

联苯肼酯及其代谢物在草莓中的残留消解及 储藏稳定性

付 岩, 王全胜, 张 亮, 凌淑萍, 吴银良*

(宁波市农业科学研究院, 宁波 315040)

摘 要: **目的** 采用超高效液相色谱-串联质谱法(ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS)测定草莓样品中联苯肼酯及其代谢物联苯肼酯二氮烯残留, 评价联苯肼酯及其代谢物在草莓中的残留消解和储藏稳定性。**方法** 实验样品用乙腈提取, 经 N-丙基乙二胺(primary secondary amine, PSA)和无水硫酸镁净化, UPLC-MS/MS 检测, 采用基质匹配外标法定量。按照 NY/T 788—2018《农作物中农药残留试验准则》进行残留消解试验, 按照 NY/T 3094—2017《植物源性农产品中农药残留储藏稳定性试验准则》进行储藏稳定性试验。**结果** 本方法在 0.0001~0.1 mg/L 范围内线性响应良好, 相关系数大于 0.9991。联苯肼酯及联苯肼酯二氮烯在 0.01、0.5 和 2.0 mg/kg 添加水平的平均回收率为 78%~100%, 相对标准偏差小于 9.2%。联苯肼酯在草莓上的消解半衰期为 6.4~10.4 d。储藏稳定性试验结果表明: 草莓样品在-18 °C 储藏 150 d, 联苯肼酯及联苯肼酯二氮烯的降解率均小于 30%。**结论** 联苯肼酯在草莓中消解较迅速; 最后一次喷施 5 d 后取样的草莓中联苯肼酯的最终残留量低于我国规定的最大残留限量值 2 mg/kg; -18 °C 冷冻条件下, 联苯肼酯及联苯肼酯二氮烯在草莓样品中储藏稳定期至少为 150 d。

关键词: 联苯肼酯; 联苯肼酯二氮烯; 草莓; 消解; 储藏稳定性

Residues dissipation and storage stability of bifenazate and its metabolites in strawberry

FU Yan, WANG Quan-Sheng, ZHANG Liang, LING Shu-Ping, WU Yin-Liang*

(Ningbo Academy of Agricultural Sciences, Ningbo 315040, China)

ABSTRACT: Objective To determine the residues of bifenazate and its metabolite bifenazate-diazen in strawberry samples by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS), and to evaluate the residues dissipation and storage stability of phenylhydrazine ester and its metabolites in strawberries. **Methods** The experimental samples were extracted with acetonitrile, purified by N-propylethylenediamine (PSA) and anhydrous magnesium sulfate, detected by UPLC-MS/MS, and quantified by matrix matching external standard method. The residue digestion test was carried out according to NY/T 788—2018 *Test criteria for pesticide residues in crops*, and the storage stability test was carried out according to NY/T 3094—2017 *Test criteria for storage stability of pesticide residues in plant derived agricultural products*. **Results** The linear response of this method was good in the range

基金项目: 宁波市农产品质量安全创新工程项目(2019CXGC006)

Fund: Supported by the Ningbo Agricultural Product Quality and Safety Innovation Project (2019CXGC006)

*通信作者: 吴银良, 博士, 教授级高级工程师, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: wupaddyfield@sina.com

*Corresponding author: WU Yin-Liang, Ph.D, Professor, Ningbo Academy of Agricultural Sciences, No.19, Dehou Road, Yinzhou District, Ningbo 315040, China. E-mail: wupaddyfield@sina.com

of 0.0001–0.1 mg/L, and the correlation coefficient was greater than 0.9991. The average recoveries of bifentazate and bifentazate-diazene at the levels of 0.01, 0.5 and 2.0 mg/kg were 78%–100%, and the relative standard deviations were less than 9.2%. The half-life of bifentazate on strawberry was 6.4–10.4 d. The results of storage stability test showed that the degradation rate of bifentazate and bifentazate-diazene was less than 30% after 150 d storage at -18°C .

Conclusion Bifentazate is digested more quickly in strawberries. The final residue of bifentazate in strawberry sampled 5 d after the last spray was below the maximum residue limit (MRL) of China (2 mg/kg). Under freezing condition of -18°C , the storage stability of bifentazate and bifentazate-diazene in strawberry samples is at least 150 d.

