

QuEChERS-超高效液相色谱串联质谱法测定噻虫嗪在芥菜叶和芥菜根中的残留和消解动态研究

陈莉*, 王东, 刘冰洁, 贾春虹, 余革中, 赵尔成, 贺敏, 靖俊杰
(北京市农林科学院植物保护环境保护研究所, 北京 100097)

摘要: **目的** 建立 QuEChERS-超高效液相色谱串联质谱(ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS)测定芥菜叶和芥菜根中噻虫嗪残留的分析方法, 并研究田间试验条件下噻虫嗪在芥菜叶和芥菜根中的残留及消解动态。**方法** 样品经乙腈涡旋提取, QuEChERS(Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, Safty)方法净化后, 采用 UPLC-MS/MS 测定, 外标法定量分析。**结果** 噻虫嗪在 0.002~1.0 mg/L 范围内线性关系良好, 相关系数 $r=0.9999$, 方法检出限(limit of detection, LOD, $S/N=3$)为 0.001 mg/kg, 定量限(limit of quantitation, LOQ)为 0.005 mg/kg。在 0.005、0.1、1.0 mg/kg 的添加水平下, 噻虫嗪在芥菜叶中的回收率为 81%~111%, 相对标准偏差为 2%~10%; 噻虫嗪在芥菜根中的回收率为 70%~104%, 相对标准偏差为 2%~10%。测得噻虫嗪在芥菜叶和芥菜根上残留量分别为 <0.005~1.56 mg/kg 和 0.005~0.16 mg/kg, 小于中国规定的最大残留限量(maximum residue limit, MRL)5 mg/kg(芥菜叶)和 0.3 mg/kg(芥菜根)。在芥菜上使用噻虫嗪, 有效剂量为 30 g a.i./hm², 施药 2 次时, 不会造成其在芥菜叶和芥菜根中残留超标的风险。**结论** 该方法简单、准确、实用性强, 适用于芥菜叶和芥菜根中噻虫嗪的定量分析。

关键词: 噻虫嗪; 芥菜; 超高效液相色谱串联质谱法; 残留

Determination of thiamethoxam in mustard leaf and mustard root by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography tandem mass spectrometry and research its degradation dynamics

CHEN Li*, WANG Dong, LIU Bing-Jie, JIA Chun-Hong, YU Ping-Zhong,
ZHAO Er-Cheng, HE Min, JING Jun-Jie

(Institute of Plant Protection and Environmental Protection, Beijing Academy of Agricultural and Forestry Sciences, Beijing 100097, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for determination of thiamethoxam residues in mustard by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC/MS/MS), and conduct the residues and decline dynamics of thiamethoxam in mustard field by field experiments. **Methods** The mustard leaf and mustard root samples were extracted with acetonitrile and purified by QuEChERS (quick, easy, cheap, effective,

基金项目: 农业行业标准制定和修订(农产品质量安全)项目、国家重点研发计划项目(2017YFD0800900, 2017YFD0201700)

Fund: Supported by the Standard Formulation and Revision of Agricultural Industry (Agricultural Products Quality and Safety) and Projects of China and the National Key Research and Development Program of China (2017YFD0800900, 2017YFD0201700)

*通讯作者: 陈莉, 副研究员, 主要研究方向为农产品质量安全与风险评价。E-mail: chenli517@126.com

*Corresponding author: CHEN Li, Associate Professor, Institute of Plant Protection and Environmental Protection, Beijing Academy of Agricultural and Forestry Sciences, Beijing 100097, China. E-mail: chenli517@126.com

