

2 种除草剂对胡麻田阔叶杂草的示范效果及其在胡麻籽中的残留量检测

王玉灵, 胡冠芳*, 牛树君, 赵峰, 李玉奇, 余海清 (甘肃省农业科学院植物保护研究所, 甘肃兰州 730070)

摘要 [目的]研究 40% 二甲·辛酰溴 EC 和 30% 辛酰溴苯腈 EC 苗期茎叶喷雾防除胡麻田阔叶杂草的示范效果, 并检测胡麻籽中辛酰溴苯腈和二甲四氯的残留量。[方法]探讨二甲·辛酰溴和辛酰溴苯腈苗期茎叶喷雾防除胡麻田阔叶杂草的最佳示范剂量, 分别采用超高效液相色谱法和气相色谱法检测胡麻籽中二甲四氯和辛酰溴苯腈的残留量。[结果]40% 二甲·辛酰溴 EC 和 30% 辛酰溴苯腈 EC 在 1 500 mL/hm² (制剂用量) 示范剂量下对胡麻田阔叶杂草具有优良防效, 药后 45 d 的株防效和鲜重防效为 95.36%~98.60%。40% 二甲·辛酰溴 EC 和 30% 辛酰溴苯腈 EC 处理胡麻平均产量分别为 1 908.0 和 1 918.5 kg/hm², 较空白对照分别增产 287.81% 和 289.94%, 较人工除草分别增产 0.87% 和 1.43%。首次建立了胡麻籽中辛酰溴苯腈和二甲四氯残留量的分析方法, 胡麻籽样品采用乙腈提取, 辛酰溴苯腈用气相色谱-电子捕获检测器 (GC-ECD) 检测, 二甲四氯用超高效液相色谱法 (UPLC) 检测。辛酰溴苯腈和二甲四氯的平均加标回收率分别为 72.5%~75.5% 和 105.5%~111.5%, 相对标准偏差分别为 1.50%~2.61% 和 1.10%~5.58%。2 种除草剂在胡麻籽中最低检出浓度为 0.01 mg/kg, 符合农药残留检测的要求。[结论]40% 二甲·辛酰溴 EC 和 30% 辛酰溴苯腈 EC 苗期茎叶喷雾防除胡麻田阔叶杂草具有良好的防效。胡麻籽中辛酰溴苯腈和二甲四氯均未检出。

关键词 除草剂; 胡麻; 阔叶杂草; 胡麻籽; 残留量

中图分类号 S 482.4 **文献标识码** A **文章编号** 0517-6611(2018)28-0132-05

Demonstration Effects of Two Kinds of Herbicides on Controlling Broadleaf Weeds in Flax Field and Detection of Their Residual Quantity in Flaxseed

WANG Yu-ling, HU Guan-fang, NIU Shu-jun et al (Institute of Plant Protection, Gansu Academy of Agricultural Sciences, Lanzhou, Gansu 730070)

Abstract [Objective] To study the demonstration effects of 40% MCPA-sodium and bromoxynil octanoate EC and 30% bromoxynil octanoate EC on controlling broadleaf weeds in flax field by spraying herbicides on stems and leaves of flax seedlings and detect the residual quantity of bromoxynil octanoate and MCPA in flaxseed. [Method] The optimum demonstration dosage of MCPA-sodium and bromoxynil octanoate and bromoxynil octanoate on controlling broadleaf weeds in flax field by spraying herbicides on stems and leaves of flax seedling were discussed. The residual quantity of bromoxynil octanoate and MCPA in flaxseed was detected by using ultra performance liquid chromatography (UPLC) and gas chromatography respectively. [Result] 40% MCPA-sodium and bromoxynil octanoate EC and 30% bromoxynil octanoate EC had good control effects on broadleaf weeds in flax field at the demonstration dosage of 1 050 mL/hm² (dosage of preparation), the plant and fresh weight control effects were 95.36%–98.60% after 45 days treatment, average yield of flax in the treatments of 40% MCPA-sodium and bromoxynil octanoate EC and 30% bromoxynil octanoate EC were 1 908.0 and 1 918.5 kg/hm² respectively, which increased by 287.81% and 289.94% respectively compared with blank control, which increased by 0.87% and 1.43% respectively compared with manual weeding treatment. The analytic method was firstly established for the residues determination of bromoxynil octanoate and MCPA in flaxseed, the flaxseed samples were extracted with acetonitrile, bromoxynil octanoate was detected by gas chromatography with electron capture detector (GC-ECD), and MCPA was detected by ultra performance liquid chromatography (UPLC). The average addition recovery rates of bromoxynil octanoate and MCPA in flaxseed were 72.5%–75.5% and 105.5%–111.5%, respectively. The lowest detected concentration of the two herbicides in flaxseed was 0.01 mg/kg, which accorded with the requirements of pesticide residues detection. [Conclusion] 40% MCPA-sodium and bromoxynil octanoate EC and 30% bromoxynil octanoate EC had better control effects on broadleaf weeds in flax field by spraying herbicides on stems and leaves of flax seedlings. The residues of bromoxynil octanoate and MCPA was not detected in flaxseed.

