

杀灭菊酯在蔬菜和柑桔上的残留量测定结果*

广东省测试分析研究所 廖 强

广东省农科院植保所 莫禹诗 吕培均 黄汉杰

广州市郊区科委 陈家樑

近年来,我省广泛使用杀灭菊酯(敌虫菊酯、氰戊菊酯)防治蔬菜菜青虫、小菜蛾和柑桔潜叶蛾等害虫,具有高效、经济的优点。为了明确杀灭菊酯在蔬菜和柑桔上的降解动态和实际使用上的残留量,我们进行了试验测定。

一、试验方法

(一) 田间试验方法

1. 杀灭菊酯在蔬菜和柑桔上的降解动态:应用20%杀灭菊酯乳油兑水1万倍,在播种后1个月的菜心上,用背负喷雾器喷雾,每亩喷药液100斤;在4年生的甜橙上,每亩喷施药液583斤。分别于喷药后1小时、1天、3天、5天和7天各采样1次。

2. 杀灭菊酯在蔬菜和柑桔上残留量的测定:在上述的蔬菜和柑桔上应用20%杀灭菊酯乳油1万倍液喷施,施第一次药后隔7天再施1次,共施两次;蔬菜隔3天和7天采样,柑桔隔30天后采样。另外在农民的菜田施药2次后,隔3天和5天采样。

(二) 测试方法

1. 样品的提取:取50克切碎湿样置于500毫升的碘瓶中,加入适量(60—80升)石油醚浸泡4小时后,振荡30分钟,然后净化。

取12厘米长把的玻璃漏斗,在其下端加入少许的脱脂棉后加入2匙的无水硫酸钠,再加入适量的混合吸附剂(约为漏斗的3/5),用石油醚润湿,流速每秒1滴。将提取液直接倒入漏斗中净化5分钟,用100毫升石油醚洗残渣液作淋洗流到最后一滴为止。全部净化液在恒

温70—80℃水浴箱内浓缩至2—3毫升,用少许无水硫酸钠脱水后倒入5毫升容量瓶中,用少许苯洗烧杯,总液不超过5毫升,定容为5毫升(如需要再浓缩,定容1毫升)。

2. 空白对照回收率实验:取切碎的样品50—200克于碘瓶中,加入0.05、0.055、0.075、0.1、0.11微克杀灭菊酯进行污染24小时后加入石油醚提取、净化、脱水、浓缩和测定。

3. 气相色谱定量分析:用英国Shandon厂FB 5—D型一带高温电子捕获检测器,色谱柱长2米,外径4毫米。内装3%OV—17/chromosorb·W·AW·HP·DMCS 60—80目老化24小时后使用。

色谱操作条件:温度为柱温130—180℃;检测185—190℃;汽化180—220℃。载气:高纯氮,纯度99.999%,流速58—68毫升/分;柱前压1.8—2.6公斤/平方厘米。极化电压:7—8伏。纸速:10毫米/分。放大器灵敏挡×50—×100。保留时间1分56秒或3分21秒。样品的测定:按色谱操作条件,以1—4微升进样。

二、试验结果

1. 回收率实验结果:菜心和甜橙中杀灭菊酯采用3%OV—17/chromosorb·W·AW·HP·DMCS 60—80目色谱柱。氘源电子捕获检测器测定,回收率达87%—100%(表1)。说明本法是可采用的。

* 参加部分工作的尚有三元里公社农科站、新滘公社联星大队农科站,谨此致谢。

表 1 杀灭菊酯在作物上回收率实验

作物名称	加入量 (微克)	测得量 (微克)	回收率 (%)	空白含量 (微克)	相对误差 (±%)
芥 兰	0.055	0.053	96	未发现	1
芥 兰	0.110	0.109	99	"	1
芥 兰	0.110	0.110	100	"	1
菜 心	0.100	0.090	90	"	1
菜 心	0.050	0.048	96	"	1
甜橙皮	0.075	0.065	87	"	1
甜橙肉	0.100	0.093	93	"	1
整个橙	0.050	0.050	100	"	1