rugged, safety), detected by UPLC/MS/MS, and quantified by external standard method. **Results** When the concentration was in the range of 0.002 to 1.0 mg/L, the linear relationship of thiamethoxam was good, the linear correlation coefficient was 0.9999, the limit of detection (LOD, $S/N=3$) was 0.001 mg/kg, the limits of quantitation (LOQs) in those samples were 0.005 mg/kg. The recoveries of thiamethoxam in mustard leaf and mustard root samples at three spiked levels of 0.005, 0.1 and 1.0 mg/kg were ranged from 81% to 111%, 70% to 104%, and the relative standard deviation were 2%–10%. The residues of thiamethoxam in mustard leaf and mustard root were <0.005–1.56 mg/kg and 0.005–0.16 mg/kg, respectively, which was less than the maximum residue limit (MRL) of 5 mg/kg (mustard leaf) and 0.3 mg/kg (mustard root) stipulated in China. When thiamethoxam was used in the mustard field at the dose of 30 g a.i./hm² for 2 times, it would not cause the risk of excessive residue in mustard leaf and mustard root. **Conclusions** This method is simple, accurate and practical, which is suitable for quantitative analysis of thiamethoxam in mustard leaf and mustard root.

KEY WORDS: thiamethoxam; mustard; ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; residue

1 引言

芥菜(*Brassica juncea* L.)是原产我国的十字花科芸薹属重要蔬菜,主要包括榨菜(茎瘤芥)、冬菜(大叶芥)、雪菜(分蘖芥)、大头菜(根芥)、芽菜(小叶芥)、儿菜(抱子芥)、棒菜(笋子芥)、包心芥菜(结球芥)、酸菜(宽柄芥)等,芥菜在我国种类繁多,在漫长的进化及栽培过程中,形成了根、茎、叶、薹 4 大类 16 个变种以及众多的变异类型,在全国各地均有栽培,但以西南、华中、华东、华南的 15 个省市区分布最为集中。目前,全国芥菜年栽培面积已达 10000 公顷以上,在蔬菜产业及人民日常生活中占有十分重要的地位^[1]。目前,芥菜上的蚜虫主要采用噻虫嗪、啉虫脲等药剂防治。

噻虫嗪(thiamethoxam)是第 2 代新烟碱类高效杀虫剂,1991 年由诺华公司开发。可选择性抑制昆虫中枢神经系统烟酸乙酰胆碱酯酶受体,进而阻断昆虫中枢神经系统的正常传导,造成害虫出现麻痹机时死亡。不仅具有触杀、胃毒、内吸活性,而且具有更高的活性、更好的安全性、更广的杀虫谱及作用速度快、持效期长等特点,在许多国家的多种作物体系广泛使用^[2]。噻虫嗪对哺乳动物毒性较低,但对蜜蜂毒性较高^[3],有研究表明亚致死浓度的噻虫嗪能够抑制蜜蜂免疫相关基因的表达^[4]。Wang 等^[5]研究了噻虫嗪暴露 28 d 对丽斑麻蜥(*Eremias argus*)内分泌紊乱的影响,发现噻虫嗪可能导致雄性蜥蜴雄激素缺乏,同时,在雌性蜥蜴中,噻虫嗪增加了卵巢 *hsd17β* 基因的表达,导致血浆睾酮水平升高,肝脏雄激素受体表达上调。因此,噻虫嗪的健康风险和生态安全问题引起了人们的广泛关注。

噻虫嗪的检测方法主要有气相色谱法^[6]、气相色谱质谱法^[7]、液相色谱法^[8,9]、液相色谱质谱法^[10-13]等,新烟碱类农药的残留行为也有一些研究^[14-16],但目前尚未见芥菜中噻虫嗪检测方法和残留动态的报道。因此,

本研究建立了 QuEChERS(Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, Safty)前处理结合超高效液相色谱串联质谱法(ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS)测定芥菜叶和芥菜根中噻虫嗪残留量的方法,方法简单快速,提取净化一步完成,节省了溶剂;同时研究了田间条件下 25%噻虫嗪水分散粒剂在芥菜上的残留动态及残留水平,并对残留风险进行了评估。以期对噻虫嗪在芥菜上的合理使用提供科学依据。