Key words Herbicide; Flax; Broadleaf weeds; Flaxseed; Residual quantity

油用亚麻 (*Linum usitatissimum*) 俗称“胡麻”, 隶属亚麻科 (Linaceae) 亚麻属 (*Linum*) 一年生草本植物。我国胡麻主要分布在甘肃、内蒙古、新疆、河北、山西、宁夏等省 (自治区), 是这些地区的特色油料作物。甘肃省胡麻年种植面积在 15 万 hm² 左右, 部分地区藜 (*Chenopodium album*)、刺藜 (*C. aristatum*)、卷茎蓼 (*Polygonum convolvulus*)、打碗花 (*Calystegia hederacea*)、反枝苋 (*Amaranthus retroflexus*)、油菜 (*Brassica napus*)、猪殃殃 (*Galium aparine* var. *tenerum*)、苣荬菜 (*Sonchus brachyotus*)、刺儿菜 (*Cephalanoplos segetum*)、蒴藋 (*P. aviculare*)、芥菜 (*Capsella bursa-pastoris*)、狼紫草 (*Lycopsis orientalis*)、角茴香 (*Hypocoum erectum*) 等阔叶杂草危害十分严重, 一般年份造成胡麻减产 10% 以上, 多雨年份减产 30%

以上, 个别地块甚至绝收。胡麻属于密植作物, 人工除草费工费时、难度大、成本高, 在目前农村健壮劳动力稀缺的状况下, 大力推广使用除草剂防除胡麻田阔叶杂草具有十分重要的现实意义和显著的经济、社会效益。

在胡麻田阔叶杂草的化学防除方面, 李增炜^[1]、刘宝森等^[2]、张玉琴等^[3]、贾永等^[4]、巩亮军等^[5]分别报道了氟乐灵土壤处理对藜、蒴藋, 地乐胺土壤处理对藜、蒴藋、反枝苋, 油磺隆茎叶喷雾对藜, 氟乐灵土壤处理和二甲四氯、绿磺隆茎叶喷雾对藜、卷茎蓼、反枝苋, 氟乐灵土壤处理和二甲四氯茎叶喷雾对藜、苍耳 (*Xanthium sibiricum*) 的防除效果。2008 年国家胡麻产业技术体系启动以后, 有关岗位专家、试验站长和团队成员先后筛选出防除胡麻田藜、卷茎蓼、刺藜、反枝苋、芥菜、油菜、荞麦 (*Fagopyrum esculentum*)、苦荞麦 (*F. tataricum*) 等阔叶杂草的新型除草剂, 如二甲·辛酰溴、二甲·溴苯腈、辛酰溴苯腈、溴苯腈等^[6-11]。但有关二甲·辛酰溴和辛酰溴苯腈不同剂量防除胡麻田阔叶杂草的示范效果以及

基金项目 国家胡麻产业技术体系草害防控岗位项目 (CARS-17-GW-7)。
作者简介 王玉灵 (1988—), 女, 甘肃甘谷人, 研究实习员, 从事农田杂草防控及植物源农药研究。* 通讯作者, 研究员, 博士, 从事农田杂草防控及植物源农药研究。
收稿日期 2018-05-02

对胡麻的安全性,国内未见文献报道。

关于二甲四氯、辛酰溴苯腈在农产品中的残留量检测,赵慧宇等^[12]、傅强等^[13]、梁林等^[14]、吴晓峰等^[15]检测了小麦籽粒、甘蔗、玉米籽粒、糙米中二甲四氯的残留量;邹静等^[16]、陈柏^[17]测定了玉米籽粒中辛酰溴苯腈的残留量;廖丽萍等^[18-19]建立了气相色谱测定胡麻籽中溴氰菊酯、高效氯氟菊酯残留量的分析方法;谭阳阳等^[20]采用毛细管气相色谱法,建立了一种测定有机亚麻中有机磷和拟除虫菊酯类农药的方法;牛树君等^[21]检测了高效氟吡甲禾灵和精喹禾灵在胡麻籽中的残留量。关于二甲四氯、辛酰溴苯腈在胡麻籽中的残留量检测,国内鲜见报道。笔者在探讨二甲·辛酰溴和辛酰溴苯腈苗期茎叶喷雾防除胡麻田阔叶杂草最佳示范剂量的基础上,分别采用超高效液相色谱法和气相色谱法检测了胡麻籽中二甲四氯、辛酰溴苯腈的残留量,旨在为制定胡麻田杂草无公害防控技术规程提供依据。

