样品的提取与净化

(x) 土壤样品H称取 B_{vv} 过 yw 目筛的风干土于 $y\alpha v_{1\theta}$ 三角瓶中，加入 $x\alpha v_{1\theta}(\Delta v; yZ; x$ 丙酮:水: ΦII) 提取液，在振荡器上振荡提取 $x\varphi$ ，全部转移到 $yB_{v_{1\theta}}$ 的离心管中，在高速离心机上以 $A\alpha\alpha v_{1\theta}v_{1\theta}^2$ 速度离心 $x B_{1\theta}^2$ ，过滤上清液。剩余土壤再用 $x\alpha v_{1\theta}$ 上述提取液振荡提取并离心、过滤，合并两次提取液。将提取液转移到 $y\alpha v_{1\theta}$ 的浓缩瓶中，在 Δv ℃水浴锅上减压蒸馏，去除提取液中的丙酮，剩余提取液转移到 $yB_{v_{1\theta}}$ 的分液漏斗中，用 $\Delta v_{1\theta} \times y$ 的乙醚萃取，合并两次萃取液，用减压蒸发器蒸至 $x_{1\theta}$ 左右，用 ϑ_y 吹干，加少量石油醚将浓缩物定量转移到 $xv_{1\theta}$ 的试管中，添加新配制的重氮甲烷溶液 $x_{1\theta}$ ，反应 $x\varphi$ 后，用 ϑ_y 将反应液吹干以去除多余的重氮甲烷试剂。

用内径 $x\pi_{1\theta}$ ，长 $yB\pi_{1\theta}$ 的玻璃净化柱，下层加少许玻璃棉，柱内加入 $z\%$ 去活佛罗里硅土约 $\Gamma\pi_{1\theta}$ ，上端加无水硫酸钠 $x\pi_{1\theta}$ 。将提取浓缩液用少量石油醚转移到佛罗里硅土净化柱上，先用乙醚、石油醚混合液 $x B_{1\theta}(x; Z \gamma v \gamma)$ 淋洗，再用乙酸乙酯、石油醚混合液 $yw_{1\theta} \theta o yB; \Delta B \gamma v \gamma p$ 洗脱，收集该组份，浓缩至 $x_{1\theta}$ 左右，氮气吹干。用乙酸乙酯定容至 $B_{1\theta}$ ，供气相色谱测定。

(y) 植株和油菜籽样品H称取 xwv 粉碎后的植株或油菜籽样品，提取净化过程与上述土壤样品相同。

yiε 回收率测定

称取空白土壤、植株及油菜籽样品，分别添加不同量的高特克和高特克酸标准品，每个添加水平重复测定 z 次，高特克和高特克酸的回收率分别见表 x 和表 y 。

本试验仪器对标样的最低检出量为 $B \times xv_{1\theta}$ ，对样品最低检出浓度植株和油菜籽为 $w\mu\mu x_{1\theta} v v w v$ ，土壤为 $w\mu\mu x B_{1\theta} v v w v$ 。

表x 高特克在油菜上的添加回收率

样品	添加浓度 $o_{1\theta} v_{1\theta} p$	回 收 率 $o \%$				标 准 偏 差 $o s p$	变 异 系 数 $o II \gamma p$
		x	y	z	平均		
土壤	$w\mu B v$	$Zv\mu A$	$\Delta E i y$	$Ez i y$	$Ez i Z$	$\Gamma u x z$	$\Delta \mu w$
	$w\mu \alpha v$	$Zx i y$	$Ez\mu B$	$E\Gamma u$	$EB i Z$	$B\mu B$	$\Gamma i y y$
	$w\mu x$	$\Delta B\mu v$	$EA\mu A$	$\Gamma Z\mu B$	$\Delta x i \epsilon$	$y\mu \Delta Z$	$z i EE$
植株	$y\mu \alpha v$	$E\Gamma\mu v$	$Ez i \Delta$	$ZB\mu v$	$EE i y$	$B i Z \Delta$	$w\mu \Delta \Gamma$
	$w\mu B v$	$E\Gamma i \epsilon$	$Z\gamma u$	$Ey i \Gamma$	$E\Delta\mu v$	$A\mu \Delta$	$B\mu BB$
	$w\mu \alpha v$	$\Delta B\mu v$	$E\gamma i B$	$E\Delta i y$	$Ey i A$	$\Gamma u B$	$\Delta\mu BA$
油菜籽	$y\mu \alpha v$	$Zx\mu v$	$EE i y$	$Zz i B$	$Zv i Z$	$y\mu B$	$y\mu x$
	$w\mu B v$	$EA i y$	$ZA\mu v$	$Zv\mu v$	$EZ\mu A$	$A\mu Z y$	$B\mu Bx$
	$w\mu \alpha v$	$Ez\mu$	$Ez\mu B$	$Zy\mu v$	$EA i y$	$\Gamma\mu \Delta B$	$E\mu y$

表y 高特克酸在油菜上的添加回收率

样品	添加浓度 $o_{1\theta} v_{1\theta} p$	回 收 率 $o \%$				标 准 偏 差 $o s p$	变 异 系 数 $o II \gamma p$
		x	y	z	平均		
土壤	$w\mu B v$	$ZB\mu$	$E\gamma i \epsilon$	$Ez i Z$	$E\Gamma\mu B$	$\Delta\mu \gamma$	$E\mu Ex$
	$w\mu \alpha v$	$\Delta\Delta i y$	$E\gamma\mu v$	$EA\mu B$	$Ex i y$	$z i \Delta v$	$A\mu B \Gamma$
	$w\mu x$	$\Delta E\mu v$	$\Delta v i Z$	$\Delta B\mu \Gamma$	$\Delta A\mu E$	$z i \Gamma x$	$A\mu Ey$
植株	$y\mu \alpha v$	$Ez\mu B$	$ZE\mu v$	$Zv\mu B$	$EZ\mu \Gamma$	$E\mu \Delta \Delta$	$Z\mu \Delta Z$
	$w\mu B v$	$Zy\mu v$	$EE\mu A$	$EA\mu \Delta$	$EE i \epsilon$	$z i \Gamma B$	$A\mu x z$
	$w\mu \alpha v$	$Z\Gamma\mu$	$E\Gamma\mu v$	$E\Delta\mu B$	$EZ\mu \Gamma$	$B\mu AB$	$\Gamma\mu \Delta \Gamma$
油菜籽	$y\mu \alpha v$	$Zx i B$	$ZA\mu B$	$EE\mu A$	$Zx i A$	$z i \mu B$	$z i x z$
	$w\mu B v$	$EE\mu v$	$Ey i E$	$ZA i y$	$EE i \epsilon$	$B\mu \Delta v$	$\Gamma\mu \Delta \Gamma$
	$w\mu \alpha v$	$Zy i B$	$Zv\mu \Gamma$	$\Delta E i \epsilon$	$E\Delta\mu$	$\Delta\mu \Delta x$	$E\mu EA$

