

· 研究论文 ·

## 0.2% 苄嘧磺隆·丙草胺颗粒剂在水稻田中的残留及消解动态

罗俊凯<sup>a</sup>, 黄雪<sup>a</sup>, 龚道新<sup>\*a,b</sup>, 杨丽华<sup>a</sup>

(湖南农业大学 a. 资源环境学院, b. 农业环境保护研究所, 长沙 410128)

**摘要:**采用高效液相色谱(HPLC)法研究了0.2%苄嘧磺隆·丙草胺颗粒剂在稻田环境中的消解动态和最终残留。稻田水、谷壳、稻秆和水稻植株样品用二氯甲烷提取,土壤样品用V(二氯甲烷):V(甲醇)=9:1的混合液提取,糙米样品用V(二氯甲烷):V(甲醇)=7:3的混合液提取后再用二氯甲烷萃取;HPLC法测定。结果表明:当添加水平在0.05~1 mg/kg(或mg/L)时,苄嘧磺隆和丙草胺的平均回收率均在75%~103%之间,相对标准偏差(RSD)为1.6%~13%;苄嘧磺隆和丙草胺的检出限(LOD)均为0.02 mg/L,最小检出量均为 $4.0 \times 10^{-10}$  g,在稻田水中的最低检测浓度(LOQ)均为0.001 mg/L,在稻田土壤中的LOQ均为0.005 mg/kg,在水稻植株、谷壳和糙米中的LOQ均为0.01 mg/kg。在水稻移栽后5~7 d,采用直接撒施法在高剂量(270 kg/hm<sup>2</sup>,其中苄嘧磺隆有效成分为67.5 g/hm<sup>2</sup>,丙草胺有效成分为472.5 g/hm<sup>2</sup>)下施药1次的消解动态试验结果表明:在稻田水、土壤和水稻植株中,苄嘧磺隆的消解半衰期分别为5.06~5.83 d、9.76~11.55 d和4.52~4.82 d,丙草胺的消解半衰期分别为5.94~6.45 d、7.70~9.90 d和4.11~4.89 d。分别按低剂量(180 kg/hm<sup>2</sup>,其中苄嘧磺隆有效成分为45 g/hm<sup>2</sup>,丙草胺有效成分为315 g/hm<sup>2</sup>)和高剂量(270 kg/hm<sup>2</sup>)施药1次,在正常收获期收获的糙米中均未检出苄嘧磺隆和丙草胺残留。

**关键词:**苄嘧磺隆;丙草胺;水稻;残留;消解动态

**DOI:**10.3969/j.issn.1008-7303.2013.06.11

中图分类号:O657.7;S482.4;S481.8

文献标志码:A

文章编号:1008-7303(2013)06-0667-06

## Residue and decline of bensulfuron methyl · pretilachlor 2 g/kg granule in paddy field

LUO Junkai<sup>a</sup>, HUANG Xue<sup>a</sup>, GONG Daoxin<sup>\*a,b</sup>, YANG Lihua<sup>a</sup>

(a. College of Resource and Environment, b. Institute of Agricultural Environmental Protection, Hunan Agricultural University, Changsha 410128, China)

**Abstract:** Field experiments were conducted to study decline and final residue of bensulfuron methyl · pretilachlor 2 g/kg granule in paddy field. Paddy water, chaff, rice straw and rice plant sample were directly extracted with dichloromethane, paddy soil were directly extracted with V(dichloromethane):V(methanol) = 9:1 mixture, brown rice were extracted with V(dichloromethane):V(methanol) = 7:3 mixture and dichloromethane. The residue of pesticides was detected by HPLC. The results showed that when the spiked levels were 0.05 to 1 mg/kg (mg/L), the average recovery of bensulfuron methyl and pretilachlor ranged from 75% to 103% with relative standard deviation of 1.6% - 13%; the limit of

收稿日期:2013-08-09;修回日期:2013-10-01.