1 材料与方法

1.1 除草剂防除胡麻田阔叶杂草示范

1.1.1 供试作物与防除对象。胡麻品种为陇亚 10 号;藜、刺藜、卷茎藜、反枝苋、荠菜、篇蓄、猪殃殃、刺儿菜、狼紫草、曼陀罗(*Datura stramonium*)、打碗花、龙葵(*Solanum nigrum*)、苍耳等阔叶杂草分布均匀、密度一致,杂草平均密度为 342 株/m²。

1.1.2 环境条件。试验地位于兰州市榆中县良种繁殖场,属于甘肃中部干旱区,海拔在 1 930 m 左右,土壤为黄绵土,pH 在 8.0 左右,水浇地,肥力中等。2015 年秋季基施农家肥(羊粪)30 000 kg/hm²。2016 年 3 月 27 日播种胡麻,播种量为 60 kg/hm²,将 60 kg 胡麻籽与 600 kg 磷肥和 750 kg 鸡粪(过筛)拌匀,采用小四轮拖拉机(甘肃洮河拖拉机制造有限公司生产)耩播胡麻,行距 15 cm。胡麻全生育期灌水 2 次,生长期间不追肥。

1.1.3 示范除草剂与剂量设置。40%二甲·辛酰溴 EC(浙江禾本科技有限公司)和 30%辛酰溴苯腈 EC(江苏瑞丰农化股份有限公司)均设置 1 200、1 500 和 1 800 mL/hm² 3 个剂量。另设置人工除草和空白对照。40%二甲·辛酰溴 EC 和 30%辛酰溴苯腈 EC 每个剂量示范面积为 1 hm²,人工除草和空白对照面积各 0.2 hm²。

1.1.4 施药方法。2016 年 5 月 8 日在胡麻株高约 7 cm、阔叶杂草 4~6 叶期施药。使用卫士牌 WS-16PA 型背负式手动喷雾器(F 型喷头,山东卫士植保机械有限公司生产),示范除草剂不同剂量按 675 L/hm² 对水,对胡麻和杂草进行茎叶均匀喷雾处理(勿重喷和漏喷)。施药当天天气晴朗,风力 0~1 级,温度 12~25 ℃,相对湿度 45%。

1.1.5 调查内容与方法。

1.1.5.1 对胡麻的安全性调查。施药后第 1、3、7 和 10 天目测各剂量处理对胡麻有无药害及药害症状。

1.1.5.2 除草效果调查。施药后不定期调查杂草中毒症状;药后 15 d 目测各处理的防效;药后 45 d 每小区按对角线 3 点取样,每个样点 0.25 m²,调查杂草种类及各种杂草株数,

并拔出称其地上部鲜重。

1.1.5.3 胡麻测产。胡麻成熟后各处理区按对角线 5 点取样,每个样点 133.4 m²,单收单打,称重计产,折算成平均产量,与空白对照和人工除草进行比较,计算增(减)产率。

1.1.6 数据处理。按照以下公式计算株防效和鲜重防效。使用 SPSS 统计软件对防效和产量数据进行差异显著性分析。

$$\text{株防效} = \frac{\text{对照区杂草株数} - \text{处理区杂草株数}}{\text{对照区杂草株数}} \times 100\% \quad (1)$$

$$\text{鲜重防效} = \frac{\text{对照区杂草鲜重} - \text{处理区杂草鲜重}}{\text{对照区杂草鲜重}} \times 100\% \quad (2)$$

1.2 胡麻籽除草剂残留量检测

1.2.1 样品采集。1 号胡麻籽取自 40%二甲·辛酰溴 EC 1 500 mL/hm² 施药区,2 号胡麻籽取自 30%辛酰溴苯腈 EC 1 500 mL/hm² 施药区。