2 材料与方法

2.1 试剂与仪器

噻虫嗪标准品(CAS 号: 153719-23-4, 纯度≥99.3%, 北京 Sigma-Aldrich 公司), 结构式见图 1; Waters Acquity UPLC Xevo TQD 超高压液相色谱-质谱联用仪(美国 Waters 公司); TDZ5-WS 台式低速离心机(湖南湘仪实验室仪器开发有限公司); HZ1650-W 微量台式离心机(昆山仪器设备公司); 2094 型均质机(丹麦 FOSS 集团); JY2002 型 1/100 电子天平(0~200 g, 上海舜宇恒平科学仪器有限公司); ME155DU 型 1/10 万电子天平(0~42.5 g, 上海梅特勒-托利多仪器有限公司), 甲酸、乙腈(色谱纯, 德国 Merck 公司); 无水硫酸镁、氯化钠(分析纯, 北京格瑞恩科技发展有限公司); 艾杰尔 MAS-Q 净化离心管(2 mL, PSA 25 mg, C₁₈ 25 mg, PC 25 mg, MgSO₄ 150 mg, 天津博纳艾杰尔科技有限公司); 实验所用水均为 Milli-Q 超纯水。

芥菜品种: 本试验均为根芥菜, 芥菜品种北京为光头芥菜, 黑龙江为小花缨。

2.2 田间试验设计

消解动态试验安排在北京和黑龙江进行。试验设置高剂量、低剂量、消解动态试验区, 并且均设空白对照区。试验小区面积为 30 m², 每个处理重复 3 次, 处理间随机排

列, 各小区之间设置保护行。试验设计参照 NY/T 788-2004 《农作物中农药残留试验准则》^[17]进行。

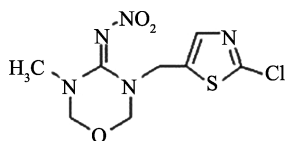


图 1 噻虫嗪的结构式

Fig.1 Structural formula of thiamethoxam

2.2.1 消解动态

芥菜消解动态试验小区 30 m², 另设清水喷雾对照区, 处理间设保护隔离区。芥菜长至芥菜 6 片真叶时施药, 施药剂量为 45 g a.i./hm²(制剂 12 g/亩), 兑水喷雾全株, 每亩用水量为 40~60 L, 分别于施药后 2 h、1、3、7、10、14、21 d, 在小区内用随机的方式, 视芥菜植株的大小, 每次每小区采集 10 株以上生长正常的芥菜地上部分(不少于 1 kg), 去除明显腐坏、萎蔫、枯老的叶片, 装入样本容器中包扎妥当带回实验室处理。

2.3 样品制备

菜叶样本的制备: 将田间采集的芥菜叶样本用不锈钢刀切成 1 cm 左右的小段, 在不锈钢盆里充分混匀, 用四分法缩分样品, 分取 2 份 150 g 的样品, 分别装入封口样品容器中, 贴好标签, 放入-20 °C 低温冰柜中贮存。

芥菜根样本的制备: 将田间采集的芥菜块根样本用干净的纸擦去泥土, 用不锈钢刀切成 4 块, 取不相邻的 2 块切碎成 1 cm 左右的小块, 在不锈钢盆里充分混匀, 用四分法缩分样品, 分取 2 份 150 g 的样品, 分别装入封口样品容器中, 贴好标签, 放入-20 °C 低温冰柜中贮存。

2.4 分析检测方法

2.4.1 样品提取与净化

采用 QuEChERS 方法提取, 芥菜叶或芥菜根样品放入均质机中完全打碎并混合均匀, 然后准确称取 10.0 g 样品至 50 mL 塑料离心管中, 加入 20 mL 乙腈, 涡旋提取 3 min, 然后加入 3 g 氯化钠, 涡旋 2 min, 在 4500 r/min 转速下离心 5 min, 取上清液至 2 mL 含有填料(含 150 mg MgSO₄+25 mg PSA+25 mg C₁₈+25 mg PC)的净化管中, 涡旋 1 min 后, 在 12000 r/min 转速下离心 4 min, 取上清液过 0.22 μm 滤膜进入进样瓶, 待测。