KEY WORDS: bifentazate; bifentazate-diazene; strawberry; dissipation; storage stability

0 引言

联苯肼酯(bifentazate)是一种新型选择性联苯肼类杀螨剂,主要用于防治果树、蔬菜上的害螨,具有杀卵和成螨击倒效果,无交互抗性,持效期长^[1–2]。目前,联苯肼酯在我国被登记用于草莓上红蜘蛛和二斑叶螨的防治^[3],具有较好的防治效果^[4]。随着人们对食品安全意识的日益提高,消费者对农产品中农药残留关注的同时,对农药代谢物的关注程度也越来越高^[5–7]。联苯肼酯容易代谢为联苯肼酯二氮烯(结构式见图 1),因此农药残留联席会议(Joint Meeting on Pesticide Residues, JMPR)报告中规定^[8],联苯肼酯的残留物定义为联苯肼酯和联苯肼酯二氮烯之和,残留检测时应包含上述 2 种化合物。近年来,联苯肼酯残留的潜在危害越来越受到人们的关注^[9–10]。

目前,国内外关于联苯肼酯的残留分析方法主要有液相色谱法^[11–17]、液相色谱-串联质谱法^[18–23]。现有的前处理方法通常加入一定量的抗坏血酸将联苯肼酯二氮烯还原为联苯肼酯,检测联苯肼酯总残留量。SATHESHKUMAR 等^[11]使用液相色谱-二极管阵列检测器测定红茶样品中联苯肼酯消解动态,样品用 0.1%乙酸乙腈提取,固相色谱柱净化,0.25%抗坏血酸甲醇溶液定容并于 50°C 水浴中加热 60 min 后检测,操作时间较长。欧阳文森等^[12]建立了 0.2%抗坏血酸还原柑橘样品中联苯肼酯的分析方法,但由于抗坏血酸的特殊结构决定了其自身的不稳定性,采用抗坏血酸-液相色谱法检测样品中的联苯肼酯时,必须严格控制样品的贮存条件和时间。近来,有研究学者建立了 QuEChERS (quick、easy、cheap、effective、rugged、safe)结合超高效液相色谱-

串联质谱法测定茶叶^[18]、草莓^[19]样品中联苯肼酯残留的分析方法,操作简便快速,但这些方法仅对联苯肼酯母体进行分析,未检测样品中可能存在的联苯肼酯二氮烯。此外,有关联苯肼酯和联苯肼酯二氮烯在草莓中的储藏稳定性情况鲜有相关文献报道。鉴于此,本研究根据文献报道^[19–20]及实验室分析验证,确认了同时快速检测草莓中联苯肼酯及其代谢物的方法,对草莓中联苯肼酯及其代谢物消解规律、储藏稳定性进行了研究,以期对联苯肼酯在草莓上的合理使用提供参考依据。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

Waters Xevo TQ micro 超高效液相色谱-串联质谱仪(ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS, 美国 Waters 公司); ZQTY-70N 振荡器(上海知楚公司); 3K15 高速离心机(德国 Sigma 公司); GENIUS3 旋涡混合器(德国 IKA 公司); AL104 电子天平(瑞士 Mettler Toledo 公司)。

联苯肼酯(bifentazate, 纯度 99.87%, 德国 Dr.Ehrensorfer 公司); 联苯肼酯二氮烯(bifentazate-diazene, 纯度 98.1%, 德国 HPC Standards 公司); 联苯肼酯悬浮剂(43%, 永农生物科学有限公司); 乙腈(色谱纯, 美国 Sigma-Aldrich 公司); 氯化钠(分析纯, 杭州瓶窑和顺化工试剂厂); 无水硫酸镁(分析纯, 国药集团化学试剂有限公司); N-丙基乙二胺(primary secondary amine, PSA)(40–63 μm , 天津博纳艾杰尔公司)。

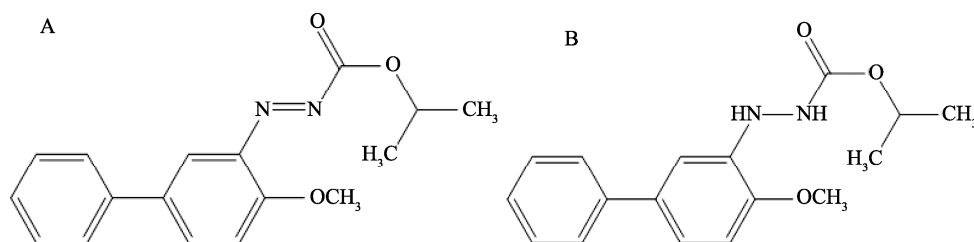


图 1 联苯肼酯(A)和联苯肼酯二氮烯(B)结构式

Fig.1 Structural formula of bifentazate (A) and bifentazate-diazene (B)

