

【内部资料】

化 学 农 药 残 留 问 题 的 研 究

(1973年试验资料选编)

浙 江 农 业 大 学

一 九 七 四 年 四 月

毛主席语录

路线是个纲，纲举目张。

共产党的哲学就是斗争哲学。

深挖洞、广积粮、不称霸。

客观现实世界的变化运动永远没有完结，
人们在实践中对于真理的认识也就永远没有完
结。

人类总得不断地总结经验，有所发现，有
所发明，有所创造，有所前进。

目 录

乙氧杀螟粉（六六六制剂）在水稻上的残留研究

.....农学专业生物物理教研室农药一组（1）

“六六六”在水稻上的吸收和运转

.....农学专业生物物理教研室农药一组（6）

^{35}S —杀螟腈不同使用次数、施用量在早稻上残留的研究

.....农学专业生物物理教研室农药二组（10）

利用放射性自显影技术研究 ^{35}S —杀螟腈及其降解产物在水稻上吸收，渗透和运转

.....农学专业生物物理教研室农药二组（14）

农产品中农药残留物排除的研究（一）

— ^{35}S —杀螟腈残留物在糙米中分布及其排除试验—

.....农学专业生物物理教研室农药二组（22）

农产品中农药残留物排除的研究（二）

—苹果、梨、大白菜、油冬菜中 ^{35}S —“多灭磷”残留物排除效果的试验※ ※※

.....农学专业生物物理教研室农药二组（26）

放射性同位素 ^{35}S 标记甲胺磷的合成试验

.....农学专业生物物理教研室农药二组（30）

利用放射性同位素示踪法观察“灭蚊灵”（Mirêx）对家白蚁的毒效

.....上海昆虫研究所白蚁组 浙江农大农学专业生物物理教研室（33）

有机磷杀虫剂“杀螟腈”在稻株上残留量的化学测定

.....植保专业农药小组（38）

有机磷农药“多灭磷”在稻谷上残留动态.....植保专业农药小组（44）

农药残留量测定技术研究—显色剂检定纸层、薄层上有机磷农药的灵敏性与测定极限

.....植保专业农药小组（47）

用国产吸附剂薄层层析法测定土壤中“六六六”和“二二三”的残留量

.....基础部化学教研组（51）

用国产硅胶G测定蔬菜中乐果的残留量

.....基础部化学教研组（57）

乙氯杀螟粉(六六六制剂)在水稻上的 残 留 研 究

生物物理教研室农药一组

前 言

近年来,许多国家由于长期在农田中大量使用有机氯农药六六六制剂,造成了“六六六”在动植物体内的大量残留和对环境(土壤、水源)的严重污染,引起了广泛的重视。不少国家(如日本、瑞典等)已完全禁止使用“六六六”制剂,也有的国家(如西德等)则限制了“六六六”制剂的使用范围。我国目前使用的化学农药中“六六六”还是占相当数量。因此,研究“六六六”在农作物上的残留动态对保障人民健康,发展对外贸易和保护自然环境具有重大的意义。1972年我们利用放射性碳—— ^{14}C 标记“六六六”农药研究了“六六六”可湿性粉剂在水稻上的残留动态和土壤中的污染情况,初步探明了“六六六”不同施药时期和次数在水稻(稻草、糙米、稻壳)和土壤中的残留规律,为减少“六六六”在水稻上和土壤中的残留提供了参考。但由于我省目前所使用的“六六六”农药的剂型,主要是“乙氯杀螟粉”——含有效成分丙体“六六六”3%,乙基对硫磷(E605)1%,为此,1973年就进一步利用放射性碳—— ^{14}C 示踪法研究“乙氯杀螟粉”在水稻上的残留动态,为安全用药减少污染提供依据。

试 验 材 料 和 方 法

(一)放射性同位素标记“乙氯杀螟粉”农药的配制:

1、放射性碳—— ^{14}C 标记苯为原料,经过加氯(紫外线照射8小时)而制成放射性碳—— ^{14}C 标记“六六六”。(其中含丙体六六六15%)放射性强度2.65毫居里/克。采用FH—408型定标器及端窗型计数管测定,每微克放射性碳—— ^{14}C 标记“六六六”的强度为563脉冲/分。

(合成方法另有总结)

2、放射性“乙氯杀螟粉”的制备:

按下列配方:

^{14}C ——“六六六”(丙体含量15%).....200毫克

工业“六六六”原粉(丙体含量14.5%)	214毫克
乙基对硫磷(E605)原液(含量85%)	24毫克
洋肝土	520毫克
陶土	1042毫克

配成放射性“乙氯杀螟粉” 2000毫克
(其中含丙体“六六六”3%，乙基对硫磷1%)

(二) 供试水稻的准备

本试验于1973年5—8月于杭州华家池进行。

盆栽水稻：盆钵面积(合1/7500亩)，每钵种水稻4丛，每丛5株。每种处理重复三盆。

水稻品种：早稻“二九青”