作者简介:罗俊凯,男,硕士研究生,E-mail:joocey622@163.com; \*龚道新,通信作者(Author for correspondence),男,教授,主要从事农药残留分析及其生态毒理与环境行为等研究,E-mail:gdx4910@163.com

基金项目:农业部农药残留研究项目(2010H218);广西省南宁市专利新产品产业化重大科技专项(201106055D).

detection(LOD) of bensulfuron methyl and pretilachlor were 0.02 mg/L, the minimum detectable amount were  $4.0 \times 10^{-10}$  g, and the limit of quantification(LOQ) were 0.001 mg/L in paddy water, 0.005 mg/kg in paddy soil, 0.01 mg/kg in rice plant, chaff and brown rice. Decline study was done by spraying with a high dose (270 kg/hm<sup>2</sup>, bensulfuron methyl active ingredient was 67.5 g/hm<sup>2</sup>, pretilachlor methyl active ingredient was 472.5 g/hm<sup>2</sup>) by direct scatter method after rice was transplanted in 5–7 days, and the final residual test carried out with a low dose (180 kg/hm<sup>2</sup>, bensulfuron methyl active ingredient was 45 g/hm<sup>2</sup>, pretilachlor methyl active ingredient was 315 g/hm<sup>2</sup>) and high dose(270 kg/hm<sup>2</sup>). The results showed that the half-lives of bensulfuron methyl were 5.06 to 5.83 days in water, 9.76 to 11.55 days in soil and 4.52 to 4.82 days in plant, and the half-lives of pretilachlor were 5.94 to 6.45 days in water, 7.70 to 9.90 days in soil and 4.11 to 4.89 days in plant. The final residues of bensulfuron methyl and pretilachlor were not detected in normal harvest brown rice.

**Key words:** bensulfuron methyl; pretilachlor; rice; residue; decline study

苄嘧磺隆(bensulfuron methyl)是选择性内吸传导型稻田除草剂,用于水稻田防除1年生及多年生阔叶杂草和莎草科杂草,对禾本科杂草除草效果较差,对小麦、水稻等作物安全性好<sup>[1]</sup>。丙草胺(pretilachlor)是具有高选择性的水稻田专用芽前除草剂,主要用于防除禾本科杂草,用于土壤处理时,可防除稗草、异型莎草、牛毛毡和鸭舌草等稻田杂草<sup>[2]</sup>。

用苄嘧磺隆与丙草胺的复配制剂防除直播稻田杂草具有较好的效果<sup>[3-5]</sup>。有关这2种除草剂的定量分析方法及在稻田环境中的残留检测方法已有很多报道,大多采用液相色谱或气相色谱法<sup>[6-13]</sup>,目前尚未见有关苄嘧磺隆和丙草胺复配制剂在稻田环境中残留消解行为的研究报道。0.2%苄嘧磺隆·丙草胺颗粒剂是由广西乐土生物有限公司研制的复配除草药肥,是用苄嘧磺隆和丙草胺原药与表面活性剂、安全剂、助溶剂等按一定比例与载体肥料和填料相混合制成的,其既有较好的除草效果,又能提供农作物生长所需要的微量元素。为了评价0.2%苄嘧磺隆·丙草胺颗粒剂在稻田使用的安全性,笔者分别在湖南长沙、浙江杭州和广西南宁3地的稻田进行了田间试验,研究了这2种有效成分在稻田环境中的消解动态和最终残留。现将结果报道如下。

## 1 材料与方 法

### 1.1 仪器与药剂

Agilent Technologies 1260 Infinity 型高效液相色谱仪(带紫外检测器,美国安捷伦科技有限公司);TP-220A 电子天平(湘仪天平仪器设备有限公司);SHY-2AS 水浴恒温振荡器(江苏大地自动化仪器厂/环保设备厂);RE-2000A 型旋转浓缩仪(上海亚荣生化仪器厂)。苄嘧磺隆(bensulfuron methyl)和丙草胺(pretilachlor)标准品(纯度均为96.3%)及0.2%苄嘧磺隆·丙草胺颗粒剂(苄嘧磺隆质量