1.2.2 仪器与耗材。试验仪器有 Waters ACQUITY 超高效液相色谱仪、Waters XEVO TQD 三重四极杆质谱仪(美国 Waters 公司)、Agilent 7890A 气相色谱仪(美国安捷伦公司)、Vortex QL-901 涡旋仪(海门市其林贝尔仪器制造有限公司)、高速多功能粉碎机(上海菲力博实业公司)、Sartorius 电子天平(1/1 000,北京赛多利斯天平有限公司)、TDZ5-WS 台式低速离心机和 H1650-W 台式高速离心机(长沙湘仪离心机仪器有限公司);试验耗材有 0.22 μm 尼龙有机滤膜(北京锐峰同创分析仪器有限公司)、50 mL 和 2 mL 塑料离心管、精密移液枪等。

1.2.3 试剂。甲醇、乙腈均为色谱纯,购自迪马公司;无水硫酸镁、氯化钠均为分析纯,购自北京市化学试剂公司;甲酸,纯度>98%,购自 J&K 公司;二甲四氯固体标准品(99%,w/w)、辛酰溴苯腈固体标准品(99%,w/w),购自国家农药产品质量监督检验中心(沈阳);超纯水(Milli-Q)。

二甲四氯和辛酰溴苯腈标准溶液的配制:分别准确称取一定量的二甲四氯和辛酰溴苯腈固体标准品,用甲醇溶解定容,配制成 100 mg/L 标准溶液,贮存在-20 ℃冰箱中备用,使用前梯度稀释到所需浓度。

1.2.4 样品准备。二甲四氯:准确称取 5.0 g 1 号胡麻籽,粉碎样品于 50 mL 离心管中,加入 10 mL 超纯水和 20 mL 1%甲酸乙腈(V/V)溶液,涡旋提取 3 min,加入 4 g NaCl 后涡旋 1 min,4 000 r/min 离心 5 min,取 1.5 mL 上清液置于 2 mL 离心管中(含 25 mg PSA+25 mg PC+25 mg C₁₈+150 mg 无水硫酸镁),涡旋 1 min 后 12 000 r/min 离心 2 min,过 0.22 μm 尼龙滤膜,滤液待测。

辛酰溴苯腈:分别准确称取 5.0 g 1 号、2 号胡麻籽,粉碎样品于 50 mL 离心管中,加入 10 mL 超纯水和 20 mL 乙腈溶液,涡旋提取 3 min,加入 4 g NaCl 后涡旋 1 min,4 000 r/min 离心 5 min,取 1.5 mL 上清液于 2 mL 离心管中(含 25 mg PSA+25 mg PC+25 mg C₁₈+150 mg 无水硫酸镁),涡旋 1 min

后 12 000 r/min 离心 2 min,过 0.22 μm 尼龙滤膜,滤液待测。

1.2.5 仪器条件。

1.2.5.1 辛酰溴苯腈。Agilent 7890A- ECD 气相色谱仪(美国安捷伦公司),7693 自动进样器,分流/不分流进样口;色谱柱为毛细管柱 DB-5(美国安捷伦公司,30 mm×0.32 mm ID×0.25 μm film thickness);载气为氮气(99.999%);柱流速为 1.0 mL/min;进样量为 1 μL,不分流进样;进样口温度为 280 ℃。升温程序如下:初始温度 100 ℃,保持 1 min,以 25 ℃/min 的速度升温至 200 ℃,保持 5 min,最后以

10 ℃/min 的速度升温至 260 ℃,保持 10 min。

1.2.5.2 二甲四氯。Waters ACQUITY BEH C₁₈ 柱(2.1 mm×100 mm,粒径 1.7 μm);进样量为 5 μL;流动相为乙腈/0.1% 甲酸水;流速为 0.25 mL/min;柱箱温度为 40 ℃;运行时间为 5.0 min;离子源为电喷雾离子源 ESI;扫描方式为负离子源;毛细管电压为 2.0 kV;干燥气温度为 400 ℃;干燥气流速为 600 L/h;离子源温度为 150 ℃。

监测方式为多重反应监测(MRM),具体监测条件见表 1。

表 1 二甲四氯和辛酰溴苯腈的多重反应监测条件
Table 1 Monitoring conditions of multiple reaction of MCPA and bromoxynil octanoate

样品名称 Sample name	保留时间 Retention time min	定性离子对 Qualitative ion-pair m/z	定量离子对 Qualitative ion-pair m/z	滞留时间 Residence time s	锥孔电压 Cone voltage V	碰撞能量 Collision energy eV
二甲四氯 MCPA	1.04	198.99/141.0	198.99/141.0	0.163	32	12
辛酰溴苯腈 Bromoxynil octanoate	1.04	198.99/155.0		0.163	32	10