(三) 施药量和施药方法

按一般大田施药量，每亩2市斤“乙氯杀螟粉”用药，即每盆用药0.133克。分别根据试验要求在抽穗期前后进行施药。

粉剂撒施：放射性“乙氯杀螟粉”先以10倍量的陶土充分混合，然后用干燥毛笔均匀撒施于水稻植株上。

粉剂喷施：放射性“乙氯杀螟粉”用100倍量的清水稀释，然后用小型喷雾器均匀喷施于水稻植株上。

(四) 放射性水稻样本的采集、制样和测量：

1、稻株上“六六六”的残留动态试验：于施药后1天、3天、7天、15天、21天、31天、14天(收割)进行采样。每次采取有代表性水稻植株5—6株，用不锈钢剪刀沿根部剪断，然后将叶片、叶鞘(茎)和穗部(抽穗以后)，分别剪碎均匀混合。称取各部分鲜样2.0克，重复三个。放于有盖的称量皿中(容积约40毫升)，加氯仿10毫升，萃取16小时左右(萃取8小时水稻上 ^{14}C ——六六六的残留物抽提已达平衡)。然后用1.0毫升移液管吸取氯仿萃取液1.0毫升于不锈钢的测样皿(直径2.4厘米)中放在通风橱中以排风气流将氯仿挥发除尽。所得放射性残留物用端窗型盖计数管(云母窗厚度1.5毫克/平方厘米)及FH—408定标器进行测量，测得的放射性强度经放射性 ^{14}C ——六六六残留物样本的自吸收和氯仿萃取的回收率校正，即可换算成每克样品中 ^{14}C ——六六六(混合体)的微克数。

2.不同施药时期、次数和方式对“六六六”在水稻植株(稻草、稻壳、糙米、米糠、白米)中残留量的影响试验。

待水稻成熟收割后，风干，脱粒。稻谷用小型磨米机分成稻壳、糙米、米糠和白米等部分。分别进行制样，操作基本上同上。各部分称取样本的重量，加入氯仿的用量和吸取的萃取液制样量列表如下：(每类样品均重复三个)。

取部	样位	称取样本重量(克)	氯仿用量(毫升)	吸取氯仿萃取液量(毫升)
稻	草	3.0	15	3
稻	壳	1.0	10	2
糙	米	2.0	10	2
米	糠	0.8	10	2
白	米	5.0	15	3

稻谷砷米，一般重量稻壳占16.5%，糙米占83.5%，将糙米碾制白米，米糠占7%，白米占93%。

试验结果和讨论

(一) 早稻抽穗前施用“乙氯杀螟粉”后， ^{14}C ——六六六在水稻植株上的残留动态。

抽穗前(六月廿二日)水稻上施用“乙氯杀螟粉”。于不同间隔时间，分别采样，测定叶片、叶鞘(茎)和穗部(抽穗以后)上 ^{14}C ——六六六残留物的含量，以观察 ^{14}C ——六六六的残留情况和消失速度。(表一)

表一、 ^{14}C ——六六六在稻株上的残留动态

施药后 天 数	叶 片 (鲜)		叶鞘(茎)中	稻穗(鲜)中	备 注
	^{14}C ——六六六 残留量(ppm)	^{14}C ——六六六 的消失率(%)	^{14}C ——六六六 的残留量(ppm)	^{14}C ——六六六 的残留量(ppm)	
0	121.5 *		3.3	—	*原始附着量
1	62.3	48.7	6.9	—	
3	29.2	76.0	5.2	—	
7	16.6	84.3	1.9	—	
15	8.0	93.4	1.0	0.25	
21	3.2	97.4	0.65	0.18	
31	1.7	98.6	0.39	0.13	
41	0.7	99.4	0.33	0.12	

放射性测量结果表明：撒施“乙氯杀螟粉”后，在水稻叶片上“六六六”的原始附着量为121.5ppm。叶鞘(茎)上的原始附着量很少，仅为3.3ppm。去年施用6%“六六六”可湿性粉剂时，稻株上(包括叶片及叶鞘、茎)的“六六六”原始附着量为94.5ppm。总起来看，撒施“六六六”粉剂在稻株上的附着量较喷施可湿性粉剂为低。

撒施“乙氯杀螟粉”后，在水稻叶片上附着的“六六六”，开始三天消失较快，特别是施药后一天，消失48.7%。这主要由于附着叶片上“六六六”粉剂的机械损失(风吹，叶片间摩擦等原因而脱落)。三天后消失76%。三天以后则主要为“六六六”在水稻上的“化学”和“生物”降解，消失减慢。到施药后三十一天，消失98.6%，在叶片上尚残留“六六六”1.7ppm。一直到施药后41天收割时，叶片上尚残留“六六六”0.7ppm。