2.4.2 仪器条件

色谱条件: 色谱柱为 ACQUITY UPLC HSS T3 (2.1 mm×100 mm, 1.8 μm); 流动相为乙腈(A)-0.1%甲酸水溶液(B); 流速为 0.2 mL/min; 柱温为 40 °C; 进样量为 3 μL; 梯度洗脱程序为: 0~3.0 min, 10%A 线性增加到 90%A; 3.0~4.0 min, 保持 90%A; 4.0~4.2 min, 90%A 线性降低到 10%A; 4.2~5.2 min, 保持 10%A。

质谱条件: 电喷雾离子源(ESI), 正离子扫描模式; 检测方式为多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM); 毛细管电压为 3.5 kV; 去溶剂气温度为 400 °C; 源温度为 150 °C; 去溶剂气流速为 750 L/h; 锥孔反吹气流速为 50 L/h; 碰撞气流速为 0.15 mL/min; 维持碰撞池压力约为 330 Pa; 在此质谱条件下, 噻虫嗪的分子离子质量数为 291.7, 定量离子质量数为 210.9, 定性离子质量数为 180.9。具体的质谱参数见表 1。

表 1 噻虫嗪的质谱参数

Table 1 Mass spectrometric parameters of thiamethoxazine

农药	定性离子对 (<i>m/z</i>)	定量离子对 (<i>m/z</i>)	锥孔电压 /V	碰撞电压 /V
噻虫嗪	291.7/210.9	291.7/210.9	20	16
	291.7/180.9		20	24

2.5 标准溶液配制

分别移取一定量 100 μg/mL 的噻虫嗪标准母液, 以色谱乙腈为溶剂, 配制浓度为 10 μg/mL 的标准溶液。移取一定量 10 μg/mL 混合标准工作溶液, 用乙腈稀释配制浓度为 0.002、0.005、0.01、0.02、0.05、0.1、0.2、0.5、1.0 μg/mL 的标准溶液系列。将噻虫嗪标准中间溶液用芥菜叶或芥菜根空白提取液稀释成质量浓度为 0.005、0.01、0.05、0.1、0.5、1.0 μg/mL 系列的基质匹配标准溶液, 经 2.4.2 色谱和质谱条件测定。

2.6 数据分析

采用 Microsoft Excel 2010 对数据进行标准偏差与回归分析。采用一级动力学方程 $C_t = C_0 e^{-kt}$ 和 $T_{1/2} = \ln 2/k$ 计算噻虫嗪的半衰期。其中 C_t 表示农药在 t 时间的浓度, C_0 表示初始浓度, k 是速率常数, $T_{1/2}$ 是半衰期。

3 结果与分析

3.1 线性关系

以噻虫嗪质量浓度为横坐标, 定量离子峰面积为纵坐标绘制溶剂标准曲线。结果表明在 0.002~1.0 μg/mL 浓度范围内, 呈现出较好的线性关系。噻虫嗪的线性方程为: $Y = 31333X + 45.745$, 相关系数为: $r = 0.9999$, 其中 X 为噻虫嗪质量浓度, Y 为噻虫嗪定量离子峰面积的积分值。采用空白样品基质提取液配制一系列不同浓度的标准溶液, 以噻虫嗪质量浓度为横坐标, 噻虫嗪定量离子的峰面积的积分值为纵坐标, 绘制基质匹配标准曲线。噻虫嗪芥菜叶基质匹配标准曲线方程为: $Y = 44348X + 659.75$, 相关系数为: $r = 0.9999$; 噻虫嗪芥菜根基质匹配标准曲线方程为: $Y = 41038X + 24.902$, 相关系数为: $r = 0.9999$, 其中 X 为噻虫嗪质量浓度, Y 为噻虫嗪定量离子峰面积积分值。基质匹配

标准溶液现配现用。本实验采用以下等式计算基质效应的影响, $ME=(M_{\text{基质}}-M_{\text{溶剂}})/M_{\text{溶剂}}\times 100\%$, 其中 ME 表示基质的影响, $M_{\text{基质}}$ 和 $M_{\text{溶剂}}$ 是基质匹配标准曲线和溶剂标准曲线的斜率^[18]。本实验芥菜叶的基质影响为 41.5%, 芥菜根的基质影响为 30.9%。因此, 为消除或减小基质效应的影响, 采用基质匹配标准曲线定量。