分数为0.025%,丙草胺质量分数为0.175%),均由广西乐土生物有限公司提供。甲醇(色谱纯,分析纯),其余试剂均为分析纯。

### 1.2 田间试验

1.2.1 消解动态试验 分别在长沙、杭州和南宁选取从未施用过苄嘧磺隆和丙草胺的水稻移栽田,于水稻移栽后5~7 d,采用直接撒施法对水稻植株按高剂量270 kg/hm<sup>2</sup>(商品量,其中苄嘧磺隆的有效成分为67.5 g/hm<sup>2</sup>,丙草胺有效成分为472.5 g/hm<sup>2</sup>)施用0.2%苄嘧磺隆·丙草胺颗粒剂;由于水稻植株叶片的阻挡,在采用直接撒施法施药时,药肥并不能充分有效地进入稻田水和土壤中,故另选取同等条件的地块,分别对稻田土壤和水按与水稻植株相同的剂量和方法进行施药。分别在施药后2 h和1、3、5、7、10、14、21、28、35、42 d采集水稻植株、稻田土壤和稻田水。于施药前采集空白对照。每处理小区采集植株不少于1.0 kg,切碎混匀,四分法留样300 g;稻田土壤样品为0~10 cm土层的土壤,每小区不少于10点,“S型”取样,采样量不少于1.0 kg,四分法留300 g;稻田水随机10点取样,总水量1 000 mL,混合均匀后留取500 mL。所有样品在-20℃下保存。

1.2.2 最终残留试验 在供试3地的水稻移栽田,于水稻移栽后5~7 d采用直接撒施法分别按低剂量180 kg/hm<sup>2</sup>(其中苄嘧磺隆有效成分为45 g/hm<sup>2</sup>,丙草胺有效成分为315 g/hm<sup>2</sup>)和高剂量270 kg/hm<sup>2</sup>施用0.2%苄嘧磺隆·丙草胺颗粒剂1次,设3个重复小区,同时设未施药对照小区。每小区面积30 m<sup>2</sup>。在正常收获期分别采集水稻植株、稻谷和稻田土壤(取样深度为0~15 cm)样品。稻田土壤样品每小区不少于10个点,“S型”取样,采样量不少于1.0 kg,四分法留300 g;植株风干后脱粒,四分法留稻秆1.0 kg、稻谷2.0 kg,稻谷用砬谷机将谷壳和

糙米分开,谷壳和糙米分别经植物粉碎机粉碎并过孔径 0.85 mm(20 目)筛,混匀后四分法留样 300 g 左右。

### 1.3 分析方法

1.3.1 样品提取与净化 稻田水:准确量取稻田水样 100.0 mL,置于 250 mL 分液漏斗中,加入 10 g 氯化钠和 0.2 mL 冰乙酸,摇匀后分别用 30、30 和 20 mL 二氯甲烷萃取,合并有机相,在旋转蒸发仪上浓缩至干,用色谱纯甲醇定容至 5.0 mL,待高效液相色谱(HPLC)检测。

稻田土壤:准确称取稻田土壤样品 20.0 g,置于 250 mL 具塞三角瓶中,加入 50 mL  $V$ (二氯甲烷): $V$ (甲醇) = 9:1 的混合液,在恒温振荡器(25 °C)中振荡提取 30 min,抽滤,用 40 mL 二氯甲烷洗涤残渣和抽滤瓶,合并滤液,在旋转蒸发仪上浓缩至干。用色谱纯甲醇定容至 5.0 mL,待 HPLC 检测。

糙米:准确称取糙米样品 10.0 g,置于 250 mL 具塞三角瓶中,加入 50 mL  $V$ (二氯甲烷): $V$ (甲醇) = 7:3 的混合液,恒温振荡(25 °C)提取 30 min,抽滤,用 40 mL 二氯甲烷洗涤残渣和抽滤瓶,合并滤液,在旋转蒸发仪上浓缩至近干。转入已盛有 30 mL 质量分数为 10% 氯化钠溶液的 250 mL 分液漏斗中,依次用 30、30、20 mL 二氯甲烷萃取,合并萃取液,在旋转蒸发仪上浓缩至干,用色谱纯甲醇定容至 5.0 mL,待 HPLC 检测。

谷壳:准确称取谷壳样品 10.0 g,置于 250 mL 具塞三角瓶中,加入 120 mL 二氯甲烷恒温振荡(25 °C)提取 30 min,抽滤,用 40 mL 二氯甲烷洗涤残渣和抽滤瓶,合并抽滤液,在旋转蒸发仪上浓缩至干,用色谱纯甲醇定容至 5.0 mL,待 HPLC 检测。