撒施“乙氯杀螟粉”后在水稻植株叶鞘(茎)上附着的“六六六”量很少，仅3.3ppm。

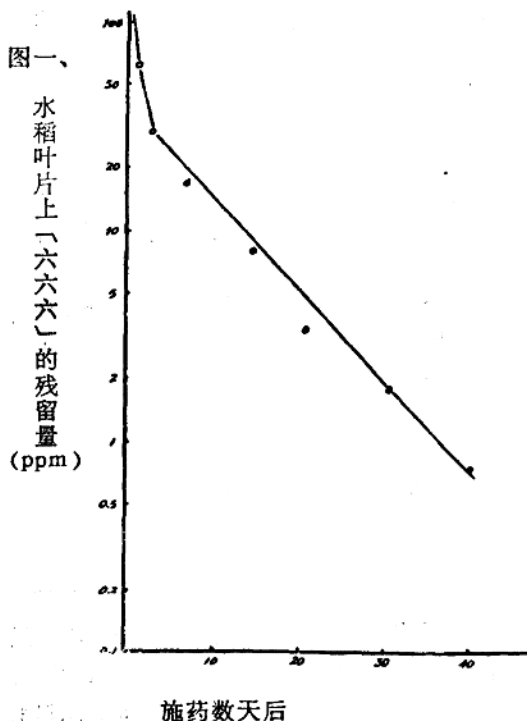
但是施药后一天反而增加到6.9ppm，这可能由于撒施“乙氯杀螟粉”落入田水和土壤中的“六六六”通过叶鞘间隙的毛细管作用或根部的吸收作用而上升到叶鞘(茎)上，使其残留量增加(我们利用放射性自显影试验证明这一现象)，到施药后三天，也还有5.2ppm，比原始附着量为高。以后缓慢下降，到施药后41天(收割)时，叶鞘和茎(鲜)

上“六六六”的残留量尚有0.33ppm。

将施药后的间隔时间(天)与水稻叶片上“六六六”的残留量用半对数座标表示,即得图一。从图形或计算可求得“乙氯杀螟粉”中 ^{14}C ——六六六在水稻叶片上的残留半衰期为6.1天。残留曲线的经验公式为:

$$y = 47.1e^{-0.113x}$$

(y = 主叶片上 ^{14}C ——六六六的残留量, x = 施药后间隔天数)



· 稻株抽穗后,同时对稻穗中“六六六”的残留量进行测定。稻穗中“六六六”的残留物是由稻株其它部位吸收转移而来,开始时达0.25ppm,以后随着稻穗的成熟,形成物的增加,比率逐渐降低,到收获时稻穗(鲜)中“六六六”的残留量尚有0.12ppm。

(二)不同施药时期,次数和方式在稻株上 ^{14}C ——六六六的残留量。

按上述一般大田施药量(2市斤/亩),在孕穗期和抽穗期水稻植株上撒施“乙氯杀螟粉”。同时还以水稻抽穗前后二次撒施和用水稀释农药喷施方式进行比较。水稻成熟,收割后,分别采取50°C烘干的稻草、稻壳、糙米、米糠和白米,对其放射性 ^{14}C ——六六六的残留量进行测定,结果如下:(表二)

1.不同施药时期与 ^{14}C ——六六六残留量的关系

表二、不同施药时期,次数和方式在水稻各部分中 ^{14}C ——六六六的残留量(ppm)

施 药 时 期	最后一次施药离收割的天数	施 药 次 数	施 药 方 式	^{14}C 一六六六的残留量				
				稻草	稻壳	糙米	米糠	白米
六月廿二日(孕穗期)	41	1	撒 粉	2.4	0.4	0.12	0.66	0.071
同 上	41	1	喷 浇	2.0	0.34	0.11	0.55	0.070
六月廿九日(抽穗期)	34	1	撒 粉	2.6	0.81	0.17	0.91	0.083
六月廿二日及廿九日(孕穗期及抽穗期)	34	2	撒 粉	3.8	1.35	0.25	1.44	0.123

从表二试验测定结果表明：在水稻抽穗期前后，不同时期（间隔七天）撒施“乙氧杀螟粉”，待水稻成熟收割后，稻草中“六六六”的残留量分别为2.4和2.6ppm。这与1972年使用6%六六六可湿性粉剂后的残留量（1.9和2.6ppm）相接近。在糙米中的六六六残留量，分别为0.12和0.17ppm。施药时间间隔七天，则糙米中六六六的残留量相差0.05ppm。这与72年使用6%六六六可湿性粉剂时，每提前六天施药，糙米中六六六残留量可减少0.03—0.04ppm的情况，也基本相近。

2.不同施药次数与¹⁴C——六六六残留量的关系

在水稻孕穗期和抽穗期施药二次者，在收割后稻草中六六六的残留量为3.8ppm，比抽穗期施药一次的（2.6ppm）增高1.2ppm。在糙米中六六六的残留量，施药二次的为0.2ppm，也较抽穗期施药一次的（0.17ppm）增高0.08ppm。这与72年使用6%六六六可湿性粉剂时，每增加一次施药，则糙米中六六六残留量增高0.05—0.22ppm的这个增加规律也是基本相近。

3.不同施药方式与¹⁴C——六六六的残留量的关系

相同剂型和施药量，采用不同施药方式（撒粉和喷浇），则其残留量也不同。不论是在稻草还是在糙米、稻谷、米糠或者白米中，撒粉的残留量均较喷浇的略高。但是在实际使用时，施药方式的选择还要结合考虑到防治害虫的效果。

