

# 呋虫胺及其代谢物在稻米中的 低温储藏稳定性研究

张亮, 付岩, 王全胜, 凌淑萍, 胡晨雷, 吴银良\*

(宁波市农业科学研究院, 宁波 315100)

**摘要:** **目的** 采用高效液相色谱-串联质谱法(high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, HPLC-MS/MS)测定稻米样品中呋虫胺及其代谢物残留, 考察呋虫胺及其代谢物在稻米中的低温储藏稳定性。**方法** 样品经乙腈提取后, 采用 QuEChERS 方法净化, 以 0.1% 甲酸-乙腈混合溶液为流动相梯度洗脱, 多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM)扫描模式, 基质匹配标准溶液外标法定量。**结果** 本方法在 0.0005~0.5000 mg/L 范围内线性关系良好, 呋虫胺及其 2 种代谢产物在 0.05、0.50、1.00 和 5.00 mg/kg 添加水平的平均回收率为 73.8%~103.1%, 相对标准偏差(relative standard deviations, RSDs)为 0.53%~7.94% ( $n=5$ ), 方法定量限为 0.05 mg/kg。-18 °C 储藏条件下稻米样品中呋虫胺及其代谢物的平均降解率均未超过 30%。**结论** 该方法能够满足农药残留检测要求, 适用于稻米中呋虫胺及其代谢物残留量分析。-18 °C 条件下呋虫胺及其代谢物在稻米样品中的储藏稳定期至少为 180 d。

**关键词:** 呋虫胺及其代谢物; 残留; 稻米; 储藏稳定性

## Study on the storage stability of dinotefuran and its metabolites in rice under low temperature

ZHANG Liang, FU Yan, WANG Quan-Sheng, LING Shu-Ping, HU Chen-Lei, WU Yin-Liang\*

(Ningbo Academy of Agricultural Sciences, Ningbo 315100, China)

**ABSTRACT: Objective** To determine the residues of dinotefuran and its metabolites in rice samples by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS), and to investigate the storage stability of dinotefuran and its metabolites in rice under low temperature. **Methods** Rice samples were extracted by acetate, purified by QuEChERS method, gradiently eluted in aqueous solution containing 0.1% formic acid solution and acetate, quantization was performed by using selected multiplereaction monitoring mode, and quantified by external standard method. **Results** The established method had good linear relationship in the range of 0.0005–0.5000 mg/L, the average recoveries were ranged from 73.8% to 103.1% for the dinotefuran and its metabolites residues with 4 spiked levels of 0.05, 0.50, 1.00 and 5.00 mg/kg, the relative standard deviations (RSDs) were 0.53%–7.94% ( $n=5$ ), and the limits of quantitation were 0.05 mg/kg. Under the storage condition of -18 °C, the average degradation rates of dinotefuran and its metabolites in rice samples were less than 30%. **Conclusion** This method can meet the

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, 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, Professor, Ningbo Academy of Agricultural Sciences, No.19, Dehou Road, Yinzhou District, Ningbo 315100, China. E-mail: wupaddyfield@sina.com

requirements of pesticide residues and is suitable for the analysis of dinotefuran and its metabolites residues in rice.

Under the condition of  $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ , the storage stability of dinotefuran and its metabolites in rice is at least 180 days.