稻秆和水稻植株:准确称取稻秆或水稻植株样品各 10.0 g,置于 250 mL 具塞三角瓶中,用 100 mL 二氯甲烷恒温振荡提取 60 min,抽滤,用 40 mL 二氯甲烷洗涤残渣和抽滤瓶,合并滤液,在旋转蒸发仪上浓缩至干,用色谱纯甲醇定容至 5.0 mL,待 HPLC 检测。

#### 1.3.2 HPLC 条件

苄嘧磺隆检测条件:150 mm × 4.6 mm  $C_{18}$  不锈钢色谱柱,检测波长 245 nm,流动相为  $V$ (甲醇): $V$ (水) = 60:40,流速 0.5 mL/min,柱温 40 °C,进样量 20  $\mu$ L,检测运行时间 8.0 min 左右。

丙草胺检测条件:150 mm × 4.6 mm  $C_{18}$  不锈钢色谱柱,检测波长 220 nm,流动相为  $V$ (甲醇): $V$ (水) = 75:25,流速 0.5 mL/min,柱温 40 °C,进样量 20  $\mu$ L,检测运行时间 16.5 min 左右。

1.3.3 标准工作曲线的制作 准确称取苄嘧磺隆和丙草胺的标准品各 0.051 9 g(精确到 0.000 1 g),

分别用色谱纯甲醇溶解并定容至 100.0 mL,得到 500.0 mg/L 的苄嘧磺隆或丙草胺的标准母液。采用梯度稀释法,用色谱纯甲醇将 500.0 mg/L 的苄嘧磺隆或丙草胺标准母液配制成质量浓度分别为 0.02、0.05、0.1、0.2、0.5、1 和 2 mg/L 的标准工作溶液,分别在选定的 HPLC 条件下进行检测,外标法定量。以苄嘧磺隆或丙草胺标准工作溶液的质量浓度( $x$ ,mg/L)与其所对应的色谱峰面积( $y$ )分别绘制标准工作曲线。

## 2 结果与分析

### 2.1 标准工作曲线

结果表明,苄嘧磺隆或丙草胺的质量浓度( $x$ )与其所对应的色谱峰面积( $y$ )之间呈良好的线性关系,其线性回归方程分别为  $y = 84.946x - 1.1061$ ,相关系数( $r$ ) = 0.999 9 和  $y = 80.756x - 1.2465$ , $r = 0.9999$ 。

### 2.2 方法的灵敏度、准确度与精密度

在选定的样品前处理方法和色谱条件下,苄嘧磺隆和丙草胺的检出限(LOD)均为 0.02 mg/L,最小检出量均为  $4.0 \times 10^{-10}$  g,在稻田水中的最低检测浓度(LOQ)均为 0.001 mg/L,在稻田土壤中的 LOQ 均为 0.005 mg/kg,在水稻植株、谷壳和糙米中的 LOQ 均为 0.01 mg/kg。用未施用过苄嘧磺隆或丙草胺的稻田水、土壤、水稻植株、谷壳和糙米样品(空白对照)分别进行了 3 个添加水平(0.05、0.5、1 mg/kg 或 mg/L)的添加回收试验,每个水平重复 5 次。用本研究所建立的方法进行提取、净化和测定,所得结果见表 1。可以看出:在不同样品中,苄嘧磺隆的平均回收率为 76% ~ 103%,相对标准偏差( $RSD$ )为 1.6% ~ 13%;丙草胺的平均回收率为 75% ~ 98%, $RSD$  为 2.0% ~ 10%。符合农药残留量分析与检测技术要求<sup>[14]</sup>。

### 2.3 消解动态和最终残留

2.3.1 消解动态 三地的试验结果表明:0.2% 苄嘧磺隆·丙草胺颗粒剂施用于稻田后,其有效成分苄嘧磺隆和丙草胺在稻田水、稻田土壤和水稻植株中均消解较快。

在稻田水中,苄嘧磺隆和丙草胺的残留量均随着时间的延长而逐渐减少。苄嘧磺隆在稻田水中的原始沉积量为 0.139 ~ 0.208 mg/L,施药 7 d 后其消解率达 61% 以上,21 d 时达 91% 以上,消解半衰期在 5.06 ~ 5.83 d 之间;丙草胺在稻田水中的原始沉积量为 1.392 ~ 1.747 mg/L,施药 7 d 时消解率达 65% 以上,21 d 时达 93% 以上,消解半衰期在 5.94 ~ 6.45 d 之间。