（三）水稻各部分“六六六”残留之间的关系

从表二可见，不论何种施药处理，在水稻各部分中六六六的残留量均是稻草>米糠>稻壳>糙米>白米。其中以稻草中残留量最高，米糠次之，其次再是稻壳、糙米和白米，顺序减少。如按其“六六六”残留物浓度比率来看（见表三），在同一处理中，稻草中“六六六”残留量较稻壳中高2.8—6.0倍，稻谷中六六六残留量较糙米高3.3—5.4倍。从残留量比率中可看出，抽穗以后用药，稻壳上的残留量显著增加，这主要由于施药时稻壳直接受到六六六污染所致。

表三、

施 药 时 期	¹⁴ C—六六六的残留量					¹⁴ C—六六六残留量比率		
	稻 草	稻 壳	糙 米	米 糠	白 米	稻草/稻壳	稻壳/糙米	米糠/白米
孕 穗 期	2.4	0.40	0.12	0.66	0.071	6.0	3.3	9.3
抽 穗 期	2.6	0.81	0.17	0.91	0.083	3.2	4.7	10.9
孕 穗 及 抽 穗 期 施 二 次	3.8	1.35	0.25	1.44	0.123	2.8	5.4	11.6

米糠中“六六六”的残留量比白米高9.3—11.6倍。所以糙米碾成白米后，使其中六六六的残留量可以降低一倍左右。按糙米中六六六残留物的绝对量来说，有40%左右六六六的残留物是分布米糠中，有60%左右六六六残留在白米中。如果以孕穗期施药收获的稻谷各部

分残留量数据来计算，则其稻壳、米糠和白米等各部分所含六六六残留物的绝对量分配比率如下：

表四、

部 位	^{14}C -六六六 残留量	×	在稻谷中所 占重量比率	=	“六六六” 残留物量	“六六六” 残留 物含量比率
稻 壳	0.4	×	16.5%	=	0.066	41.2%
米 糠	0.66	×	83.5×7%	=	0.039	24.4%
白 米	0.071	×	83.5×93%	=	0.055	34.4%
总 计					0.160	100%

从以上计算也可看到，在稻谷中“六六六”的残留物60%以上是存在于稻壳和米糠中。看来在白米中“六六六”的残留量虽然还不太高，但是在稻草、稻壳、米糠中六六六的残留浓度和绝对量都很高。如果作为家畜、家禽的饲料，将会通过食物连锁关系，从畜禽产品中再度进入人体。因此对有机氯“六六六”制剂在水稻上施用的安全性不得不引起人们重视。

就食品卫生角度来看，如果仅以当年施用“乙氯杀螟粉”而不考虑原来土壤中“六六六”残留物的吸收，则施药一次或二次后在糙米中的“六六六”（混合体）的残留量均未超过我国卫生部所暂定的残留允许量（0.5ppm），但以日本所规定的残留允许量（0.2ppm）来看，则施药二次的则已超过。并且虽然“乙氯杀螟粉”中“六六六”含量比6%“六六六”可湿性粉剂减少一半，但在水稻各部分的残留量并未显著降低，所以“乙氯杀螟粉”也仅能作为一种过渡品种，仍需迅速研制和生产高效、低毒、低残留的农药加以代替。

参考资料（略）

“六六六”在水稻上的吸收和运转

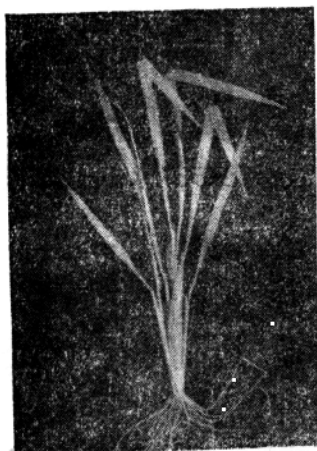
生物物理教研室农药一组

“六六六”有机氯农药是否在植物组织内能内吸转移以表现其杀虫效力的问题，对生产中提高害虫防治效果具有重大意义。国外，许多人曾使用生物试验进行了研究，但是，所取得的结果不完全相同，因此有不少争论。石井等曾利用放射性碳—— ^{14}C 标记的丙体“六六六”纯溶液和乳剂在水稻上进行了试验，所得结果也不相同，并发现“六六六”制剂中的乳剂对“六六六”在水稻上的内吸转移性能具有一定的抑制作用，为了进一步探明“六六六”在水稻上的残留情况和提高治虫效果，我们利用放射性自显影方法研究了水稻茎叶和根系对吸收和运转状况。

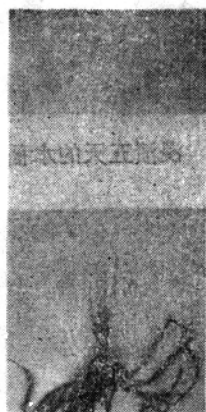
一、水稻根部的浸渍试验:

预先选取生长健壮的稻秧(有1—2个分蘖)十余株,在营养液中培养三天,使其发出新根。然后再选取生长状况一致的水稻,将其根部浸渍在盛有放射性碳—— ^{14}C 标记“六六六”的营养溶液的小培养钵中,溶液体积700毫升,放射性 ^{14}C ——“六六六”比强为0.045微居里/毫升,总强31.5微居里,每钵培养水稻三株。

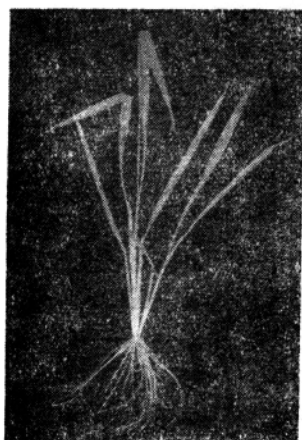
分别浸渍1天,3天,5天,7天后,每次取出水稻二株,先将根部外面沾染的放射溶液,用清水冲洗。然后放在植物标本夹中以 38°C 温度烘干,再用X光软片自显影,感光41天后冲洗,即得图1,2,3,4的放射性自显影照片。



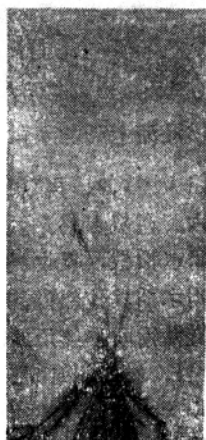
图一 浸渍一天的水稻实物照片



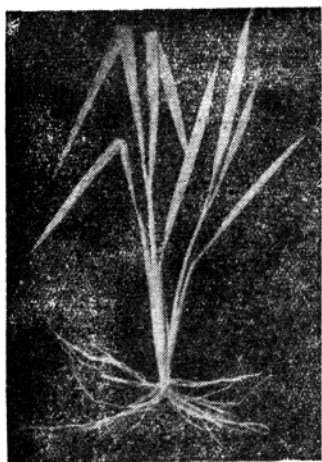
浸渍一天的水稻自显照片



图二 浸渍三天的水稻实物照片



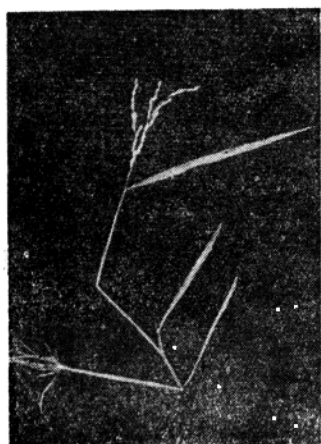
浸渍三天的水稻自显影照片



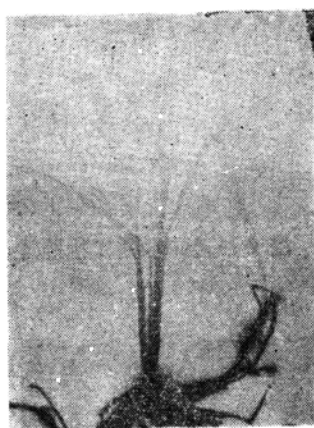
图三 浸渍五天的水稻实物照片



浸渍五天的水稻自显影照片



图四 浸渍七天的水稻实物照片



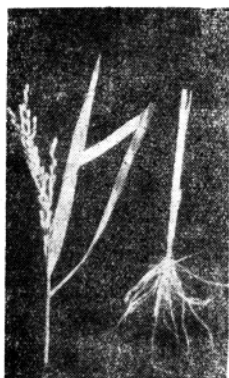
浸渍七天的水稻自显影照片

1. 从以上图1、2、3和4四张“b”的水稻自显影照片可见到水稻根系能够吸收放射性 ^{14}C ——六六六。在根部感光强烈，并且在水稻植株各部分茎叶也均有放射性物质，但其感光较弱。这证明水稻根系吸收“六六六”后，沿着维管束部分（维管束部分“感光”较强），上升而运转到水稻其他部位。在某些水稻叶片的尖端或边缘感光较强，这可认为是由于水分蒸发而使放射性物质浓缩所致。

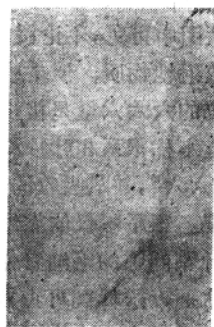
2. 从图1、2、3、4四张水稻自显影照片的感光度来比较，彼此之间差异不大，这说明水稻根系吸收“六六六”的速度很快，浸渍一天以后就分布全株，三天以后以致五天、七天吸收放射性 ^{14}C ——六六六基本差异不大。

3. 将图1、2、3、4水稻自显影照片与栽培在土壤中（含有为水培约一倍量放射性强度的

放射性 ^{14}C ——六六六)水稻自显影照片(图5)相比较,则栽培在土壤中的水稻各部分放射性物质“感光”较弱,这说明虽然加入放射性 ^{14}C ——六六六的量增加一倍,但大部分被土壤所固定,使水稻根系吸收减少。