**KEY WORDS:** dinotefuran and its metabolites; residues; rice; storage stability

## 0 引言

呋虫胺(dinotefuran, DNF)是日本三井化学开发的第三代新烟碱杀虫剂<sup>[1]</sup>, 化学名称为 1-甲基-2-硝基-3-(四氢-3-呋喃甲基)胍, 分子式为  $\text{C}_7\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_3$ , 化学结构式见图 1。该农药具有触杀、胃毒、根部内吸性强、速效高、持效期长(3~4 周)、杀虫谱广等特点, 且对刺吸口器害虫有优异防效作用, 并在很低的剂量即可显示很高的杀虫活性, 可用于防治水稻、蔬菜、水果等多种作物上的稻飞虱、黄条跳甲、叶蝉、蚜虫等害虫<sup>[2-4]</sup>。呋虫胺主要降解产物有 1-甲基-3-[(3-四氢呋喃)甲基]脲[1-methyl-3-(tetrahydro-3-furylmethyl) urea, UF]、1-甲基-3-[(3-四氢呋喃)甲基]二氢胍盐[1-methyl-3-(tetrahydro-3-furylmethyl) guanidium dihydrogen, DN]等<sup>[2]</sup>, 2012 年农药残留联席会议(Joint Meeting Pesticide Residues, JMPR)规定植物体内呋虫胺的残留定义为呋虫胺、呋虫胺代谢物 UF 及呋虫胺代谢物 DN 之和, 我国《农药登记残留试验待测残留物和植物源性食品膳食风险评估残留物目录(2021 版)》中同样规定用于监测的呋虫胺残留物定义为呋虫胺、DN 和 UF 之和, 以呋虫胺表示。中国规定了呋虫胺在糙米上的最大残留限量(maximum residue limit, MRL)值为  $5\text{ mg/kg}$ , 在稻谷上的 MRL 值为  $10\text{ mg/kg}$ 。

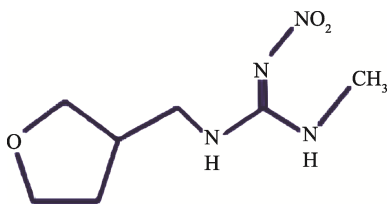


图 1 呋虫胺的化学结构式

Fig.1 Chemical structure of dinotefuran

目前, 国内外已有粮食<sup>[5-8]</sup>、蔬菜<sup>[9-12]</sup>、水果<sup>[13-15]</sup>及其他食品<sup>[16-19]</sup>中呋虫胺及其代谢物的检测方法的报道, 常采用 QuEChERS 方法为提取法<sup>[14]</sup>, 液相色谱-串联质谱法检测分析。这些方法中通常仅对呋虫胺及其代谢物的残留、消解规律<sup>[8-10]</sup>及膳食风险评估<sup>[8,15]</sup>进行分析, 分析其储藏稳定性的报道较少。然而, 残留样品有时不能在短时间内完成检测, 需要在特定条件下储藏一段时间, 因此样品中待测成分的储藏稳定性将会对残留分析结果的准确性和可重复性产生一定的影响, 因此研究分析残留样品中待测成分的储藏稳定性是保证残留样品分析数据正确性和科学性的关键。本研究通过建立稻米样品中呋虫胺、UF 和 DN 的高效液相色谱-串联质谱残留分析方法, 并考察三者在稻

米样品中 $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冷冻条件下的储藏稳定性, 以期为该成分农药在水稻上的安全使用和稻米样品中的储藏稳定性评价提供参考。

## 1 材料与方法

### 1.1 仪器与试剂

Xevo TQ-MS 高效液相色谱-串联质谱仪、色谱柱 Waters ACQUITY UPLC BEH  $\text{C}_{18}$  ( $100\text{ mm}\times 2.1\text{ mm}$ ,  $1.7\text{ }\mu\text{m}$ )(美国 Waters 公司); KS4000ic 恒温振荡器、GENIUS3 旋涡混合器(德国 IKA 公司); BC/BD-518HD 冰柜(中国海尔公司); 3K15 高速离心机(德国 Sigma 公司); XPE205 十万分之一电子天平(瑞士 Mettler 公司)。

呋虫胺(纯度 98.7%, 北京勤诚亦信科技开发有限公司); UF(纯度 96.1%)、DN(纯度 98.8%)(上海安谱实验科技股份有限公司); 乙腈(色谱纯, 德国默克公司); 甲酸(色谱纯, 美国天地公司); 纯净水(杭州娃哈哈集团有限公司); 氯化钠、无水硫酸镁(分析纯, 国药集团化学试剂有限公司); 乙二胺-N-丙基硅烷化硅胶(primary secondary amine, PSA)(天津博纳艾杰尔科技有限公司);  $0.22\text{ }\mu\text{m}$  有机滤膜(天津津滕公司)。