表 1 苄嘧磺隆和丙草胺在不同样品中的添加回收率( $n=5$ )Table 1 Recoveries of bensulfuron methyl and pretilachlor in various samples( $n=5$ )

样品 Sample	添加水平 Spiked levels/ (mg/kg)	苄嘧磺隆 bensulfuron methyl		丙草胺 pretilachlor	
		平均回收率 Average recovery/%	相对标准偏差 RSD/%	平均回收率 Average recovery/%	相对标准偏差 RSD/%
稻田水 Paddy water	0.05 *	103	3.2	75	3.6
	0.5 *	97	2.4	77	3.2
	1 *	97	1.7	81	2.0
稻田土壤 Paddy soil	0.05	90	6.5	85	4.5
	0.5	98	13	83	3.7
	1	95	7.0	79	6.0
稻秆 Rice straw	0.05	83	10	83	6.3
	0.5	93	2.4	84	8.8
	1	78	8.2	80	9.5
水稻植株 Rice plant	0.05	78	8.6	82	8.0
	0.5	86	6.8	79	10
	1	90	5.1	77	7.5
谷壳 Chaff	0.05	76	8.1	89	6.5
	0.5	80	6.9	80	8.1
	1	89	3.2	84	5.9
糙米 Brown rice	0.05	89	1.6	98	4.8
	0.5	92	2.8	84	3.2
	1	95	4.0	83	2.9

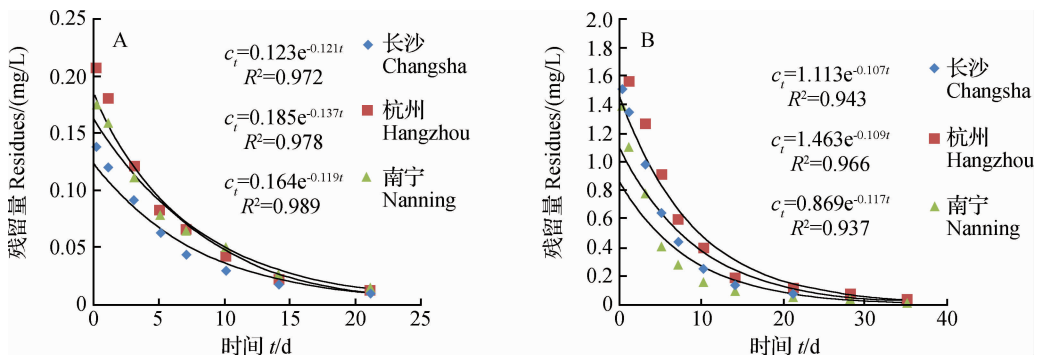
注: \* 表示稻田水中的添加水平的单位为 mg/L。Note: \* Indicating that spiked level unit of paddy water is mg/L.

在稻田土壤中,施药后 2 h ~ 5 d 期间苄嘧磺隆和丙草胺的残留量逐渐增加,到第 5 天时达最大值,之后则逐渐降低。这是由于该药肥施用后需先溶解到水中,之后才进入稻田土壤中,再经历土壤的沉淀、吸附及降解等过程,因此其在土壤中的积累需要一定的时间。施药后 14 d 时,苄嘧磺隆在稻田土壤中的消解率达 47% 以上,21 d 时其残留量已低于其 LOQ(0.005 mg/kg),其消解半衰期在 9.76 ~ 11.55 d 之间;施药后 14 d 时,丙草胺在稻田土壤中的消解率达 50% 以上,28 d 时消解率达 84% 以上,其消解半衰期在 7.70 ~ 9.90 d 之间。

在水稻植株中,施药后 2 h ~ 1 d 期间苄嘧磺隆的残留量逐渐增加,到第 1 天时达最大值,之后则逐

渐降低,而丙草胺的残留量则逐渐减少。其原因可能是药肥受植株上水分的作用可溶化并粘附在植株上,从而增加了苄嘧磺隆和丙草胺在植株上的残留量,但由于施药时气温较高,水分蒸发很快,丙草胺在少量水分存在时即可溶化而逐渐消解,而苄嘧磺隆则需要相对较长的时间。施药后 7 d 时,苄嘧磺隆和丙草胺在水稻植株中的消解率分别为 58% 以上和 54% 以上,21 d 时均达 96% 以上,其消解半衰期分别在 4.52 ~ 4.82 d 之间和 4.11 ~ 4.89 d 之间。