注：混合吸附剂：硅镁型吸附剂：氧化铝：活性炭 = 8：4：0.5，淋洗剂：石油醚100毫升。

3. 杀灭菊酯在蔬菜和柑桔上的降解动态：结果见表 2、3。从结果看来，在蔬菜和柑桔上使用杀灭菊酯低用量防治害虫，很快就降解到较低的残留量，施药后 1 天、3 天和 5 天，分别下降到 0.0575—0.0925ppm, 0.00125—0.00220ppm 和 0.0003—0.00055ppm。

表 2 杀灭菊酯在菜心上升解测定结果

广州, 1983

取样距 施药期	菜 中 残 留 量 (毫克/公斤)	气 温 (℃)	相 对 湿 度 (%)	降 雨 量 (毫米)
1 小时	1.03500	26.8	78	0
1 天	0.05750	27.5	81	0
3 天	0.00125	28.8	79	0
5 天	0.00055	28.8	77	0
7 天	0.00011	27.1	88	3.1
不施药	未发现	26.8	78	0

注：(1) 8 月 25 日施药，药剂系 20% 杀灭菊酯乳油，亩用 5 毫升，稀释 1 万倍。

(2) 气象资料乃施药日至采样日平均数，以下同。

3. 杀灭菊酯在实际使用中在蔬菜和柑桔上残留量：结果见表 3、4。从结果来看，在蔬菜上用杀灭菊酯低用量施用 2 次后 3 天和 5 天测定，其残留量均在 0.001ppm 以下；在柑桔上施用 2 次后隔 30 天采样测定，残留量小于 0.00002ppm。

表 3 20%杀灭菊酯在蔬菜上残留量测定

广州, 1983

蔬菜种类	稀释 倍数	用 药 量 (毫升/亩)	施 药 期 (月·日)	采 样 期 (月·日)	残 留 量 (毫克/公斤)
菜 心	1 万	5	8.18、25	8.28	0.00145
	1 万	5		8.30	0.00065
	1 万	5		8.30	0.00075
芥兰 (叶)	8 千	7.5	4.20、26	4.29	0.00088
芥兰 (花)	8 千	7.5		4.29	0.00100
芥兰 (叶)	8 千	7.5	5.2、9	5.12	0.00087
芥兰 (花)	8 千	7.5		5.12	0.00100

注：气温 23.9—28.5℃，相对湿度 86—86.8%，降雨量 12.8—58.4 毫米。

表 4 杀灭菊酯在甜橙上升解动态

和残留量测定结果 广州, 1983

项目	施药日期 (月·日)	取样日期 (月·日)	橙皮含药量 (毫克/公斤)	橙肉含药量 (毫克/公斤)
降 解 动 态	9.5	9.5	1.20000	0.00500
	9.5	9.6	0.09250	0.00040
	9.5	9.8	0.00220	0.00008
	9.5	9.10	0.00030	0.00006
	9.5	9.12	0.00005	0.00004
	不施药	9.5	未发现	未发现
残 留 量	9.5、12	10.12	<0.00002	<0.00002
	不施药	10.12	未发现	未发现

注：(1) 药剂为 20% 杀灭菊酯乳油，亩用药量 11.7 毫升，稀释 1 万倍。

(2) 9 月 5 日取样者与施药期只隔 1 小时。

(3) 气温 26.3—28℃。相对湿度 81—91%，降雨量除 10 月 12 日取样的为 93.1 毫米、9 月 10 日为 26.2 毫米、9 月 8 日为 2.4 毫米外，其余均无降雨。

三、小 结

应用杀灭菊酯低用量防治蔬菜和柑桔害虫可以获得满意的防治效果，降低了农药成本，也大大地减少在作物上的残留量，减少污染环境，而达到高效、安全、经济的要求，可推广使用。