稻米样品采自宁波市海曙区梅园村农药残留试验基地。

### 1.2 样品前处理

根据设置的取样时间, 每次将对应的样品从冰柜中取出, 室温放置 1 h, 然后加入  $20.0\text{ mL}$  纯水浸润 15 min 左右, 加入  $20.0\text{ mL}$  乙腈旋紧盖子, 在  $350\text{ r/min}$  条件下振荡提取 30 min, 加入  $5\text{ g}$  左右氯化钠旋紧盖子, 在摇床上剧烈振荡 2 min 后以  $9500\text{ r/min}$  离心 3 min, 称量  $150\text{ mg}$  PSA 和  $300\text{ mg}$  无水硫酸镁加入到  $5\text{ mL}$  塑料离心管中, 然后准确加入  $2\text{ mL}$  离心后的上清液, 涡旋摇匀后  $9500\text{ r/min}$  离心 3 min, 精确转移  $0.2\text{ mL}$  上清液至刻度试管中, 再加入  $0.8\text{ mL}$   $0.1\%$  甲酸溶液混合均匀, 过  $0.22\text{ }\mu\text{m}$  有机滤膜后供测定。

### 1.3 仪器条件

#### 1.3.1 色谱条件

色谱柱 Waters Acquity BEH  $\text{C}_{18}$  ( $100\text{ mm}\times 2.1\text{ mm}$ ,  $1.7\text{ }\mu\text{m}$ ), 流动相为  $0.1\%$  甲酸(A)-乙腈(B), 流速  $0.250\text{ mL/min}$ , 进样体积  $10.0\text{ }\mu\text{L}$ , 色谱柱温度  $35\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 样品室温度  $15\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。梯度洗脱程序:  $0\sim 0.5\text{ min}$ ,  $20\% \text{ B}$ ;  $0.5\sim 1.0\text{ min}$ ,  $20\%\sim 95\% \text{ B}$ ;  $1.0\sim 3.0\text{ min}$ ,  $95\% \text{ B}$ ;  $3.0\sim 3.1\text{ min}$ ,  $95\%\sim 20\% \text{ B}$ ;  $3.1\sim 6.0\text{ min}$ ,  $20\% \text{ B}$ 。

### 1.3.2 质谱条件

采用电喷雾离子源正离子(electron spray ionization, ESI+)扫描, 多重反应监测, 具体如表 1; 电离电压 2.5 kV, 雾化气流速度 1000 L/h, 锥孔气流速度 50 L/h, 离子源温度 150 °C, 雾化温度 500 °C。

表 1 呋虫胺、UF 和 DN 的质谱参数  
Table 1 MS parameters of dinotefuran, UF and DN

农药	保留时间 /s	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	碰撞电压 /eV	锥孔电压 /V
呋虫胺	1.34	202.97	113.05*	8	20
		202.97	86.75	12	20
UF	1.15	158.97	84.73*	14	30
		158.97	127.82	8	30
DN	0.96	157.63	101.92*	12	60
		157.63	85.01	16	60

注: \*为定量离子。

### 1.4 标准溶液的配制

标准储备溶液: 分别准确称取呋虫胺、UF 和 DN 的标准品各约 10 mg 于 10.00 mL 容量瓶中, 用乙腈溶解定容, 再用乙腈分别配制成 100 mg/L 的标准中间液。

标准工作液: 分别精密量取 1.000 mL 质量浓度为 100 mg/L 的呋虫胺、UF 和 DN 标准中间液, 用色谱纯乙腈分别逐级稀释成 10、1 mg/L 的呋虫胺、UF 和 DN 标准工作液; 分别吸取 1.000 mL 质量浓度为 100 mg/L 的呋虫胺、UF 和 DN 标准中间液于同一容量瓶中, 用乙腈逐级稀释成 10 和 1 mg/L 的呋虫胺、UF 和 DN 混合标准工作液。

基质匹配标准工作溶液: 分别吸取 100 μL 质量浓度为 100 mg/L 的呋虫胺、UF 和 DN 标准中间液, 用稻米空白基质液稀释成 10 mg/L 的呋虫胺、UF 和 DN 混合基质标准工作液; 分别吸取 100 μL 质量浓度为 10 mg/L 混合基质标准工作液、100 μL 稻米空白基质液和 800 μL 0.1%甲酸溶液, 混匀, 配制成质量浓度为 1 mg/L 混合基质标准工作液; 用稻米空白基质液与 0.1%甲酸溶液(2:8, V:V)作为定容液, 将质量浓度为 1 mg/L 混合基质标准工作液逐级稀释配制成质量浓度为 0.5000、0.1000、0.0500、0.0100、0.0050、0.0010、0.0005 mg/L 系列混合基质标准工作液。