1.2 田间试验

试验按照 NY/T 788—2018《农作物中农药残留试验准则》要求设计,在浙江、安徽、山东、黑龙江开展联苯肼酯在草莓中的消解和最终残留试验,试验均在设施栽培方式下进行。试验小区面积为 50 m²,小区间设隔离带,另设对照区。按照厂家推荐的最高使用剂量和最多施药次数进行试验。消解试验施药剂量为 193.5 g a.i./ha,施药次数为 2 次,施药间隔期为 10 d,消解试验于最后一次施药后 0(2 h)、1、3、10 和 14 d 采集样品,最终残留试验于最后一次施药后 5 和 7 d 采集样品。田间样品采集后将草莓去除果柄和萼片用匀浆机匀浆,并冷冻保存(≤-18℃),然后通过冷链物流运输至浙江点实验室进行仪器检测分析。作物品种及施药时期如表 1 所示。试验期间,浙江、安徽、山东、黑龙江试验点平均气温分别为 18.4、17.3、13.9 和 16.7℃。

1.3 储藏稳定性试验

根据残留物定义按照 NY/T 3094—2017《植物源性农产品中农药残留储藏稳定性试验准则》,分别对联苯肼酯和联苯肼酯二氮烯进行储藏稳定性试验。草莓空白样品采自浙江试验点。称取草莓空白样品 5.00 g 于 50 mL 离心管中,分别添加联苯肼酯和联苯肼酯二氮烯标准溶液,添加浓度均为 0.2 mg/kg,储藏样品在 24 h 内冷冻(不高于

-18℃)储藏。取样间隔为 0、30、90、150 d,重复 2 次,另设空白对照和质控样品。

1.4 样品前处理

称取匀浆后的草莓样品 5.00 g 于 50 mL 离心管中,加入 25 mL 乙腈,以 350 r/min 振荡 30 min 后,加入 5 g 氯化钠剧烈振荡 1 min,再以 9500 r/min 离心 3 min。吸取 2 mL 上清液于装有 150 mg PSA 和 300 mg 无水硫酸镁的 5 mL 塑料离心管中,漩涡振摇 1 min 后 9500 r/min 离心 3 min。吸取净化上清液 0.1 mL 至另一试管中并加入 0.9 mL 混合液(乙腈:纯水=20:70, V:V)混合均匀后,过 0.22 μm 滤膜后供 UPLC-MS/MS 测定。

1.5 液相色谱-串联质谱条件

1.5.1 液相色谱条件

采用 Waters ACQUITY UPLC BEH C₁₈(2.1 mm×100 mm, 1.7 μm)分离;流动相为 5 mmol/L 乙酸铵水溶液(A)和乙腈(B);柱温 35℃;进样体积为 10.0 μL;液相色谱梯度洗脱条件见表 2。

1.5.2 质谱条件

离子源为 (electrospray ionization, ESI+);离子源温度:150℃;毛细管电压:2.5 kV;脱溶剂气温度:500℃;脱溶剂气流速 800 L/h;扫描模式为多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM)模式。其他质谱参数见表 3。

表 1 作物品种及施药时期
Table 1 Crop varieties and application time

试验点	作物品种	第 1 次施药时间	作物状态(BBCH 编号)	第 2 次施药时间	作物状态(BBCH 编号)
黑龙江省	公主 2 号	2018.08.28	8:85	2018.09.07	8:87
浙江省	红颜	2018.03.28	8:85	2018.04.07	8:87
山东省	甜宝	2018.03.12	8:85	2018.03.22	8:87
安徽省	丰香	2018.04.04	8:85	2018.04.14	8:87

注: BBCH(biologische, bundesanstalt, bundessortenamt and chemical industry)为植物生长阶段编码系统。

表 2 梯度洗脱条件
Table 2 Gradient elution conditions

时间/min	流速/(mL/min)	A/%	B/%
0.00	0.30	70.0	30.0
1.00	0.30	70.0	30.0
1.10	0.30	5.0	95.0
3.00	0.30	5.0	95.0
3.10	0.30	70.0	30.0
6.00	0.30	70.0	30.0

表 3 联苯肼酯及其代谢物的定性、定量离子对等质谱参数 Table 3 Qualitative ion pairs, quantitative ion pairs and other MS parameters of bifenthrin and its metabolite					
化合物	母离子(<i>m/z</i>)	子离子(<i>m/z</i>)	驻留时间/s	锥孔电压/V	碰撞电压/eV
联苯肼酯	301.032	170.002	0.15	38.00	18.00
		197.954*	0.15	38.00	6.00
联苯肼酯二氮烯	299.05	238.89	0.15	38.00	6.00
		212.93*	0.15	38.00	10.00

注: *为定量离子。

2 结果与分析

2.1 方法的线性范围及检出限

将联苯肼酯和联苯肼酯二氮烯不同浓度的混合基质标准工作液(0.0001、0.0005、0.001、0.005、0.01、0.05、0.1 mg/L)在上述仪器条件下进样检测, 得到 MS 响应值(峰面积, *Y*)与进样浓度(*X*)的线性回归方程。结果表明: 在 0.0001~0.1 mg/L 范围内线性关系良好。所得联苯肼酯标准曲线方程为 $Y=198065836X+142098$, 相关系数 *r* 为 0.9994; 联苯肼酯二氮烯标准曲线方程为 $Y=109974298X+111975$, 相关系数 *r* 为 0.9991。该检测条件下, 以 3 倍信噪比(*S/N*=3)计算方法的检出限(limit of detection, LOD)为 0.114~0.358 ng/kg, 以最低添加浓度 0.010 mg/kg 为方法定量限(limit of quantitation, LOQ)。方法灵敏度较高。