1.2.6 标准曲线的绘制。将辛酰溴苯腈、二甲四氯标准溶液用乙腈稀释配制成一系列浓度的标准溶液,辛酰溴苯腈系列标准溶液浓度分别为 0.01、0.02、0.05、0.10、0.20、0.50、1.00 mg/L,二甲四氯系列标准溶液浓度为 0.01、0.02、0.05、0.10、0.20 mg/L,在上述色谱/质谱条件下进行测定,分别以辛酰溴苯腈、二甲四氯标准溶液浓度为横坐标,以检测离子峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。

1.2.7 添加回收率与相对标准偏差。分别在空白胡麻籽样品中添加 3 个浓度梯度的辛酰溴苯腈、二甲四氯标准溶液,进行 0.05、0.50 和 1.00 mg/kg 3 个浓度的添加回收试验,重复 5 次,测定回收率。

1.2.8 实际样品的检测。在选定的色谱条件下,待仪器稳定后,按下列顺序进样:基质标样溶液 0.05 mg/L(a)、实际样品溶液(b)。根据 a、b 2 次进样的色谱图,分别求出基质标样 a 和样品 b 峰面积的平均值。

1.2.9 残留量的计算。实际样品中的残留量采用外标法进行计算,计算公式如下: $R=A_{\text{样}}/A_{\text{标}}\times C_{\text{标}}\times V_{\text{定}}\times f/m$ 。式中, R 为残留量(mg/kg), $A_{\text{样}}$ 为样品峰面积, $A_{\text{标}}$ 为标样峰面积, $C_{\text{标}}$ 为标样浓度(mg/L), $V_{\text{定}}$ 为定容体积(mL), f 为稀释倍数, m 为称样量(g)。

2 结果与分析

2.1 除草剂防除胡麻田阔叶杂草的示范结果 示范结果(表 2)表明,40% 二甲·辛酰溴 EC 在 1 200、1 500 和 1 800 mL/hm² 3 个剂量下对胡麻有轻微药害,施药当天胡麻即出现“弯头”现象,5~7 d 后恢复正常生长;药后 45 d 对阔叶杂草的株防效分别为 91.26%、96.75%和 100%,鲜重防效分别为 93.52%、98.60%和 100%。30%辛酰溴苯腈 EC 在 1 200、1 500和 1 800 mL/hm² 3 个剂量下对胡麻安全,药后 45 d对阔叶杂草的株防效分别为 89.39%、95.36%和 100%,鲜重防效分别为 91.96%、97.12%和 100%。

表 2 2 种除草剂防除胡麻田阔叶杂草的示范防效
Table 2 Demonstration control effect of two kinds of herbicides on broadleaf weeds in flax field

示范除草剂 Demonstration herbicide	剂量 Dosage mL/hm ²	株数 Plant number 株/m ²	株防效 Plant control effect %	鲜重 Fresh weight g/m ²	鲜重防效 Control effect of fresh weight//%
40%二甲·辛酰溴 EC	1 200	31.00	91.26 dD	227.5	93.52 dD
40% MCPA-sodium and bromoxynil octanoate EC	1 500	11.50	96.75 bBC	49.2	98.60 bB
	1 800	0	100 aA	0	100 aA
30%辛酰溴苯腈 EC	1 200	37.67	89.39 eE	282.0	91.96 eE
30% bromoxynil octanoate EC	1 500	15.50	95.36 cC	101.0	97.12 cC
	1 800	0	100 aA	0	100 aA
人工除草 Manual weeding		9.67	97.25 bB	127.7	96.36 cC
空白对照 CK		355.00	—	3 508.5	—

注:同列不同大写字母表示差异极显著($P<0.01$),不同小写字母表示差异显著($P<0.05$)。
Note: Different capital letters in the same column indicated extremely significant differences ($P<0.01$), different small letters in the same column indicated significant differences ($P<0.05$)

测产结果(表 3)表明,40%二甲·辛酰溴 EC 在 1 200、1 500和 1 800 mL/hm² 3 个剂量下胡麻的平均产量分别为 1 810.5、1 908.0 和 1 872.0 kg/hm²,较空白对照分别增产 267.99%、287.81%和 280.49%,较人工除草分别减产 4.28%、

增产 0.87%和减产 1.07%。30%辛酰溴苯腈 EC 在 1 200、1 500 和 1 800 mL/hm² 3 个剂量下胡麻的平均产量分别为 1 780.5、1 918.5 和 1 929.0 kg/hm²,较空白对照分别增产 252.74%、289.94%和 292.07%,较人工除草分别减产 5.87%、