### 1.5 储藏稳定性试验

按照植物源性农产品中农药残留储藏稳定性试验准则要求, 采用空白稻米样品中添加已知量标准物质的方式分别对呋虫胺、UF 和 DN 3 种成分开展储藏稳定性试验, 稻米样品采自本单位试验园区试验田内, 水稻生长周期内未施用呋虫胺成分的农药, 样品经检测未发现呋虫胺及其代

谢物成分。精确称取 5.00 g 制备好的稻米空白样品 24 份, 平均分成 3 组, 每组 8 个, 每组样品中分别添加呋虫胺、UF、DN 的标准溶液, 添加水平控制在 0.50 mg/kg, 取样间隔设置为 0、30、90 和 180 d, 试验设置 2 个平行, 另外设计空白对照试验和 0.50 mg/kg 的质控样品。除 0 d 样品尽快检测外, 其余样品在 8 h 内冷冻储藏于-18 °C 冰柜中。稻米样品在储藏过程中呋虫胺、FU、DN 残留的降解率计算公式为式(1):

$$D = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100 \quad (1)$$

式中  $D$  为残留量降解率, %;  $C_0$  为残留初始浓度, mg/kg;  $C_t$  为储藏一定时间后样品中的残留浓度, mg/kg。

## 2 结果与分析

### 2.1 条件优化

#### 2.1.1 色谱-质谱条件的优化

为优化峰形, 采用水相中添加一定量酸的方法。试验比较了 0.1%甲酸溶液-乙腈、0.1%乙酸溶液-乙腈、0.1%甲酸溶液-甲醇和 0.1%乙酸溶液-甲醇 4 种流动相体系, 在梯度洗脱条件下, 流动相为 0.1%甲酸溶液-乙腈时, 灵敏度最高, 因此选择 0.1%甲酸-乙腈为流动相。由于呋虫胺有 1 个氧杂环, 在酸性条件下易被质子化, 因此选择 ESI+ 离子模式。为优化质谱条件, 配制 0.1 mg/L 的呋虫胺及其代谢物标准溶液, 经仪器自带的 Intellistart 软件优化后, 确定母离子、子离子、碰撞电压和锥孔电压等参数, 详见表 1。

#### 2.1.2 前处理条件的优化

试验比较了乙腈和甲酸水对样品中呋虫胺及其代谢物的提取效率, 发现乙腈渗透性强, 提取效率更高, 因此选择乙腈作为提取溶剂。本研究选用简单、快速、高效的分散固相萃取方法作为净化方法, 并对 PSA 的用量(50、100、150、200 mg)进行优化。结果显示当 PSA 用量为 150 mg 时, 基质效应较小, 回收率较高, 因此以 150 mg 为 PSA 的最佳用量。

### 2.2 线性关系

基质匹配标准工作溶液经高效液相色谱-串联质谱仪测定后, 以定量离子对的峰面积  $Y$  为纵坐标, 以呋虫胺、UF 和 DN 的标准溶液浓度( $X$ , mg/L)为横坐标, 绘制基质匹配标准工作曲线, 所得呋虫胺、UF 和 DN 标准曲线方程分别为  $Y=2974369X+384809$  ( $r=0.9991$ )、 $Y=1713868X+14299$  ( $r=0.9994$ ) 和  $Y=7973109X+124541$  ( $r=0.9976$ ), 相关系数  $r$  在 0.9976~0.9994 之间, 浓度与峰面积在 0.0005~0.5000 mg/L 范围内具有良好的线性关系, 符合农药残留分析方法要求。在信噪比( $S/N$ )为 3 时, 呋虫胺、UF、DN 的检出限(limit of detection, LOD)为 0.147、0.225、0.079 μg/kg, 方法的定量限为 0.05 mg/kg。