图五 栽培21天水稻实物照片

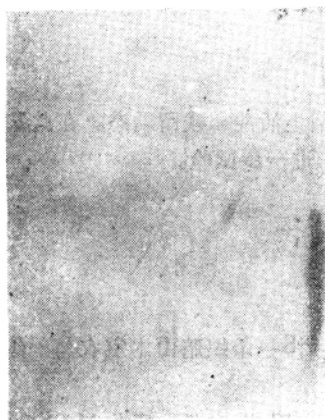


栽培21天水稻的自显影照片

4.取另一部分稻秧,用涂有凡士林棉花包裹水稻茎部,然后将其根浸到放射性的培养溶液中(棉花不与放射性营养液接触到),经过五天以后,将凡士林棉花取下,用10毫升丙酮溶液溶解,并且用定标器测出在丙酮溶液中带有较强的放射性。这与石井等人的试验情况一致,这说明水稻不仅能从根系吸收“六六六”,沿着维管束运转到水稻各部分,还有部分“六六六”可利用水稻叶鞘间隙的毛细管现象而上升到上部茎叶。

二、水稻叶片的浸渍试验

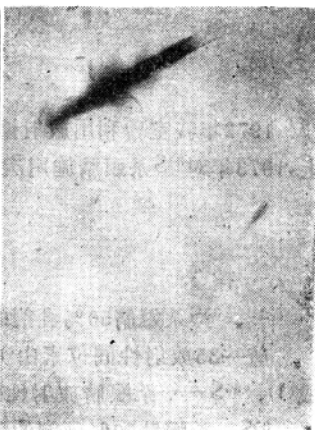
为了探明水稻主茎上的叶片或分蘖上的叶片是否能够吸收“六六六”,并进一步将六六六运转到水稻其他茎叶上去。我们选取健壮的秧若干株,培养在营养液中,经过3—5天后



图六 浸渍三天的水稻叶片自显影照片



图七 浸渍五天的水稻叶片实物照片



浸渍五天的水稻叶片自显影照片

生长正常,于是把主茎上的剑叶或者分蘖最上部第二片叶子浸在装有10毫升放射性 ^{14}C ——六六六溶液(比强0.796微居里/毫升)的试管中,经过三天和五天后取出,将叶片上沾染的放射性溶液用吸水纸吸干,并将整株水稻压在植物标本夹中,以 38°C 温度干燥。干燥后用X光软片自显影。浸渍三天的感光97天,浸渍五天的感光42天后,分别冲洗即得图6.7的放射性自显影照片。从图中可见,不论浸渍三天还是五天,在被浸渍的叶片上感光非常强烈,在水稻其他部分也有放射性物质,但是感光极弱。这可认为六六六能为水稻叶片所吸收,但是运转到水稻其他部位的六六六是极少的。

经过以上水稻根系和叶片浸渍试验的放射性自显影照片证明:水稻根系及叶片能吸收一定数量的“六六六”,并从吸收的部位运转到水稻植株的其他部位。根系及吸收和运转的能力较叶片组织为强。根系不仅依靠维管束将吸收的“六六六”运转到水稻上部茎叶,并且还依靠接触水面的叶鞘间隙的毛细管作用将水中六六六上升到上部的茎叶。由此可见采用“六六六”颗粒剂施于水面,这样既可直接减少对水稻茎叶的污染,同时又能发挥治虫效果。这是有一定的道理。但是“六六六”对土壤中的残留问题还不能解决,仍将污染农作物和环境。

参 考 资 料

(1)石井象二郎:《防虫科学》24(4):184—188,1958。

(2)石井象二郎、平野千里:《日本应用动物昆虫学会志》6(1):28—33,1962。

^{35}S ——杀螟腈不同使用次数、施用量 在早稻上残留的研究

生物物理教研室农药二组

1972年我室曾利用放射性同位素,研究 ^{35}S ——杀螟腈在水稻上活性和残留动态。在此基础上,1973年对 ^{35}S 杀螟腈施用次数、施用量与其残留量的关系作进一步试验。

试 验 材 料 与 方 法

一、 ^{35}S 杀螟腈50%乳剂的配制:

硫—35放射性同位素由中国科学院原子能研究所供给, ^{35}S ——杀螟腈由本室农药一组合成⁽¹⁾, ^{35}S ——杀螟腈放射性强度每微克为170.5脉冲/分