苄嘧磺隆和丙草胺在稻田水、稻田土壤和水稻植株中的残留量( $c$ , mg/kg)与施药后的取样时间( $t$ , d)之间呈较明显的负指数关系,可用一级化学反应动力学方程式  $c_t = c_0 e^{-kt}$  来拟合数据,其消解曲线见图 1 ~ 图 3。



A. 苄嘧磺隆 bensulfuron methyl; B. 丙草胺 pretilachlor

图 1 苄嘧磺隆和丙草胺在稻田水中的消解动态曲线

Fig. 1 Dynamic curves of bensulfuron methyl and pretilachlor in paddy water

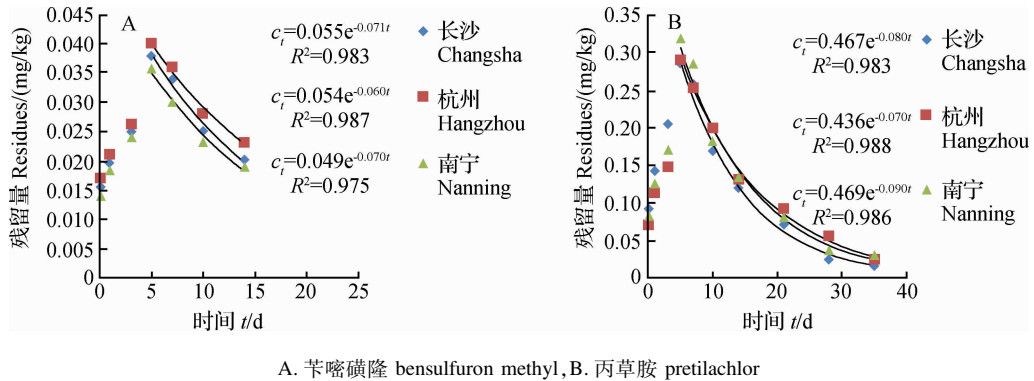


图2 苄嘧磺隆和丙草胺在稻田土壤中的消解动态曲线

Fig. 2 Dynamic curves of bensulfuron methyl and pretilachlor in paddy soil

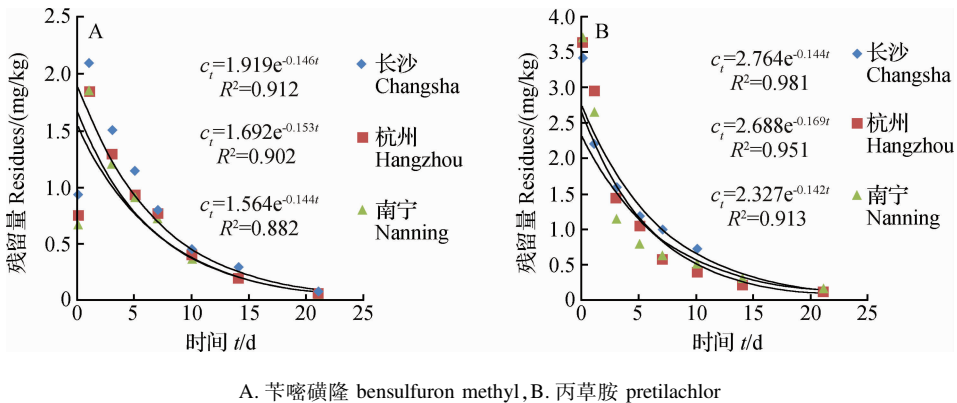


图3 苄嘧磺隆和丙草胺在水稻植株中的消解动态曲线

Fig. 3 Dynamic curves of bensulfuron methyl and pretilachlor in rice plant

2.3.2 最终残留 试验结果表明:在3个试验点的水稻正常收获期,低剂量施药时,苄嘧磺隆和丙草胺在稻田土壤中的残留量分别在ND~0.172 mg/kg之间和ND~0.113 mg/kg之间(ND表示未检出,即残留量低于苄嘧磺隆或丙草胺在土壤中的LOQ(0.005 mg/kg),高剂量施药时,其残留量则分别在ND~0.264 mg/kg之间和ND~0.173 mg/kg之间;在正常收获期采集的稻秆、谷壳和糙米中也均未检测出苄嘧磺隆或丙草胺残留,即其残留量均低于其相应的LOQ(0.01 mg/kg)。