### 2.3 回收率及精密度

利用添加回收试验来衡量分析方法的正确度和精密度, 稻米空白样品中添加呋虫胺、UF 和 DN 标准溶液, 添加浓度均为 0.05、0.50、1.00 和 5.00 mg/kg, 每个浓度重复 5 次, 结果(表 2)表明, 呋虫胺及其 2 种代谢产物在 4 个添加水平下的平均回收率为 73.8%~103.1%, 相对标准偏差(relative standard deviations, RSDs)为 0.53%~7.94% ( $n=5$ ), 方法的准确度及精密度能满足稻米中呋虫胺及其代谢物 UF、DN 含

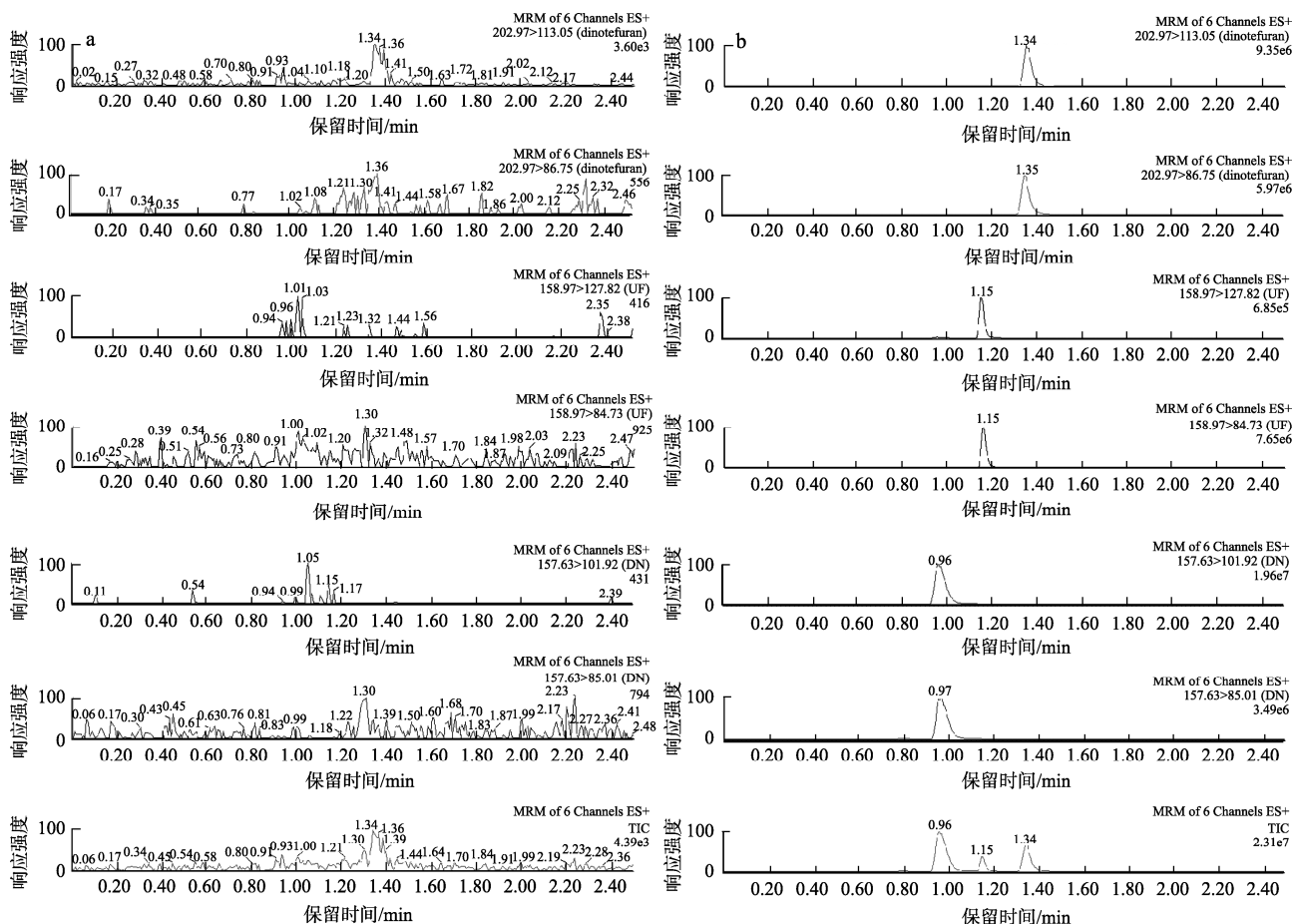
量的测定要求。由图谱(图 2)可见 3 种化合物在保留时间均未出现干扰峰, 说明该方法特异性较强、选择性较好。