3.2 添加回收率与检出限

分别在空白芥菜叶和芥菜根样本中添加不同浓度的噻虫嗪标准溶液, 添加浓度为 0.005、0.1、1.0 mg/kg, 进行添加回收实验, 每个添加浓度做 5 个样品, 同时配制芥菜叶和芥菜根的基质匹配标准溶液, 利用基质匹配标准曲线定量, 芥菜叶中噻虫嗪回收率范围为 81%~111%, 标准偏差为 2%~10%; 芥菜根中噻虫嗪回收率范围为 70%~104%, 标准偏差为 2%~10%, 见表 2。噻虫嗪标准(浓度 0.1 mg/kg)、芥菜叶添加(添加浓度 0.1 mg/kg)、芥菜根添加(添加浓度 0.1 mg/kg)UPLC/MS/MS 谱图见图 2~4。

方法检出限(limit of detection, LOD)为 0.001mg/kg, 定量限(limit of quantitation, LOQ)为 0.005 mg/kg, 大于等于 10 倍信噪比, 为添加回收率满足 70%~110%的最低添加浓度。

表 2 芥菜叶和芥菜根中噻虫嗪的添加回收率($n=5$)

Table 2 Fortified recovery of thiamethoxam for mustard leaf and mustard root ($n=5$)

添加浓度 (mg/kg)	回收率/%						RSD /%	
	1	2	3	4	5	平均值		
芥菜叶	0.005	106	93	99	96	81	95	10
	0.1	103	111	105	108	101	105	4
	1.0	103	102	98	102	100	101	2
芥菜根	0.005	88	74	86	70	82	80	10
	0.1	93	95	96	96	98	95	2
	1.0	102	97	99	104	103	101	3

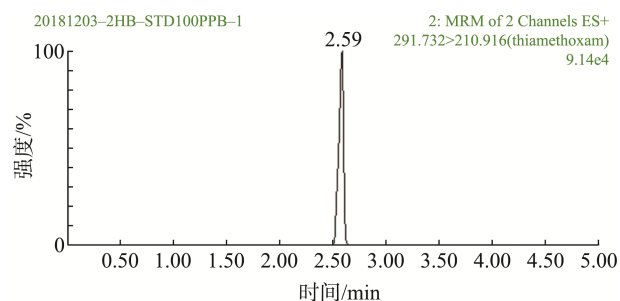


图 2 噻虫嗪标准谱图(0.1 mg/mL)

Fig.2 Chromatogram of thiamethoxam standard at 0.1 mg/mL

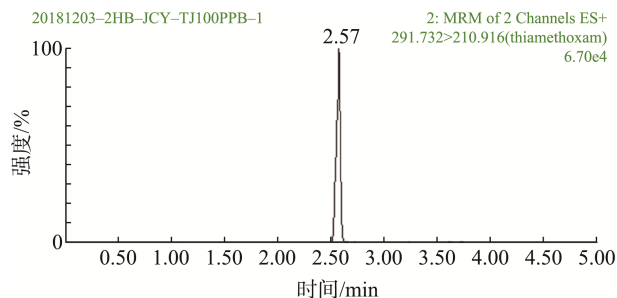


图 3 噻虫嗪芥菜叶添加谱图(0.1 mg/kg)

Fig.3 Chromatogram of thiamethoxam spiked at 0.1 mg/kg in mustard leaf

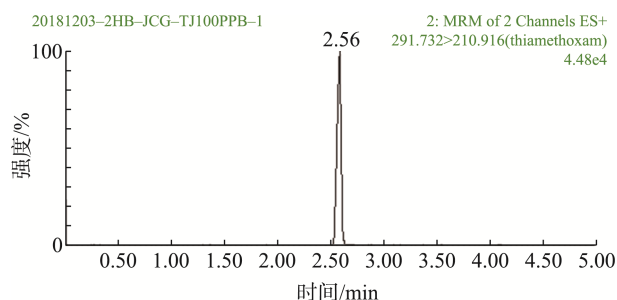


图 4 噻虫嗪芥菜根添加谱图(0.1 mg/kg)