^{35}S ——杀螟腈50%乳剂的配制:取 ^{35}S ——杀螟腈原油50份、二甲苯30份、乳化剂(Sorpol 1000)15份配制成50%乳剂。

二、供试水稻的准备与处理

1、供试水稻品种与栽培：品种为早稻“二九青”，5月6日移栽于盆钵（内径26厘米，高33厘米）每盆插四丛、每丛8株，施肥管理按大田水平。

2、处理项目和方法

施用 次数	喷 施 时 间		每 盆 喷 施 药 量 (毫升)	每 盆 用 量 (毫升)	采 样 日 期		备注
	日 月	收效前 天 数			月/日	喷施后天数	
一次	22/6	38	孕穗末期	20	22/6.29/6.6/7.30/7	0.7.14.38	
二次	22/6	38	孕穗末期	20	同 上	同 上	
	29/6	31	齐 穗 期	20	—29/6.6/7.13/7.30/7	0.7.14.31	
三次	22/6	38	孕穗末期	20	同 上	同 上	
	29/6	31	齐 穗 期	20			
	12/7	24	乳 熟 期	20	—6/7.13/7.20/7.30/7	0.7.14.24	
二次 加倍	22/6	38	孕穗末期	20	同 二 次 处 理	同二次处理	齐穗期 施药量 多一倍
	29/6	31	齐穗期	40			
三次 加倍	22/6	38	孕穗末期	20	同 三 次 处 理	同三次处理	乳熟期 施药量 多一倍
	29/6	31	齐 穗 期	20			
	12/7	24	乳 熟 期	40			

3、放射性试验样品采集、制备、测量：喷施后（叶面干后）剪取水稻植株（离地面约1寸）作为测量³⁵S杀螟腈原始附着量材料。剪碎混合均匀后，称取3克（鲜重）置于称量瓶中（继续剪碎）加氯仿5毫升、盖紧、浸提16小时后，吸取1毫升提取液于不锈钢测样皿中（直径2.2厘米）放在通风橱里以气流蒸去氯仿，乾后用窗型盖革—缪勒计数管（云母窗厚度1.5毫克/厘米²）进行放射性测量测得放射性强度经过自吸收、回收率和衰变系数校正后，换算成每克样品中³⁵S杀螟腈氯仿溶性物质微克数。收获期稻草、谷壳、糠、精白米分别按上述方法制样、测量。

试 验 结 果 与 讨 论

一、³⁵S杀螟腈不同喷施次数与茎叶中残留量³⁵S杀螟腈不同喷施次数在水稻茎叶上的氯仿溶性残留物质，测定结果于表一，从表中结果来看：喷施一次、二次、三次的³⁵S—杀螟腈氯仿溶性物质残留量，随着喷施次数的增加而增加。三次>二次>一次。喷施后7天一次、二次的都在1ppm以下，二次为一次的1.5倍左右，三次的为1.227ppm，为一次的2.4倍。喷施后14天，一次、二次的降低至0.5ppm，三次为0.519ppm，收获期（即喷施后24天、31天、38

天)一次、二次、三次各处理都在0.5ppm以下。

表一、 ^{35}S —杀螟腈不同施用次数在水稻茎叶中残留量

*时间 施药次数	0	7	14	收 获 期 *
	(原始附着量)	(天)	(天)	
一 次	30.80	0.513	0.385	0.151
二 次	31.31	0.777	0.491	0.293
三 次	32.10	1.227	0.519	0.265

*时间：指各处理最后一次 ^{35}S —杀螟腈喷施后天数。

*离喷施后天数：一次为38天，二次为31天，三次为24天。

从表二看到 ^{35}S 杀螟腈在水稻上的消失是很快的，各处理7天后消失率均达96%以上，14天后98%以上，收获期消失达99%。不同喷施次数来看，其残留率有差异的，这是由于二次处理的残留物包括一次处理的残留物，三次处理的则包括一次、二次处理的残留物，所以所测结果看到三次>二次>一次，以上结果与1972年结果是一致的⁽¹⁾，表明 ^{35}S 杀螟腈在水稻上消失是很快的。残效短，在生产上施用时必须充分掌握虫情，抓住有利天气，否则就达不到施药应有的效果。

表二、 ^{35}S —杀螟腈喷施后在水稻上的消失与残留%

药 喷 次 数	喷 施 后 天 数							
	0		7		14		收 获 期 *	
	消失 %	残留 %	消失 %	残留 %	消失 %	残留 %	消失 %	残留 %
一 次	0	100	98.34	1.66	98.84	1.16	99.52	0.84
二 次	0	100	97.52	2.48	98.43	1.57	99.06	0.94
三 次	0	100	96.18	3.82	98.32	1.68	99.17	0.83

*离喷施后天数：一次为38天，二次为31天，三次为24天。

二、 ^{35}S 杀螟腈不同施用量在水稻茎叶中的残留量。

试验中不同施用量四个处理：即二次(20ml+20ml)二次加倍(20ml+40ml)、三次(20ml+20ml+20ml)、三次加倍(20ml+20ml+40ml)， ^{35}S —杀螟腈各期残留量于表3，所得结果看到二次加倍比二次的高约一倍左右，三次加倍比三次高1—2倍，这种关系在施药后7天、14天直至收获，趋势是一致的。施用14天后二次、二次加倍和三次处理的残留量均在1ppm以下，三次加倍处理则高达1.792ppm，收获以鲜稻草计算各处理均在1ppm以下，而以干稻草计算二次加倍为2.17ppm，三次加倍为2.78ppm。以上表明 ^{35}S —杀螟腈施用量