2.2 回收率及精密度试验结果

采用草莓空白基质进行添加回收试验, 添加浓度为 0.01、0.5 和 2.0 mg/kg, 每个浓度设置 5 个重复。结果显示 0.01~2.0 mg/kg 添加浓度下, 联苯肼酯的平均回收率为 86%~100%, 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为 7.3%~9.2%, 联苯肼酯二氮烯的平均回收率为 78%~99%, RSD 为 3.7%~7.4%。准确度及精密度均能满足要求。相关谱图见图 2 和图 3。

2.3 残留消解试验结果

末次施药后 2 h(0 d)采集草莓样品测定初始沉积量。浙江、安徽、山东、黑龙江 4 个试验点草莓中联苯肼酯母体的初始沉积量分别为 0.16~0.17、0.11~0.12、0.31~0.32 和 0.86~0.92 mg/kg。不同试验点间的初始沉积量黑龙江 > 山东 > 浙江 > 安徽。这可能与作物品种差异及施药器械、施药人员的不同有关^[23]。消解曲线如图 4 所示, 随着时间的延长, 联苯肼酯母体残留量逐渐下降。采样期间, 浙江点和安徽点草莓中联苯肼酯二氮烯

均未检出(<0.01 mg/kg), 这可能与两地联苯肼酯初始沉积量较低有关。0 d 时山东点和黑龙江点草莓中联苯肼酯二氮烯残留量分别为 0.10~0.11、0.38~0.41 mg/kg, 随后其残留量缓慢下降。根据残留物定义, 以联苯肼酯总残留量计算消解半衰期^[8]。如表 4 所示, 联苯肼酯在四地草莓中的消解均符合一级动力学方程, 半衰期为 6.4~10.4 d, 属于易降解农药。半衰期黑龙江和山东点略慢于浙江和安徽点, 可能与初始沉积量以及当地的气温等因素有关^[5]。此外, 国家标准 GB 2763—2019《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》中规定联苯肼酯在草莓上最大残留限量(maximum residue limit, MRL)值为 2 mg/kg。本试验中, 在每一个采样日期, 联苯肼酯(总残留量)均未超过最大残留限量。

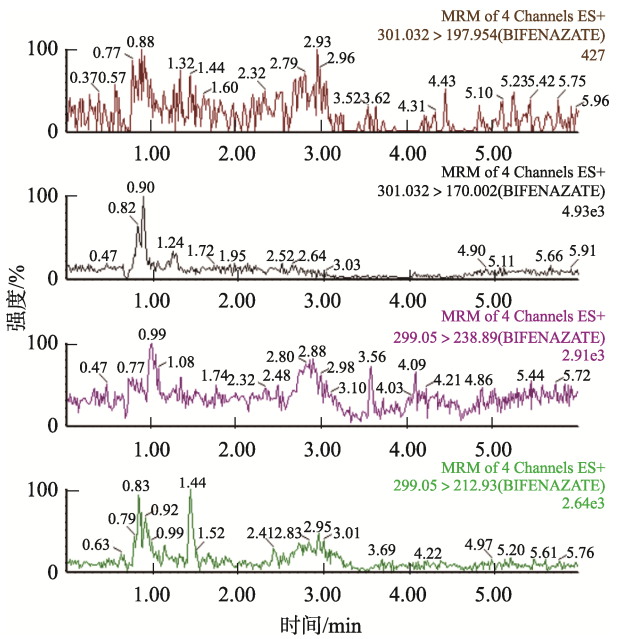
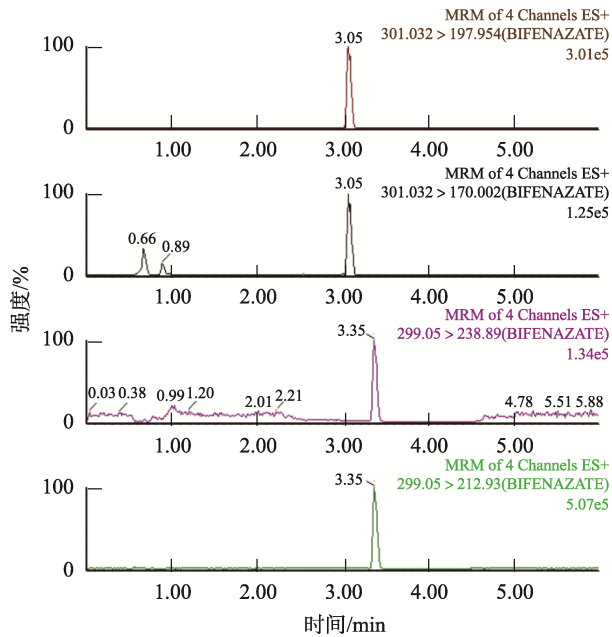