Fig.4 Chromatogram of thiamethoxam spiked at 0.1 mg/kg in mustard root

3.3 噻虫嗪在芥菜叶上的消解动态

北京试验点, 噻虫嗪在芥菜叶上的原始沉积量为 3.74 mg/kg, 施药后 10 d 消解率达 97.9%, 消解方程为 $C=3.3513e^{-0.380t}$, $R^2=0.9842$, 半衰期 $T_{1/2}=1.8$ d。黑龙江试验点, 噻虫嗪在芥菜叶上的原始沉积量为 2.59 mg/kg, 施药后 7 d 消解率达 96.8%, 消解方程为 $C=1.8538e^{-0.439t}$, $R^2=0.9576$, 半衰期 $T_{1/2}=1.6$ d。噻虫嗪芥菜叶上的降解比较快, 在北京和黑龙江的降解速率一致(见图 5)。

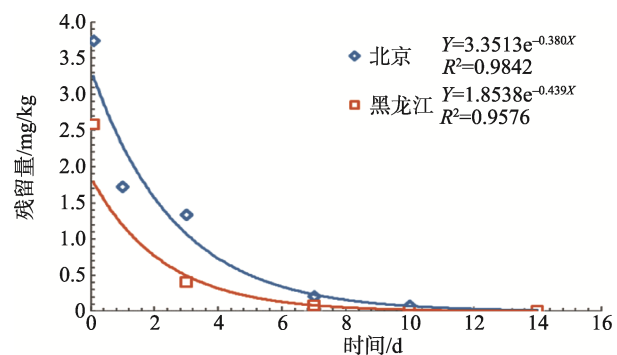


图 5 噻虫嗪在芥菜叶中的残留动态

Fig.5 Dissipation of thiamethoxam in mustard leaf

3.4 噻虫嗪在芥菜叶和芥菜根中的最终残留

2018 年在北京、山东、湖南、安徽、贵州、黑龙江 6 地的田间试验结果表明, 25%噻虫嗪水分散粒剂按照

30 g a.i./hm² 和 45 g a.i./hm² 剂量于芥菜生长期开始施药, 施药 2~3 次, 施药间隔期为 7 d, 距最后一次施药后 3、7、14 d 采样测定, 噻虫嗪在芥菜叶上残留量为 <0.005~1.56 mg/kg。噻虫嗪的残留定义为噻虫嗪(为了符合 MRL 值)(JMPR, 2014)^[19]。国际食品法典(CAC)规定噻虫嗪在芥菜叶上的最大残留限量(MRL)为 3 mg/kg, 美国规定为 4.5 mg/kg, 澳大利亚规定为 2 mg/kg, 日本规定为 5 mg/kg, 中国规定噻虫嗪在芥菜叶(芸薹属类蔬菜)上的 MRL 值为 5 mg/kg, 本试验噻虫嗪在芥菜叶上的残留量均小于 2 mg/kg; 本试验噻虫嗪在芥菜根上残留量为 0.005~0.16 mg/kg, 国际食品法典(CAC)规定噻虫嗪在芥菜根上的最大残留限量(MRL)为 3 mg/kg, 美国规定为 3 mg/kg, 澳大利亚规定为 0.7 mg/kg, 欧盟规定为 0.01 mg/kg, 日本规定为 5 mg/kg。中国规定噻虫嗪在芥菜根(根茎类蔬菜)上的最大残留限量(MRL)值为 0.3 mg/kg, 本试验噻虫嗪在芥菜根中的残留量均小于 0.3 mg/kg。说明噻虫嗪在芥菜叶和芥菜根上的残留量均在规定的范围内, 符合国家限量标准。