与残留量具有正相关,施用量越大残留越高。因此,生产上喷施杀螟腈不仅要控制施用次数,而且要掌握每次施用量,尤其最后一次施用量每亩不超过2.5市两为宜。

三、 ^{35}S —杀螟腈不同施用次数、施用量与水稻收获期各部位残留量:

从表看到 ^{35}S 杀螟腈在各部位的残留量都随着喷施次数增加而增高,依次是三次>二次>一次。这种趋势在稻草(除三次处理的略低于二次处理外)谷壳、糠和精白米中是一致的。各部位残留量有很大差异,以稻草为最高,依次是稻草>谷壳、糠>精白米,这在各处理中趋势是一致的。

表三、 早稻收获期各部位 ^{35}S —杀螟腈残留量

残留量PPM 处 理	部 位	稻 草	谷 壳	糠	精 白 米
一 次		0.513	0.264	0.080	0.040
二 次		0.975	0.165	0.189	0.102
三 次		0.883	0.675	0.390	0.202
二 次 加 倍		2.167	0.479	0.790	0.141
三 次 加 倍		2.781	1.683	0.949	0.211

^{35}S —杀螟腈喷施一次、二次、三次各处理的水稻各部位的残留量都在1ppm以下,精白米残留量三次比二次高一倍左右,而其最高残留量在0.3ppm以下,这说明早稻收获前喷施三次杀螟腈,每次施用量2.5市两/亩,最后一次施喷时间在收获前24天,则稻草、谷壳、糠、精白米的残留量均在1ppm以下。精白米在0.3ppm以下。

^{35}S —杀螟腈不同喷施量来看,二次加倍和三次加倍处理的水稻各部位的残留量均比二次、三次处理的为高,稻草、谷壳、糠中残留量加倍比不加倍高2倍以上。二次加倍、三次加倍处理的谷壳也超过1ppm,而精白米都在1ppm以下,改虑到稻草、谷壳是目前广大农村饲料来源之一,因此,每亩每次施药量不超过2.5市两为宜。

结 语

一、 ^{35}S —杀螟腈在早稻植株上的消失是很快的,其消失率7天为96%以上,14天为98%以上,24天达99%。茎、叶中 ^{35}S —杀螟腈氯仿溶性物质的残留量随着施用次数的增加而增高,三次>二次>一次。施用后7天一次、二次在1ppm以下,三次的为1.227ppm,14天后一次、二次降低到0.5ppm以下,三次降低到1ppm以下。

二、 ^{35}S —杀螟腈的施用量与其在水稻茎叶中残留量具有正相关,施用量越大残留量越高,二次加倍比二次高一倍以上,三次加倍比三次高1—2倍。这在施用后7、14、24、31天各期结果趋势是一致的。而施用14天后二次、二次加倍,三次处理的残留量都在1ppm以下,三次加

倍的则高达1.792ppm。这说明在生产施用杀螟腈要注意控制施药量，每次每亩施用量不超过2、5市两为宜。

三、早稻收获期各部位 ^{35}S —杀螟腈氯仿溶物质残留量，随着喷施次数增加而增高，三次>二次>一次。各部位中残留量有很大差异，稻草>谷壳、糠>精白米。而各处理各部位残留量均在1ppm以上。

^{35}S —杀螟腈不同施用量的残留量，三次加倍>三次，二次加倍>二次。各部位间差异与不同次数处理的趋势是一致的。三次加倍，二次加倍糠、精白米残留量都在1ppm以下，而三次加倍稻草为2.78ppm，二次加倍为2.167ppm，谷壳为1.683ppm。

四、在本试验条件下，杀螟腈施用三次，每次施用量0.25斤/亩，最后一次施用在收获期前24天，则其在早稻各部位的残留量都在1ppm以下。

参 考 资 料

①浙江农业大学生物物理教研室，利用放射性同位素硫—35标记“杀螟腈”有机磷农药的制备，化学农药在农作物上残留研究（1972年内部资料）。

②浙江农业大学生物物理教研室，利用放射性同位素硫—35杀螟腈在水稻上活性和残留动态 I，化学农药在农作物上残留研究（1972年内部资料）。

利用放射性自显影技术研究 ^{35}S —杀螟腈 及其降解产物在水稻上吸收、渗透和运转

生物物理教研室农药二组

应用放射性自显影技术，研究 ^{35}S 杀螟腈在水稻不同生育期，不同部位引入后，水稻对其吸收渗透、运转和分布情况，为合理安全施用杀螟腈农药提供依据。

材 料 与 方 法

供试水稻为早稻“二九青”，栽培方法：用盆栽和水培（先播种田间，处理前移到室内营养液中培养）两种分别在苗期，分蘖期，抽穗灌浆期， ^{35}S —杀螟腈采用根部引入（加水于培养液中和盆栽土面）和叶面引入（浸叶、涂叶）两种方法。经过引入、采样、压制干燥、“曝光”、冲洗等（详见附表），得到以各期放射性自显影照片