图 2 草莓空白样品色谱图
Fig.2 Chromatogram of blank strawberry sample



注: 联苯肼酯及联苯肼酯二氮烯添加浓度均为 0.01 mg/kg。

图 3 草莓添加样品色谱图

Fig.3 Chromatogram of strawberry addition sample

2.4 储藏稳定性试验结果

农药残留储存稳定性与农药理化性质、储存条件等有关^[24]。联苯肼酯亲体在草莓中的储藏稳定性试验结果见图 5。由图 5 可看出, 添加浓度为 0.20 mg/kg 的草莓样品在-18 ℃冷冻条件下随着时间的增加残留量变化不大。联苯肼酯在草莓中, 30 d 时平均降解率为 2.5%, 90 d 时平均降解率为-5.0%, 150 d 时平均降解率为 0。质控样品的回收率在 98%~105%之间。90 d 时平均降解率为负值, 可能是回收率增高造成的。整个储藏期间降解率≤ 2.5%, 低于 NY/T 788—2018《农作物中农药残留试验准则》规定的 30%, 因此上述条件下, 联苯肼酯在草莓中储藏稳定期至少为 150 d。联苯肼酯二氮烯在草莓中的储藏稳定性试验结果见图 6。空白草莓中 0.20 mg/kg 联苯肼酯二氮烯添加水平下, -18 ℃冷冻 30 d 后, 草莓中联苯肼酯平均残留量为 0.195 mg/kg, 平均降解率为 2.5%; 150 d 后平均残留量为 0.205 mg/kg, 平均降解率为-2.5%, 均未超过准则规定的 30%, 因此空白草莓中联苯肼酯二氮烯添加浓度为 0.20 mg/kg 时, 在-18 ℃冷冻条件下储藏稳定期至少为 150 d。