4 结论与讨论

本研究建立了 QuEChERS 前处理方法结合超高效液相色谱串联质谱测定芥菜叶和芥菜根中噻虫嗪残留量的方法, 噻虫嗪在 0.002~1.0 mg/L 范围内的线性关系良好, 相关系数 $r=0.9999$, 方法简单、快速, 灵敏度、准确度和精密度均满足农药残留分析的要求。

噻虫嗪在芥菜叶上的半衰期为 1.6~1.8 d。本研究表明: 芥菜叶和芥菜根中噻虫嗪的残留量都低于中国规定噻虫嗪在芥菜叶(芸薹属类蔬菜)上和噻虫嗪在芥菜根(根茎类蔬菜)上的 MRL 值, 因此, 根据农药登记的标签信息, 在芥菜上使用噻虫嗪, 有效剂量为 30 g a.i./hm², 施药 2 次时, 不会造成其在芥菜叶和芥菜根中残留超标的风险。该方法简单快速, 为检测芥菜叶和芥菜根中噻虫嗪的残留提供可靠技术支持。

参考文献

- [1] 赵帮宏, 宗义湘, 乔立娟, 等. 2019 年我国辛辣类蔬菜产业发展趋势与政策建议[J]. 中国蔬菜, 2019, (6): 1-5.
Zhao BH, Zong YX, Qiao LJ, et al. Development trend and policy suggestions of spicy vegetable industry in China in 2019 [J]. China Veget, 2019, (6): 1-5.
- [2] Corie AF, Kara EHH, Richard DF, et al. An assessment of pesticide exposures and land use of honey bees in Virginia [J]. Chemosphere, 2019, 222: 489-493.
- [3] 刘 珍, 袁嘉玮, 张丽萍, 等. 21%噻虫嗪悬浮剂防治麦长管蚜田间药效试验[J]. 河北农业科学, 2018, 22(4): 33-35.
Liu Z, Yuan JW, Zhang LP, et al. Field efficacy of 21% thiamethoxazine suspension against wheat aphid [J]. J Hebei Agric Sci, 2018, 22(4): 33-35.
- [4] 施腾飞, 王宇飞, Sawyer Burton, 等. 亚致死浓度噻虫嗪对西方蜜蜂免疫相关基因表达的影响[J]. 应用昆虫学报, 2017, 54(4): 576-582.
Shi TF, Wang YF, Sawyer B, et al. Sublethal effects of thiamethoxam on immune related gene expression in honey bees(*Apis mellifera* L.) [J]. Chin J Appl Entomol, 2017, 54(4): 576-582.
- [5] Wang YH, Zhang Y, Zeng T, et al. Accumulation and toxicity of thiamethoxam and its metabolite clothianidin to the gonads of *Eremias argus* [J]. Sci Total Environment, 2019, 667: 586-593.
- [6] 刘博静, 范小振, 王茜, 等. 22%噻虫嗪·高效氯氟氰菊酯悬浮剂气相色谱分析[J]. 农药, 2017, 56(2): 116-118.
Liu BJ, Fan XZ, Wang Q, et al. Gas chromatographic analysis of 22% thiamethoxam-cyhalothrin suspension [J]. Agrochemicals, 2017, 56(2): 116-118.
- [7] 陈国峰, 刘峰, 张晓波, 等. 气质联用法检测麦田中的噻虫嗪和高效氯氟氰菊酯残留[J]. 现代农药, 2015, 14(5): 39-41.
Chen GF, Liu F, Zhang XB, et al. Detect thiamethoxam and cyhalothrin residues in wheat field by GC-MS [J]. Mod Pest, 2015, 14(5): 39-41.
- [8] 潘 静, 徐 妍, 马 超, 等. 12%噻虫嗪·噻啉磷颗粒剂的高效液相色谱分析[J]. 现代农药, 2017, 14(5): 39-41.
Pan J, Xu Y, Ma C, et al. Analysis of thiamethoxam-fosthiazate 12% granules by HPLC [J]. Mod Pest, 2017, 14(5): 39-41.
- [9] 赵 翔, 郭耀全, 张宏涛, 等. 高效液相色谱法分析噻虫嗪在节瓜上的残留动态变化[J]. 广东蚕业, 2018, 28(4): 25-27.
Zhao X, Guo YQ, Zhang HT, et al. Analysis of dynamic of thiamethoxazine residues in chieh-qua by high performance liquid chromatography [J]. Guangdong Seric, 2018, 28(4): 25-27.
- [10] 陈言凯. 超高效液相色谱串联质谱法测定茶叶中 6 种农药残留[J]. 安徽化工, 2016, 42(2): 89-91.
Chen YK. Determination of 6 pesticide residues in tea using high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Anhui Chem Ind, 2016, 42(2): 89-91.
- [11] 朱卫芳, 马琳, 陈建波, 等. 超高效液相色谱-质谱联用法测定双孢菇中噻虫嗪及其代谢物噻虫胺残留量[J]. 现代农药, 2019, 18(2): 35-49.
Zhu WF, Ma L, Chen JB, et al. Determination of thiamethoxam and its metabolite clothianidin residues in agaricus bisporus by UPLC-MS/MS [J]. Mod Pest, 2019, 18(2): 35-49.
- [12] 刘艳萍, 王思威, 孙海滨, 等. 噻虫嗪及其代谢物噻虫胺在节瓜中的消解动态及初步膳食风险评估[J]. 农药学报, 2018, 20(2): 211-216.
Liu YP, Wang SW, Sun HB, et al. Dissipation dynamics and preliminary dietary risk assessment of thiamethoxam and clothianidin in *Benincasa hispida* [J]. Chin J Pest Sci, 2018, 20(2): 211-216.
- [13] 杨庆喜, 刘娜, 张双, 等. QuEChERS-高效液相色谱-串联质谱法测定榛子中 4 种农药的残留[J]. 农药学报, 2018, 20(6): 776-782.
Yang QX, Liu N, Zhang S, et al. Determination of 4 pesticide residues in hazelnut by modified QuEChERS method using high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Pest Sci, 2018, 20(6): 776-782.
- [14] 刘冰洁, 贾春虹, 陈莉, 等. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法测定吡虫啉在花椰菜和土壤中的残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(6): 1254-1260.
Liu BJ, Jia CH, Chen L, et al. Determination of imidacloprid residues in cauliflower and soil by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(6): 1254-1260.
- [15] Rahaman MM, Frha W, Abd AM, et al. Dynamic behaviour and residual pattern of thiamethoxam and its metabolite clothianidin in swiss chard