### 2.4 储藏稳定性试验

呋虫胺、呋虫胺代谢物 UF、DN 在稻米中的储藏稳定性试验结果表明,  $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$  冷冻条件下, 随着储藏时间的增加, 稻米样品中三者的残留量变化不大。呋虫胺在稻米中 30 d 的平均降解率为 4.1%, 90 d 的平均降解率为 17.5%, 180 d 的平均降解率为 21.8%, 质控样品的平均回收率在

表 2 呋虫胺、UF、DN 在稻米中的平均回收率及相对标准偏差( $n=5$ )  
Table 2 Average recoveries and relative standard deviations for dinotefuran, UF and DN in rice ( $n=5$ )

农药	添加浓度/(mg/kg)							
	0.05		0.50		1.00		5.00	
	平均回收率/%	RSDs/%	平均回收率/%	RSDs/%	平均回收率/%	RSDs/%	平均回收率/%	RSDs/%
呋虫胺	73.8	2.21	77.0	7.53	91.5	1.51	96.2	0.53
UF	90.4	4.72	87.2	7.94	96.4	3.35	88.0	0.70
DN	103.1	1.74	96.7	3.60	92.6	4.17	82.9	1.31



注: a. 稻米空白样品; b. 稻米添加样品(添加浓度均为 0.50 mg/kg)。

图 2 呋虫胺、UF、DN 在稻米基质中的色谱图

Fig.2 Chromatograms of dinotefuran,UF and DN in rice

90.9%~101.6%之间; UF 在稻米样品中的残留量有所减少, 但 180 d 的平均降解率为 24.0%, 且整个试验设计的储藏期内, 各时间点的稻米样品中 UF 的残留量变化均未超过 30%; DN 在稻米中 30 d 的平均降解率为 4.0%; 90 d 的平均降解率为 13.3%; 180 d 的平均降解率为 18.8%。依据植物源性农产品中农药残留储藏稳定性试验准则中的判定标准, 当残留量变化(降解率)小于 30%时, 不影响残留数据的使用, 可以判定呋虫胺、UF 和 DN 在稻米中的储藏稳定期至少为 180 d。

### 3 结论与讨论

目前关于呋虫胺及其代谢物在农产品中的残留检测已有相关报道, 葛会林等<sup>[8]</sup>用乙腈提取, 减压浓缩至干后用二氯甲烷-甲醇混合液淋洗, NH<sub>2</sub> 柱净化, 采用液相色谱-串联质谱法检测其在糙米中的残留, 定量限为 0.05 mg/kg; 吴延灿等<sup>[11]</sup>借鉴 QuPpe 方法, 选用酸化甲醇作为提取剂, 采用抗干扰能力强的超高效液相色谱-串联质谱法 (ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS) 测定蔬菜中呋虫胺残留量, 方法检出限为 0.04~0.66 μg/L, 定量限均为 0.05 mg/kg; 刘炜等<sup>[14]</sup>采用 QuEChERS 方法, 1%甲酸-乙腈提取, 乙二胺-N-丙基硅烷和 C<sub>18</sub> 混合净化剂净化, 超高效液相色谱-串联质谱法检测柑橘中呋虫胺及其代谢物残留量, 方法定量限为 0.005~0.010 mg/kg。本研究通过对色谱-质谱条件以及前处理条件的优化, 采用乙腈提取, PSA 净化, 建立了稻米样品中呋虫胺、UF 和 DN 的高效液相色谱-串联质谱检测方法, 平均回收率为 73.8%~103.1%, 相对标准偏差范围为 0.53%~7.94%, 定量限为 0.05 mg/kg, 该方法具有简单、准确、灵敏等特点, 为有效监测稻米中呋虫胺残留提供了技术支持。