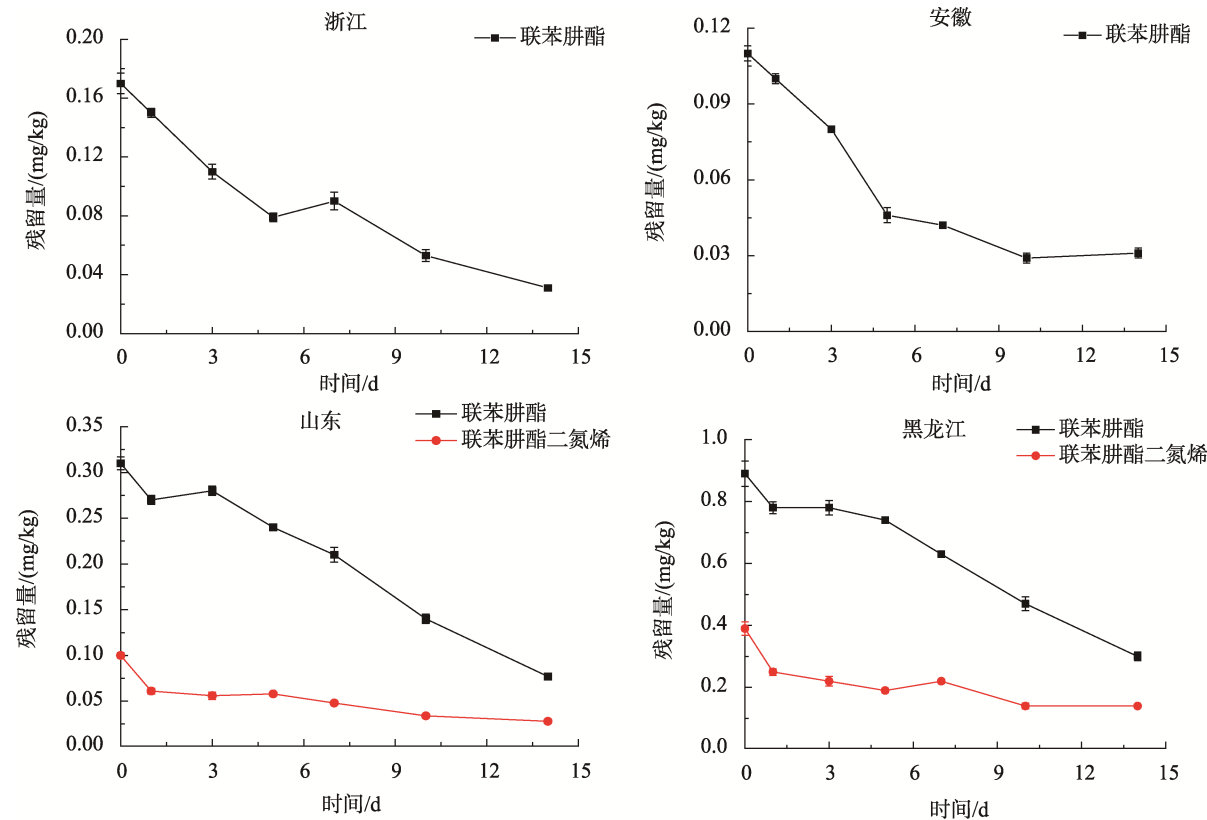


图 4 联苯肼酯及其代谢物在草莓中的消解动态(n=3)

Fig.4 Dissipation curves of bifenthrin and its metabolite in strawberry (n=3)

表 4 联苯肼酯(总残留量)在草莓中的消解方程和半衰期
Table 4 Dynamics equation and half-lives of bifenthrin in strawberry

试验点	消解方程	半衰期/d	相关系数(r)
浙江	$C_t=0.1754e^{-0.1047t}$	6.6	0.9549
安徽	$C_t=0.1189e^{-0.1077t}$	6.4	0.9221
黑龙江	$C_t=1.2234e^{-0.0669t}$	10.4	0.9416
山东	$C_t=0.4027e^{-0.0781t}$	8.9	0.9198

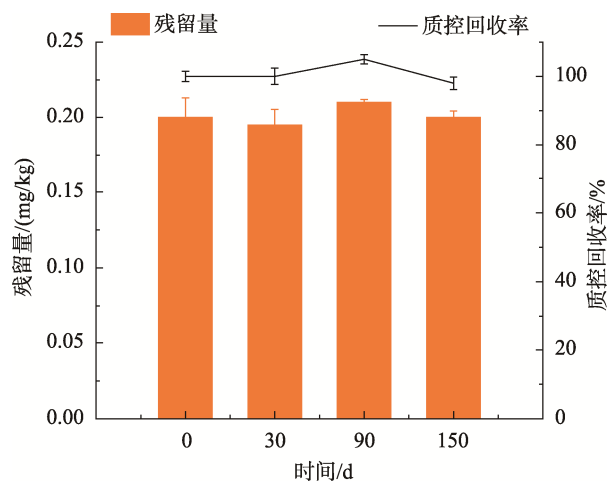


图 5 联苯肼酯在草莓样品中的储藏稳定性(n=3)
Fig.5 Storage stability of bifenthrin in strawberry (n=3)

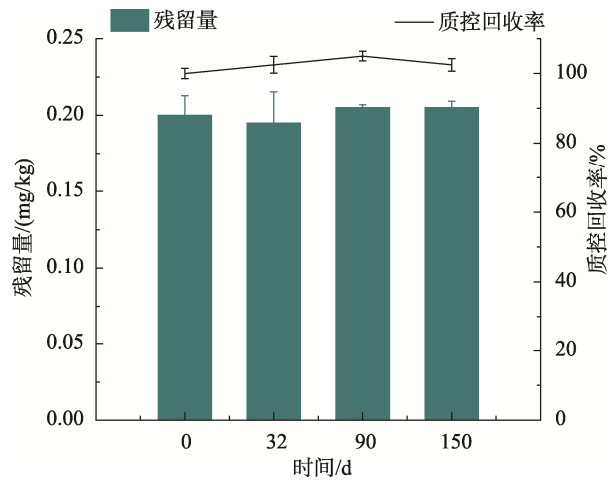


图 6 联苯肼酯二氮烯在草莓样品中的储藏稳定性(n=3)
Fig.6 Storage stability of bifenthrin-diazene in strawberry (n=3)

3 结 论

本研究采用 QuEChERS 方法结合 UPLC-MS/MS 同时快速检测草莓中联苯肼酯、联苯肼酯二氮烯残留, 定量限为 0.01 mg/kg, 其回收率、精密度和灵敏度等参数均能满足

足农药残留量分析的技术要求。在此基础上, 本研究进行了联苯肼酯在草莓中的残留消解试验, 结果表明, 联苯肼酯在草莓中的消解动态符合一级动力学方程, 半衰期为 6.4~10.4 d, 与何建红等^[19]和 LIU 等^[16]研究中(3.2~5.6 d)相比较长, 除气候、品种等差异外, 可能是由于本试验降解数据包含了代谢物的残留量。我国国家标准 GB 2763—2019《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》中规定联苯肼酯在草莓上的 MRL 值为 2 mg/kg。本试验中联苯肼酯残留量均未超过 MRL 值。因此, 建议 43% 联苯肼酯悬浮剂用于草莓防治二斑叶螨, 最高施药剂量 193.5 g a.i./ha, 最多施药 2 次, 施药间隔 10 d, 推荐安全间隔期为 5 d。同时根据储藏稳定性试验结果, -18 ℃冷冻条件下, 联苯肼酯及联苯肼酯二氮烯储藏稳定期至少为 150 d。今后将进一步开展联苯肼酯在草莓中的多点残留试验, 评估其膳食风险和对草莓营养品质的影响, 为其在草莓上使用后的安全性评价提供基础数据。