增产 1.43% 和 1.98%。

表 3 2 种除草剂防除胡麻田阔叶杂草示范的增产效果
Table 3 Yield-increasing effect of two kinds of herbicides on controlling broadleaf weeds in flax field

示范除草剂 Demonstration herbicide	剂量 Dosage mL/hm ²	平均产量 Average yield kg/hm ²	较空白对照增产 Yield-increasing rate compared with CK// %	较人工除草增产 Yield-increasing rate compared with manual weeding// %
40%二甲·辛酰溴 EC	1 200	1 810.5 dD	267.99	-4.28
40% MCPA-sodium and bromoxynil octanoate EC	1 500	1 908.0 abAB	287.81	0.87
30%辛酰溴苯腈 EC	1 800	1 872.0 cC	280.49	-1.03
30%辛酰溴苯腈 EC	1 200	1 780.5 eD	252.74	-5.87
30% bromoxynil octanoate EC	1 500	1 918.5 aAB	289.94	1.43
	1 800	1 929.0 aA	292.07	1.98
人工除草 Manual weeding		1 891.5 bcBC	284.45	—
空白对照 CK		492.0 fE	—	-73.99

注:同列不同大写字母表示差异极显著 ($P<0.01$),不同小写字母表示差异显著 ($P<0.05$)
Note: Different capital letters in the same column indicated extremely significant differences ($P<0.01$), different small letters in the same column indicated significant differences ($P<0.05$)

从安全性、除草效果以及增产效果综合评价,40%二甲·辛酰溴 EC 和30%辛酰溴苯腈 EC 苗期茎叶喷雾防除胡麻田阔叶杂草大面积示范推广的适宜剂量均为 1 500 mL/hm²。

2.2 胡麻籽除草剂残留量检测结果

2.2.1 标准曲线。从图 1、2 可以看出,辛酰溴苯腈、二甲四氯样线性方程的相关系数均在 0.99 以上。

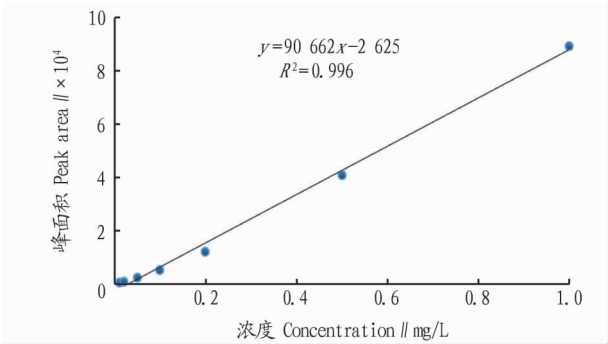


图 1 辛酰溴苯腈的标准曲线

Fig.1 Standard curve of bromoxynil octanoate

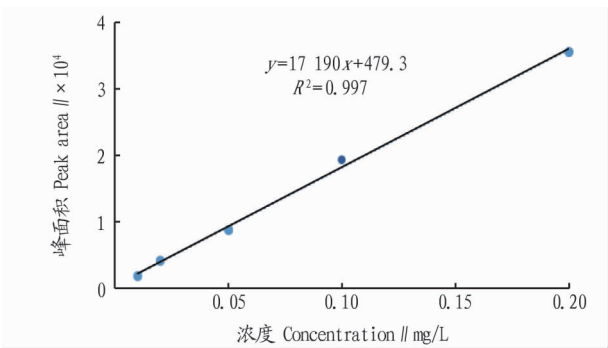


图 2 二甲四氯的标准曲线

Fig.2 Standard curve of MCPA

2.2.2 加标回收率与相对标准偏差。辛酰溴苯腈和二甲四氯在胡麻籽中的平均加标回收率分别为 72.5%~75.5% 和 105.5%~111.5%, 相对标准偏差分别为 1.50%~2.61% 和 1.10%~5.58%, 符合农药残留检测要求(表 4、5)。

2.2.3 残留量检测结果。由表 6 可知,1 号胡麻籽中辛酰溴

苯腈、二甲四氯均未检出,2 号胡麻籽中辛酰溴苯腈未检出。

表 4 胡麻籽中辛酰溴苯腈的加标回收率

添加浓度 Adding concentration mg/kg	平均加标回收率 Average addition recovery rate	相对标准偏差 RSD
0.05	75.5	2.26
0.50	72.5	1.50
1.00	75.0	2.61

