

广灭灵在大豆及土壤中的残留试验^{*}

李英杰 潘绍英 许 勃

(黑龙江省农业监测中心)

广灭灵是美国 FMC公司研制的一种选择性除草剂,可用于芽前表现施用和拌种处理,以防除大豆田的多种一年生禾本科杂草与阔叶杂草。为了解广灭灵在大豆田土壤及大豆、大豆植株中的残留状况,我们在黑龙江省绥化市进行了两年一地的残留试验(1990~1991)。

1 试验和方法

1.1 田间试验

最终残留试验:残留水平按推荐用量和推荐量 0.5倍;在大豆播后萌芽前,一次喷药推荐用量 $0.6\text{kg}/\text{hm}^2$ 。试验小区设置:每个小区 20m^2 ,每个处理三次重复,小区间设 1m 保护行,高剂量小区: $3.75\text{ml}/\text{小区}$ (含 84%有效成分),低剂量小区: $2.5\text{ml}/\text{小区}$,兑水 5kg 喷药,不混土,设不施药为对照,收获时按要求采集大豆、植株、土壤(0~20cm)样品测定其残留状况。

消解动态试验:土壤消解动态试验按高剂量($3.75\text{ml}/\text{小区}$)一次喷药,分别于喷药后 1小时、1 2 4 8 16 32 64 128天采样,直至消解 90%以上,采样数量 1kg。

1.2 分析方法

1.2.1 仪器与试剂 气相色谱仪为岛津 GC-7AG型配氮磷检测器及 C-RIB数据处理机,高速组织捣碎机。广灭灵标准品(99.9%),氟罗里硅土,100~120目,常用仪器。

1.2.2 样品的提取与净化 ①大豆与植株:用植物粉碎机将植株和大豆粉碎,过 60目筛,称取 50g 样品于 1000ml 圆底烧瓶内,加 250ml 0.25 当量盐酸,加热回流 1小时,经玻璃毛过滤到分液漏斗内,加氯化钠 5g,正己烷 50ml 振荡数分钟进行提取,然后再用正己烷 50~30ml 提取两次,合并正己烷提取液,浓缩到 2ml,待氟罗里硅土柱净化;氟罗里硅土柱净化:取 15mm 内径的玻璃柱,依次填充玻璃毛少许,无水硫酸钠 2g,氟罗里硅土 10g,无水硫酸钠 2g,用正己烷提取物 $2\times 2\text{ml}$ 转移到层析床上,然后用 5% 乙酸乙酯/正己烷溶液 100ml 洗脱,洗脱液浓缩近干,用正己烷转移定容 5ml,待气相色谱分析;②土壤:称取土壤样品 25g(扣除水分),加丙酮 100ml,浸泡过夜,于振荡机上提取 1小时,过滤到分液漏斗内,残渣再用 50ml 丙酮提取一次,过滤到同一分液漏斗内,分液漏斗内加水 300ml,氯化钠 10g,石油醚 50ml,振摇数分钟,待分层后,分出石油醚,水相再用 50ml 石油醚提取一次,合并石油醚提取液,浓缩近干,用石油醚转移,定容 5ml,待气相色谱分析。

1.2.3 气相色谱条件 色谱柱: 5% SE-30 Chromosorb/Q 担体, 80~100目 2m 玻璃柱。气化室温度: 25°C , 柱箱: 200°C , 检测器 250°C , 载体流速: 高纯氮 $40\text{ml}/\text{min}$, 空气流量: $124\text{ml}/\text{min}$, 氢气流量: $4\text{ml}/\text{min}$, 纸速 $2.5\text{mm}/\text{min}$ 。

在上述条件下,广灭灵的保留时间为 6.3分,最小检出浓度为 $0.01\text{mg}/\text{kg}$ 。

1.2.4 方法回收率 用上述方法对空白大豆、植株和土壤进行了不同水平的回收率试验。添

加水平在 0. 05~ 1. 0mg /kg 范围内
方法最小检出浓度 0. 01mg /kg 完全符合残留分析的要求

2 结果与讨论

2. 1 消解动态试验

广灭灵在绥化市两年的土壤消解动态试验结果见表 1,其消解方程、相关系数及半衰期列于表 2

表 1 广灭灵在土壤中消解动态结果

间隔时间 (天)	绥化市 1990年 土壤		绥化市 1991年 土壤	
	测定浓度 (mg /kg)	消失率 (%)	测定浓度 (mg /kg)	消失率 (%)
1小时	0. 507	0	0. 59	0
1	0. 443	12. 6	0. 53	10. 2
2	0. 392	22. 7	0. 46	22
4	0. 325	35. 9	0. 38	35. 6
8	0. 240	52. 7	0. 29	50. 9
16	0. 174	65. 7	0. 229	61. 2
32	0. 0943	81. 5	0. 076	87. 1
64	0. 0486	90. 5	0. 025	95. 8

表 2 广灭灵在土壤中消解方程和
相关系数及半衰期

试验地	消解方程	相关系数	半衰期 (天)
绥化 1990年	$\ln c = - 0. 9416 - 0. 036T$	$r = - 0. 9889$	19. 3
绥化 1991年	$\ln c = - 0. 7133 - 0. 049T$	$r = - 0. 9660$	14. 1

从结果看 ,广灭灵在土壤中初期消解较快 ,中后期趋缓 ,施药后 64天 ,1990年、1991年分别消解 90. 5%、95. 8% ,半衰期为 19. 3天 ,14. 1天。消失速度与当年的气温、降雨量有一定关系

2. 2 最终残留试验

从表 3中可以看出 ,两年中大豆和植株中均未检出广灭灵 ,只有 1990年土壤中有极少量残留 ,低剂量小区为 0. 02mg /kg ,高剂量小区 0. 028mg /kg 但广灭灵在土壤中消解较快 ,估计不会在土壤累积从而造成土壤污染

根据人们对大豆有吃青的习惯 ,我们在大豆初熟时期采集了青豆进行分析 ,两年中均未检出广灭灵

表 3 最终残留试验分析

年份	2. 5ml /小区			3. 75ml /小区			对照			青豆 (2. 5ml /小区)		
	土壤	大豆	植株	土壤	大豆	植株	土壤	大豆	植株	土壤	大豆	植株
1990	0. 02	未	未	0. 028	未	未	未	未	未	未	未	未
1991	未	未	未	未	未	未	未	未	未	未	未	未

注: 试验地点为绥化 ,收获时间为 10月 7日 (青豆为 9月 6日) , 2. 5 3. 75ml /小区为喷药浓度。“未”即未检出。