参考文献

[1] 戴魏, 刘双清, 李晓刚, 等. 新农药联苯肼酯的光化学降解[J]. 环境化学, 2014, 33(2): 334-340.
DAI W, LIU SQ, LI XG, et al. Study on photo-degradation of new pesticide bifenthrin [J]. Environ Chem, 2014, 33(2): 334-340.

[2] HAMDACHE S, SLEIMAN M, SAINT-CLAIRE P, et al. Unravelling the reactivity of bifenthrin in water and on vegetables: Kinetics and byproducts [J]. Sci Total Environ, 2018, 636: 107-114.

[3] 中国农药信息网. 农药登记数据[EB/OL]. [2020-03-12]. <http://www.chinapesticide.org.cn/hysj/index.jhtml>. [2021-01-21].
China Pesticide Information Network. Pesticide registration data [EB/OL]. [2020-03-12]. <http://www.chinapesticide.org.cn/hysj/index.jhtml>. [2021-01-21].

[4] 李鉴鉴, 胡铁源, 王冠博, 等. 9 种杀螨剂对草莓二斑叶螨的室内毒力及田间药效试验[J]. 西北农业学报, 2020, 29(6): 921-927.
LI JJ, HU TY, WANG GB, et al. Toxicity and field efficacy of nine acaricides against *Tetranychus urticae* in strawberry [J]. Acta Agric Bor-Occis Sin, 2020, 29(6): 921-927.

[5] 叶倩, 朱富伟, 王富华, 等. 氰霜唑及其代谢物 4-氯-5-(4-甲基)-1H-咪唑-2-腈在苦瓜中的残留消解动态及膳食安全性评价[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(18): 6537-6542.
YE Q, ZHU FW, WANG FH, et al. Residual degradation dynamics and dietary safety assessment of cyazofamid and its metabolite (4-chloro-5-(4-tolyl)-1 H-imidazole-2-carbonitrile) in bitter melon [J]. J Food Saf Qual, 2020, 11(18): 6537-6542.

[6] 宋彦, 肖涛, 汪红, 等. 食荚豌豆和豌豆中螺虫乙酯及其代谢物残留和膳食摄入风险评估[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(2): 636-645.
SONG Y, XIAO T, WANG H, et al. Risk assessment of spiromethyl and its metabolites residues and dietary intake in edible podded and peas [J]. J Food Saf Qual, 2021, 12(2): 636-645.

[7] 龙家骥, 高迪, 魏进, 等. 气相色谱法检测苹果中氟环唑、咪鲜胺及其代谢物的残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(3): 1083-1087.
LONG JH, GAO D, WEI J, et al. Determination of epoxiconazole, prochloraz and their metabolites residues in apple by gas chromatography