表 5 胡麻籽中二甲四氯的加标回收率
Table 5 Addition recovery rate of MCPA in flaxseed

添加浓度 Adding concentration mg/kg	平均加标回收率 Average addition recovery rate	相对标准偏差 RSD
0.05	105.5	5.58
0.50	107.8	4.40
1.00	111.5	1.10

3 讨论

3.1 除草剂防除胡麻田阔叶杂草示范 40%二甲·辛酰溴 EC 由二甲四氯与辛酰溴苯腈复配而成,二甲四氯为激素类除草剂,施药当天胡麻即出现“弯头”现象,5~7 d 后恢复正常生长;30%辛酰溴苯腈 EC 对胡麻的安全性高于 40%二甲·辛酰溴 EC,在高剂量或重喷条件下胡麻药害症状表现为下部叶片叶缘、叶尖干枯,对生长基本无影响。40%二甲·辛酰溴 EC 和30%辛酰溴苯腈 EC 在 1 500 mL/hm² 示范剂量下药后 45 d 对胡麻田阔叶杂草的株防效分别为 96.75% 和 95.36%,鲜重防效分别为 98.60% 和 97.12%。胡麻平均产量分别为 1 908.0 和 1 918.5 kg/hm²,较空白对照分别增产 287.81% 和 289.94%,较人工除草分别增产 0.87% 和 1.43%。从安全性、除草效果以及增产效果综合评价,40%二甲·辛酰溴 EC 和30%辛酰溴苯腈 EC 苗期茎叶喷雾防除胡麻田阔叶杂草大面积示范推广的适宜剂量均为 1 500 mL/hm²。胡麻属于密植作物,人工除草成本高(用工费 3 600~4 800 元/hm²),而化学除草成本仅为 450 元/hm²,与人工除草相比,化学除草可降低生产成本 3150~4050 元/hm²。因此,目前应大力

推广使用除草剂防除胡麻田阔叶杂草,以降低生产成本、解放劳动力、带动农民脱贫致富。但因不同地区胡麻田阔叶杂草发生密度、种类和危害程度差异很大,宜先做小面积试验,筛选出防效优良、安全性高的适宜剂量,再进行大面积示范

推广。近年来,40%二甲·辛酰溴 EC 在我国甘肃、新疆、内蒙、宁夏、河北、山西胡麻主产区得到大面积推广应用,取得了显著的经济和社会效益,30%辛酰溴苯腈 EC 因其更高的安全性在甘肃省胡麻主产区也已得到推广应用。

表 6 1 号、2 号胡麻籽中辛酰溴苯腈和二甲四氯的残留量
Table 6 Residual quantity of bromoxynil octanoate and MCPA in flaxseed No.1 and No.2

样品名称 Sample name	二甲四氯峰面积 Peak area of MCPA	二甲四氯残留量 Residual quantity of MCPA mg/kg	辛酰溴苯腈峰面积 Peak area of bromoxynil octanoate	辛酰溴苯腈残留量 Residual quantity of bromoxynil octanoate//mg/kg
基质标样 Stroma standard	721.9		8 882.1	
1 号胡麻籽 Flaxseed No.1	未检出	未检出	未检出	未检出
2 号胡麻籽 Flaxseed No.2			未检出	未检出

3.2 胡麻籽除草剂残留量检测 该研究首次建立了胡麻籽中辛酰溴苯腈、二甲四氯的气相色谱、超高效液相色谱检测方法。针对胡麻籽油脂含量高的特点,样品采用乙腈提取,以有效提取辛酰溴苯腈和二甲四氯,并最大限度地减少油脂的干扰。辛酰溴苯腈和二甲四氯的平均加标回收率分别为 72.5%~75.5% 和 105.5%~111.5%,相对标准偏差分别为 1.50%~2.61% 和 1.10%~5.58%。2 种除草剂的检出限为 0.01 mg/kg,可以满足最大残留限量的要求。该方法具有操作简单、回收率高、精密度好、灵敏度高等特点,完全可以满足农药残留检测的基本要求,可作为检测胡麻籽中辛酰溴苯腈和二甲四氯残留的标准方法。检测结果显示,胡麻籽中辛酰溴苯腈和二甲四氯的残留量均未检出,表明在胡麻苗期施用 40%二甲·辛酰溴 EC 和 30%辛酰溴苯腈 EC 防除胡麻田阔叶杂草是一项有效的无公害防除措施,应在胡麻生产中大面积推广应用。