### 3 结论与讨论

目前有关苄嘧磺隆和丙草胺的检测方法已有相关报道,但尚未见对其进行同时检测的报道。笔者本想通过摸索高效液相色谱的检测条件,以实现同时检测苄嘧磺隆和丙草胺的目的,但研究发现,对这2种药剂,既不能同时满足峰型好和灵敏度高的要求,也不能同时避免杂质峰的重叠,故本研究采用了不同的色谱条件对其进行分析与检测。通过对稻田样品前处理方法的优化,同样达到了使用同种方法

对苄嘧磺隆和丙草胺进行提取、净化的目的。该方法前处理步骤较为简单,杂质干扰少,重复性好,准确度、精密度均能满足农药残留量分析与检测的技术要求,从而实现了苄嘧磺隆和丙草胺复配剂在稻田环境中残留行为的研究。

在长沙、杭州和南宁所进行的消解动态试验结果表明:0.2%苄嘧磺隆·丙草胺颗粒剂施用于水稻田后,其有效成分苄嘧磺隆和丙草胺在稻田水、稻田土壤和水稻植株中的消解均较快,表明其属于较易降解农药。由于各地水稻田所处的气候条件、土壤类型和施药时期等因素不同,以及2种农药在稻田水、稻田土壤和水稻植株中的降解机理的差异性,导致其在3地稻田水、稻田土壤和水稻植株中的消解速率不尽相同,而且在水稻植株中的消解速率比在稻田水和稻田土壤中的稍快。

目前我国制定的苄嘧磺隆和丙草胺在大米中的MRL值分别为0.05和0.10 mg/kg<sup>[15]</sup>,本研究结果表明,用0.2%苄嘧磺隆·丙草胺颗粒剂按低剂量(180 kg/hm<sup>2</sup>)和高剂量(270 kg/hm<sup>2</sup>),采用直接撒施法于水稻移栽5~7 d时施药1次,在正常收获期