农药在残留样品中的储藏稳定性主要取决于农药自身的理化性质、样品基质特性和储藏温度条件 3 个方面, 因此在开展残留相关试验时, 应结合供试农药的理化性质及样品基质特性, 采取妥善的储藏条件, 在合理时间内完成残留样品检测, 以确保试验结果的准确性<sup>[20]</sup>。本研究通过对添加已知量浓度的呋虫胺、UF 和 DN 的稻米样品进行冷冻储藏和残留分析, 完成了呋虫胺及其代谢物在稻米中的储藏稳定性试验。结果表明, -18 °C 冷冻条件下, 稻米样品中呋虫胺及其 2 种代谢物随着储藏时间的增加残留量有所减少, 但根据植物源性农产品中农药残留储藏稳定性判断标准, 它们仍然趋于稳定, 可以判定呋虫胺及其 2 种代谢物在稻米中储藏稳定期至少为 180 d, 这为农药登记残留试验中呋虫胺成分农药在稻米样品中的低温储藏稳定性考察提供了参考。

### 参考文献

- [1] WAKITA T, KINOSHITA K, YAMADA E, *et al.* The discovery of dinotefuran: A novel neonicotinoid [J]. *Pest Manage Sci*, 2003, 59(9):

1016-1022.

- [2] 董旭, 段劲生, 王梅, 等. 呋虫胺及其代谢物在稻田环境中的残留规律 [J]. *农药*, 2016, 55(10): 753-756.  
DONG X, DUAN JS, WANG M, *et al.* Residue dynamics of dinotefuran and its metabolites in rice and paddy field [J]. *Agrochemicals*, 2016, 55(10): 753-756.
- [3] 贾曼婷, 石梦琪, 戚燕, 等. 呋虫胺在水稻及稻田环境中的残留与消解动态研究 [J]. *农产品质量与安全*, 2017, (5): 78-82.  
JIA MT, SHI MQ, QI Y, *et al.* Dynamic study on dinotefuran residues and digestion in rice and paddy fields [J]. *Qual Saf Agro-products*, 2017, (5): 78-82.
- [4] KAMEL A. Refined methodology for the determination of neonicotinoid pesticides and their metabolites in honey bees and bee products by liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS) [J]. *J Agric Food Chem*, 2010, 58(10): 5926-5931.
- [5] 蔡达夫, 徐钰哲, 熊胜, 等. 呋虫胺在我国稻田生态系统中的残留消解动态研究 [J]. *作物研究*, 2018, 32(6): 521-526.  
CAI DF, XU YZ, XIONG S, *et al.* Residue degradation dynamics of dinotefuran in paddy field ecosystem in China [J]. *Crop Res*, 2018, 32(6): 521-526.
- [6] 葛会林, 谢德芳, 郑雪虹, 等. 呋虫胺及其代谢物在水稻生态系统中的残留检测与消解动态 [J]. *农药学报*, 2019, 21(2): 211-218.  
GE HL, XIE DF, ZHENG XH, *et al.* Residues determination and dissipation dynamics of dinotefuran and its metabolites in rice ecosystem [J]. *Chin J Pestic Sci*, 2019, 21(2): 211-218.
- [7] 彭莎, 杨仁斌, 邹蓉, 等. 高效液相色谱测定水稻和稻田中呋虫胺残留分析法的建立 [J]. *湖南农业科学*, 2013, (7): 79-81.  
PENG S, YANG RB, ZOU R, *et al.* Establishment of high performance liquid chromatography analytic method for determining dinotefuran residue in rice and paddy field [J]. *Hunan Agric Sci*, 2013, (7): 79-81.
- [8] 葛会林, 谢德芳, 苏冰霞, 等. 呋虫胺在水稻生态系统中的残留消解及膳食风险评估 [J]. *热带作物学报*, 2019, 40(7): 1434-1440.  
GE HL, XIE DF, SU BX, *et al.* Dissipation, residues and dietary risk assessment of dinotefuran in rice ecosystem [J]. *Chin J Trop Crop*, 2019, 40(7): 1434-1440.
- [9] 张慧, 李迎东, 李忠华, 等. 速虫胺、呋虫胺及其代谢物在大棚黄瓜上残留消解动态 [J]. *农药*, 2019, 58(7): 508-510.  
ZHANG H, LI YD, LI ZH, *et al.* Dissipation and residue of dinotefuran and its metabolites in greenhouse cucumber and soil [J]. *Agrochemicals*, 2019, 58(7): 508-510.
- [10] 彭敏, 陈武瑛, 陈武荣, 等. 呋虫胺及其代谢物在甘蓝和土壤中的消解规律 [J]. *农药*, 2018, 57(2): 124-126.  
PENG M, CHEN WY, CHEN WR, *et al.* Degradation dynamics of dinotefuran and its metabolites in cabbage and soil [J]. *Agrochemicals*, 2018, 57(2): 124-126.
- [11] 吴延灿, 蒋冰心, 施艳红, 等. QuPpe-超高效液相色谱-串联质谱法测定蔬菜中呋虫胺及其代谢物残留 [J]. *食品科学*, 2018, 39(18): 262-266.  
WU YC, JIANG BX, SHI YH, *et al.* Simultaneous determination of dinotefuran and its metabolites in vegetables by QuPpe-UPLC-MS/MS [J]. *Food Sci*, 2018, 39(18): 262-266.
- [12] 李清华, 尹明明, 陈福良, 等. 甜瓜、茄子及棉花 3 种作物叶片中呋虫胺的超高效液相-串联质谱仪检测方法 [J]. *世界农药*, 2020, 42(2): 51-54.