参考文献

[1] 李增炜.胡麻田化学除草[J].植物保护,1989,15(3):11.
[2] 刘宝森,马铭,魏野畴.藜、反枝苋田间发生密度对胡麻产量损失估测及防治方法的研究[J].杂草学报,1990,4(1):35-37.
[3] 张玉琴,苏子琴.胡麻田草害防除技术研究[J].甘肃农村科技,2000(1):47-48.
[4] 贾永,刘桂枝.胡麻田杂草综合防治技术[J].现代农业,2004(5):10.
[5] 巩亮军,王瑞华.胡麻田化学除草技术[J].山西农业(致富科技版),2008(4):41.
[6] 胡广瑜,化得娟,崔瑾,等.胡麻田除草剂筛选试验初报[J].甘肃农业科

技,2009(12):18-20.
[7] 曹秀霞,张炜,万海霞.胡麻化学除草剂药效试验[J].陕西农业科学,2012,58(2):58-61.
[8] 钱爱萍,曹秀霞,安维太.胡麻田间杂草防除药剂筛选研究[J].安徽农业科学,2013,41(14):6249-6250.
[9] 李爱荣,刘栋,马建富,等.冀西北油用亚麻田杂草调查及化学防控技术研究[J].中国麻业科学,2015(5):250-253.
[10] 刘敏艳,牛树君,胡冠芳,等.4 种除草剂对胡麻田油菜、荞麦和苦荞麦的防除效果[J].中国农学通报,2016,32(30):176-181.
[11] 姜延军,韩菊红,史广亮,等.几种茎叶除草剂在胡麻田适宜施用剂量筛选[J].吉林农业,2016(12):72-73.
[12] 赵慧宇,薄瑞,薛佳莹,等.高效液相色谱-串联质谱法同时测定小麦中 2 甲 4 氯残留[J].农药学报,2010,12(1):105-108.
[13] 傅强,杨仁斌,徐浩然,等.固相萃取-高效液相色谱法测定甘蔗和土壤中二甲四氯的残留量[J].湖南农业大学学报(自然科学版),2011,37(5):554-557.
[14] 梁林,潘金菊,刘伟.超高效液相色谱-串联质谱法同时测定玉米及土壤中烟嘧磺隆和 2 甲 4 氯残留[J].农药学报,2012,14(6):659-663.
[15] 吴晓峰,欧晓明,金晨钟,等.固相萃取-高效液相色谱-串联质谱法检测稻田中硝磺草酮和 2 甲 4 氯钠残留[J].农药学报,2017,19(1):53-60.
[16] 邹静,侯志广,王思威,等.气相色谱法同时测定玉米中辛酰溴苯腈和 2,4-滴丁酯的残留[J].农药,2009,48(11):831-832.
[17] 陈柏.气相色谱法同时测定玉米中氯氟吡氧乙酸和辛酰溴苯腈残留[J].农药,2014,53(7):502-503.
[18] 廖丽萍,肖爱平,冷鹏,等.胡麻籽中溴氰菊酯残留的气相色谱检测[J].农药,2015,54(3):204-206.
[19] 廖丽萍,肖爱平,冷鹏,等.胡麻籽中高效氯氟菊酯残留的检测方法研究[J].中国麻业科学,2015,37(4):189-193.
[20] 谭阳阳,郑永杰,赵琪,等.气相色谱法测定有机亚麻中的农药残留[J].齐齐哈尔大学学报,2013,29(1):61-65.
[21] 牛树君,胡冠芳,张新瑞,等.2 种除草剂对胡麻田禾本科杂草的防除及其在胡麻籽中的残留测定[J].农学报,2017,7(1):27-31.

名词解释

扩展总被引频次:指该期刊自创刊以来所登载的全部论文在统计当年被引用的总次数。这是一个非常客观实际的评价指标,可以显示该期刊被使用和受重视的程度,以及在学术交流中的作用和地位。

扩展影响因子:这是一个国际上通行的期刊评价指标,是 E·加菲尔德于 1972 年提出的。由于它是一个相对统计量,所以可公平地评价和处理各类期刊。通常,期刊影响因子越大,它的学术影响力和作用也越大。具体算法为:

扩展影响因子 = $\frac{\text{该刊前 2 年发表论文在统计当年被引用的总次数}}{\text{该刊前 2 年发表论文总数}}$

扩展即年指标:这是一个表征期刊即时反应速率的指标,主要描述期刊当年发表的论文在当年被引用的情况。具体算法为:

扩展即年指标 = $\frac{\text{该期刊当年发表论文在统计当年被引用的总次数}}{\text{该期刊当年发表论文总数}}$

扩展他引率:指该期刊全部被引次数中,被其他刊引用次数所占的比例。