收获水稻,在其糙米中均未检测出苄嘧磺隆和丙草胺的残留(低于 LOQ 0.01 mg/kg),表明其残留量低于我国制定的苄嘧磺隆和丙草胺在大米中的 MRL 值。

## 参考文献(Reference):

- [1] 陈锡岭,李广领,孙凡彬,等.磺酰脲类除草剂对玉米的安全性及在土壤中降解动态研究[J].河南农业科学,2005(5):42-45.  
CHEN Xiling, LI Guangling, SUN Fanbin, *et al.* Studies on safety of sulfonylurea herbicides to maize and degradation dynamics in soil[J]. *J Henan Agric Sci*, 2005(5):42-45. (in Chinese)
- [2] 陈业玉,徐海松.水稻田几种常见化学除草剂特点及应用技术[J].安徽农学通报,2010,16(9):110-111.  
CHEN Yeyu, XU Haisong. Several common chemical herbicides features and application technology in paddy fields[J]. *Anhui Agric Sci Bull*, 2010, 16(9):110-111. (in Chinese)
- [3] 余建邦,李平,肖建桥,等.30%苄嘧磺隆·丙草胺可湿性粉剂防除水稻直播田杂草药效试验[J].现代农业科技,2009(5):100-102.  
YU Jianbang, LI Ping, XIAO Jianqiao, *et al.* Efficacy trials of 30% bensulfuron-methyl·pretilachlor WP control weed in rice live[J]. *Mod Agric Sci Technol*, 2009(5):100-102. (in Chinese)
- [4] 司兆胜,王春荣,胡亚军,等.25%苄嘧·丙草胺可湿性粉剂防治水稻移栽田杂草效果研究[J].现代农业科技,2011(15):171-172.  
SI Zhaosheng, WANG Chunrong, HU Yajun, *et al.* Control weeds research of 25% bensulfuron·pretilachlor WP in rice field[J]. *Mod Agric Sci Technol*, 2011(15):171-172. (in Chinese)
- [5] 颜春妹,陆爽.30%丙草胺·苄嘧磺隆 WP 防除直播水稻田杂草试验简报[J].上海农业科技,2010(5):139,111.  
YAN Chunmei, LU Shuang. Control weeds briefing of 30% pretilachlor·bensulfuron-methyl WP in the broadcast field[J]. *Shanghai Agric Sci Technol*, 2010(5):139,111. (in Chinese)
- [6] 石国荣,刘惠言,姜辉霞,等.高效液相色谱法分析复配除草剂中苄嘧磺隆和丁草胺[J].精细化工中间体,2003,33(1):52-55.  
SHI Guorong, LIU Huiyan, JIANG Huixia, *et al.* Separation and determination of bensulfuron and butachlor by high performance liquid chromatography[J]. *Fine Chem Int*, 2003, 33(1):52-55. (in Chinese)
- [7] 岳霞丽,张新萍,董元彦.固相萃取-高效液相色谱法测定水体中苄嘧磺隆的残留[J].光谱实验室,2006,23(2):321-323.  
YUE Xiali, ZHANG Xinping, DONG Yuanyan. Determination of bensulfuron-methyl residues in water by high performance liquid chromatography with solid phase extraction[J]. *Chin J Spectroscopy Lab*, 2006, 23(2):321-323. (in Chinese)
- [8] 杨丽华,龚道新,唐晶,等.高效液相色谱法同时测定稻田中苄嘧磺隆和苯噻酰草胺残留[J].色谱,2012,30(1):71-75.  
YANG Lihua, GONG Daoxin, TANG Jing, *et al.* Simultaneous determination of bensulfuron-methyl and mefenacet residues in paddy field using high performance liquid chromatography[J]. *Chin J Chromatogr*, 2012, 30(1):71-75. (in Chinese)
- [9] 杨俊,王文辉,王齐,等.超高效液相色谱-串联质谱法测定稻田水体中的甲磺隆、苄嘧磺隆残留[J].质谱学报,2011,32(3):176-180.  
YANG Jun, WANG Wenhui, WANG Qi, *et al.* Determination of metsulfuron-methyl and bensulfuron-methyl in paddyfield water by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. *J Chin Mass Spectrometry Soc*, 2011, 32(3):176-180. (in Chinese)
- [10] 张燕,李洁,邓继珠.500g/L 丙草胺水乳剂的气相色谱分析[J].现代农药,2008,7(6):32-33.  
ZHANG Yan, LI Jie, DENG Jizhu. Analysis method of 500 g/L pretilachlor EW by GC[J]. *Mod Agrochem*, 2008, 7(6):32-33. (in Chinese)
- [11] 侯红敏,刘惠敏,吴萍.丙草胺在稻田生态系统中的残留分析方法[J].现代农药,2011,10(3):36-38.  
HOU Hongmin, LIU Huimin, WU Ping. Analytical method for pretilachlor residue in ecosystem of paddy field[J]. *Mod Agrochem*, 2011, 10(3):36-38. (in Chinese)
- [12] 高如瑜,赵静辉.苄嘧磺隆和乙草胺混剂液相色谱分析[J].农药,1997,36(12):24-25.  
GAO Ruyu, ZHAO Jinghui. Determination of bensulfuron and acetochlor mixed powder by high performance liquid chromatography[J]. *Pesticides*, 1997, 36(12):24-25. (in Chinese)
- [13] 陈小军,程东美,徐汉虹,等.丁草胺在水稻上的降解动态与残留分析[J].华中农业大学学报,2009,28(3):286-290.  
CHEN Xiaojun, CHENG Dongmei, XU Hanhong, *et al.* Degradation dynamics and residues analysis of butachlor in rice plant[J]. *J Huazhong Agric Univ*, 2009, 28(3):286-290. (in Chinese)
- [14] 张志恒.农药合理使用规范和最高残留限量标准[M].北京:化学工业出版社,2007:212.  
ZHANG Zhiheng. Specification and Maximum Residue Limits of Pesticides[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2007:212. (in Chinese)
- [15] GB 2763—2012.食品中农药最大残留限量[S].北京:中华人民共和国农业部,2012.  
GB 2763—2012. Maximum residue limits for pesticides in food[S]. Beijing: Ministry of Agriculture of the People's Republic of China, 2012. (in Chinese)

(责任编辑:金淑惠)