- using liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Food Chem*, 2015, 174: 248–255.
- [16] 王博, 侯志广, 方楠, 等. 噻虫嗪及其代谢物在大葱中的消解动态及最终残留[J]. *农药*, 2018, 57(9): 671–674.
Wang B, Hou ZG, Fang N, *et al.* Degradation dynamics and final residue of thiamethoxm and its metabolites in welsh onion [J]. *Agrochemicals*, 2018, 57(9): 671–674.
- [17] NY/T 788-2004 农药残留试验准则[S].
NY/T 788-2004 Guidelines for pesticide residues test [S].
- [18] Li MM, Liu XG, Dong FS, *et al.* Simultaneous determination of cyflumetofen and its main metabolite residues in samples of plant and animal origin using multi-walled carbon nanotubes in dispersive solid-phase extraction and ultrahigh performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Chromatogr A*, 2013, 1300: 95–103.
- [19] JMPR. 噻虫嗪评估报告[EB/OL]. [2014-01-01]. <http://www.fao.org/agriculture/crops/core-themes/theme/pests/lpe/lpe-c/en/>
JMPR. Thiamethoxam evaluation report [EB/OL]. [2014-01-01]. <http://www.fao.org/agriculture/crops/core-themes/theme/pests/lpe/lpe-c/en/>

(责任编辑: 于梦娇)

作者简介



陈莉, 博士, 副研究员, 主要研究方向为农产品质量安全与风险评价。
E-mail: chenli517@126.com