- LI QH, YIN MM, CHEN FL, *et al.* The method of dinotefuran determination in leaves of melon, eggplant and cotton by UPLC-MS/MS [J]. *World Pestic*, 2020, 42(2): 51–54.
- [13] MUSFIQUR RM, JONG-HYOUK P, ABD EAM, *et al.* Feasibility and application of an HPLC/UVD to determine dinotefuran and its shorter wavelength metabolites residues in melon with tandem mass confirmation [J]. *Food Chem*, 2013, 136(2): 1038–1046.
- [14] 刘炜, 刘行, 杨晓凤, 等. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法测定柑橘中呋虫胺和螺虫乙酯残留量[J]. *食品安全质量检测学报*, 2020, 11(6): 1902–1908.
- LIU W, LIU X, YANG XF, *et al.* Determination of dinotefuran and spirotetramat residue in citrus by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2020, 11(6): 1902–1908.
- [15] XU F, DU GM, XU D, *et al.* Residual behavior and dietary intake risk assessment of flonicamid, dinotefuran and its metabolites on peach trees [J]. *J Sci Food Agric*, 2021. DOI: 10.1002/jsfa.11236
- [16] BAI AJ, CHEN A, CHEN WY, *et al.* Residue behavior, transfer and risk assessment of tolfenpyrad, dinotefuran and its metabolites during tea growing and tea brewing [J]. *J Sci Food Agric*, 2021, 95: 250.
- [17] ZENG L, CHEN FS, DONG SS, *et al.* Response surface methodology for the enantioseparation of dinotefuran and its chiral metabolite in bee products and environmental samples by supercritical fluid chromatography/tandem mass spectrometry [J]. *J Chromatogr A*, 2015, 1410: 181–189.
- [18] RAHMAN MDM, ABD EAM, CHOI JK, *et al.* Consequences of the matrix effect on recovery of dinotefuran and its metabolites in green tea during tandem mass spectrometry analysis [J]. *Food Chem*, 2015, 168: 445–453.
- [19] CHEN ZJ, SONG SM, MAO LY, *et al.* Determinations of dinotefuran and metabolite levels before and after household coffee processing in coffee beans using solid-phase extraction coupled with liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Sci Food Agric*, 2019. DOI: 10.1002/jsfa.9300
- [20] 张睿泓, 侯志广, 李广领, 等. 多抗霉素 B 在鲜人参中的储藏稳定性 [J]. *植物保护*, 2019, 45(6): 251–255.
- ZANG RH, HOU ZG, LI GL, *et al.* Storage stability of polyoxins B in fresh *Panax ginseng* [J]. *Plant Prot*, 2019, 45(6): 251–255.

(责任编辑: 于梦娇 张晓寒)

### 作者简介



张亮, 工程师, 主要研究方向为食品安全检测。

E-mail: zl8755251@163.com



吴银良, 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