- [J]. *J Food Saf Qual*, 2021, 12(3): 1083–1087.
- [8] JMPR. Joint Meeting on Pesticide Residues (2006). The 2006 joint FAO/WHO meeting of experts [EB/OL]. [2020-12-05]. http://www.fao.org/fileadmin/templates/agphome/documents/Pests_Pesticides/JMPR/Report10/bifenazate.pdf. [2021-01-21].
- [9] PENG YY, LI M, HUANG Y, *et al*. Bifenazate induces developmental and immunotoxicity in zebrafish [J]. *Chemosphere*, 2021, 271: 129457.
- [10] MA JZ, HUANG Y, PENG YY, *et al*. Bifenazate exposure induces cardiotoxicity in zebrafish embryos [J]. *Environ Pollut*, 2021, 274: 116539.
- [11] SATHESHKUMAR A, SENTHURPANDIAN VK, SHANMUGA SELVAN VA. Dissipation kinetics of bifenazate in tea under tropical conditions [J]. *Food Chem*, 2014, 145: 1092–1096.
- [12] 欧阳文森, 杨仁斌, 王洁, 等. 联苯腈酯在柑橘上的残留动态及其标准溶液的贮存稳定性[J]. *果树学报*, 2016, 33(11): 1431–1438.
- OUYANG WS, YANG RB, WANG J, *et al*. A study on the residual dynamics of bifenazate in citrus and the storage stability of its standard solutions [J]. *J Fruit Sci*, 2016, 33(11): 1431–1438.
- [13] 戴魏, 李晓刚, 陈力华, 等. 联苯腈酯在柑橘及其土壤中的残留分析方法[J]. *农药学报*, 2012, 14(6): 677–680.
- DAI W, LI XG, CHEN LH, *et al*. Residue analysis of bifenazate in citrus and soil [J]. *Chin J Pest Sci*, 2012, 14(6): 677–680.
- [14] 杨德毅, 刘莉, 吾建祥, 等. 高效液相色谱测定佛手中联苯腈酯残留量的不确定度评定[J]. *农药*, 2019, 58(2): 125–129.
- YANG DY, LIU L, WU JX, *et al*. Assessment of the uncertainty in determination of bifenazate in bergamot by HPLC [J]. *Agrochemicals*, 2019, 58(2): 125–129.
- [15] 欧英娟, 彭晓春, 吴彦瑜, 等. 螺螨酯和联苯腈酯在柑橘中的残留降解及其膳食风险评估[J]. *广东化工*, 2016, 43(8): 39–41.
- OU YJ, PENG XC, WU YY, *et al*. Degradation of spirotetradifos and bifenazate residue in citrus and its risk assessment on the dietary exposure. [J]. *Guangdong Chem Ind*, 2016, 43(8): 39–41.
- [16] LIU SF, KOU HR, MU BF, *et al*. Dietary risk evaluation of tetraconazole and bifenazate residues in fresh strawberry from protected field in North China [J]. *Regulat Toxic Pharmacol*, 2019, 106: 1–6.
- [17] 韩凤, 杨仁斌, 傅强, 等. 联苯腈酯在柑橘全果和土壤中的残留分析方法[J]. *农药*, 2013, 52(2): 122–124.
- HAN F, YANG RB, FU Q, *et al*. Residue analysis of bifenazate in citrus and soil [J]. *Agrochemicals*, 2013, 52(2): 122–124.
- [18] 钟青, 罗逢健, 陈宗懋, 等. 超高效液相色谱-三重四极杆串联质谱法分析茶叶中联苯腈酯残留与风险评估[J]. *质谱学报*, 2019, 40(1): 32–41.
- ZHONG Q, LUO FJ, CHEN ZM, *et al*. Risk assessment and residue analysis of bifenazate in tea by UPLC-MS/MS [J]. *J Chin Mass Spectr Soc*, 2019, 40(1): 32–41.
- [19] 何建红, 胡选祥, 赵帅锋, 等. 联苯腈酯在草莓上的残留降解及其安全使用[J]. *浙江农业学报*, 2014, 6(5): 1268–1272.
- HE JH, HU XX, ZHAO SF, *et al*. Degradation of bifenazate residue in strawberry and its safe application [J]. *Acta Agric Zhejiang*, 2014, 26(5): 1268–1272.
- [20] 张月, 韩丙军, 赵方方. 超高效液相色谱-三重四极杆串联质谱法测定木瓜中联苯腈酯及其代谢产物[J]. *食品科学*, 2015, 36(24): 270–273.
- ZHANG Y, HAN BJ, ZHAO FF. Determining residues of bifenazate and its metabolite in papaya by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Food Sci*, 2015, 36(24): 270–273.
- [21] AHAMMED SHABEER TP, RUSHALI G, SANDIP H, *et al*. Residue dissipation, evaluation of processing factor and safety assessment of hexythiazox and bifenazate residues during drying of grape to raisin [J]. *Environ Sci Pollut Res*, 2020, 27(33): 1–8.
- [22] 魏杰, 谢源, 杨浪, 等. HPLC-MS/MS法同时测定水中联苯腈酯和乙螨唑残留量[J]. *食品安全导刊*, 2020, (25): 76–78.
- WEI J, XIE Y, YANG L, *et al*. Simultaneous determination of diphenylhydrazide ester and ethimazole residues in water by HPLC-MS/MS [J]. *Chin Food Saf Magaz*, 2020, (25): 76–78.
- [23] FARHA W, ABDEL-ATY AM, RAHMAN M, *et al*. An overview on common aspects influencing the dissipation pattern of pesticides: A review [J]. *Environ Monit Assess*, 2016, 188: 693.
- [24] 卞艳丽, 刘丰茂. 农药残留储存稳定性的研究进展[J]. *食品安全质量检测学报*, 2016, 7(8): 3013–3019.
- BIAN YL, LIU FM. Research progress on storage stability of pesticide residues [J]. *J Food Saf Qual*, 2016, 7(8): 3013–3019

(责任编辑: 韩晓红)

作者简介

付岩, 博士, 工程师, 主要研究方向为食品安全检测。
E-mail: fuyan0574@126.com

吴银良, 博士, 教授级高级工程师, 主要研究方向为食品安全检测。
E-mail: wupaddyfield@sina.com