

四唑虫酰胺及其代谢物 BCS-CQ63359 在番茄中的 消解规律与储藏稳定性研究

余苹中*, 赵尔成, 张锦伟, 靖俊杰, 陈莉, 贺敏, 陶燕

(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-串联三重四极杆质谱法 (ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS) 检测番茄中四唑虫酰胺及其代谢物 BCS-CQ63359 的分析方法, 并对四唑虫酰胺和 BCS-CQ63359 在番茄中的消解与储藏稳定性进行研究。**方法** 样品用乙腈涡旋提取, 经 N-丙基乙二胺 (primary secondary amine, PSA) 和无水硫酸镁净化后, 取上清液离心, 过 0.22 μm 滤膜, 采用 BEH C_{18} 色谱柱分离, 正电离模式下由 UPLC-MS/MS 测定。**结果** 在 0.001~0.500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的质量浓度范围内, 四唑虫酰胺和 BCS-CQ63359 进样浓度与峰面积呈现良好的线性关系, 相关系数为 0.9993~0.9999, 四唑虫酰胺和 BCS-CQ63359 检出限分别为 0.001 和 0.002 mg/kg , 定量限为 0.005 mg/kg 。四唑虫酰胺和 BCS-CQ63359 的回收率为 97%~106%, 相对标准偏差为 2%~4%。田间试验结果表明, 四唑虫酰胺在番茄中的降解半衰期为 1.3~4.4 d, 而 -20 $^{\circ}\text{C}$ 条件下四唑虫酰胺和 BCS-CQ63359 储藏 365 d 平均降解率为 2% 和 8%。**结论** 该方法的灵敏度、准确度和精密度符合农药残留分析要求。自然条件下, 四唑虫酰胺在番茄中的降解很快。根据农药残留储藏稳定性试验准则, 四唑虫酰胺和 BCS-CQ63359 在番茄中储藏 365 d 是稳定的。**关键词:** 四唑虫酰胺; 代谢物; 消解; 储藏稳定性; 超高效液相色谱-串联三重四极杆质谱法

Study on digestion rule and storage stability of tetraniliprole and its metabolite BCS-CQ63359 in tomato

YU Ping-Zhong*, ZHAO Er-Cheng, ZHANG Jin-Wei, JING Jun-Jie, CHEN Li, HE Min, TAO Yan

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

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of tetraniliprole and its metabolite BCS-CQ63359 in tomato by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS), and study the digestion and storage stability of tetraniliprole and BCS-CQ63359 in tomato. **Methods** The samples were extracted by acetonitrile vortex, purified by primary secondary amine (PSA) and anhydrous magnesium sulfate, and the supernatant was centrifuged, filtered through 0.22 μm filter membrane, separated by BEH C_{18} chromatographic column, and determined by UPLC-MS/MS in positive ionization mode. **Results** Within the mass concentration range of 0.001–0.500 $\mu\text{g}/\text{mL}$, the injection concentration of tetraniliprole and BCS-CQ63359 showed a

基金项目: 国家重点研发项目(2016YFD0201305)

Fund: Supported by the National Key Research Project of China (2016YFD0201305)

*通信作者: 余苹中, 博士, 副研究员, 主要研究方向为农药残留分析与风险评估。E-mail: pzhyu@sina.com.cn

*Corresponding author: YU Ping-Zhong, Ph.D, Associate Professor, Institute of Plant and Environmental Protection, Beijing Academy of Agricultural and Forestry Sciences, No.9, the Shuguang Road, Haidian District, Beijing 100097, China. E-mail: pzhyu@sina.com.cn

good linear relationship with the peak area, and the correlation coefficients were 0.9993–0.9999, the limits of detection of tetraniliprole and BCS-CQ63359 were 0.001 and 0.002 mg/kg, the limits of quantitation were 0.005 mg/kg, respectively. The recoveries of tetraniliprole and BCS-CQ63359 were 97%–106%, and the relative standard deviations were 2%–4%. Field test results showed that the degradation half-life of tetraniliprole in tomato was 1.3–4.4 d, while the average degradation rates of tetraniliprole and BCS-CQ63359 in storage at $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ for 365 d were 2% and -8%.

Conclusions The sensitivity, accuracy and precision of this method meet the requirements of pesticide residue analysis. Under natural conditions, the degradation of tetraniliprole in tomato is very fast. According to the pesticide residue storage stability test guidelines, tetraniliprole and BCS-CQ63359 are stable when stored in tomato for 365 d.

KEY WORDS: tetraniliprole; metabolite; dissipation; storage stability; ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

0 引言

四唑虫酰胺(tetraniliprole)化学名称 1-(3-氯吡啶-2-基)-N-[4-氰基-2-甲基-6-(甲基氨基甲酰)苯基]-3-[[5-(三氟甲基)-2H-四氮唑-2-基]甲基]-1H-吡唑-5-甲酰胺, 是德国拜耳作物科学开发的新型第二代邻氨基苯甲酰胺双酰胺类杀虫剂, 用于防治鳞翅目、鞘翅目和双翅目等害虫^[1-2], 其作用机制是通过激活钙释放通道中的兰尼碱受体, 导致昆虫肌肉失去控制而麻痹。该药可用于叶面处理、土壤处理和种子处理。2020 年该药先后在加拿大、澳大利亚等国家登记使用^[3-4], 同年, 四唑虫酰胺原药和四唑虫酰胺 200 g/L 悬浮剂 2 种产品首次在中国获得登记^[5]。

四唑虫酰胺纯品为米色粉末, 每日允许摄入量(allowable daily intake, ADI)为 0.884 mg/(kg·bw), 其检测方法有液相色谱^[6-7]和液相色谱-串联质谱分析方法^[8-12], 但关于四唑虫酰胺及其代谢物 BCS-CQ63359 的检测方法未见报道。图 1 和图 2 分别为四唑虫酰胺和代谢物 BCS-CQ63359 的结构式。目前有关四唑虫酰胺在作物中的残留研究还处在田间试验阶段^[13-15], 农药残留联席会议(Joint Meeting Pesticide Residues, JMPR)未对该药进行评估, 国际食品法典(Codex Alimentarius Commission, CAC)、美国、欧洲联盟、日本、中国均未制定四唑虫酰胺在作物上的最大残留限量(maximum residue limit, MRL)。本研究采用超高效液相色谱-串联三重四极杆质谱技术, 结合快速、高效的 QuEChERS 净化方法, 建立番茄中四唑虫酰胺及其代谢物残留量的检测方法, 同时对番茄中四唑虫酰胺和代谢物 BCS-CQ63359 的残留消解及其冷冻条件下的储藏稳定性进行研究, 以为指导四唑虫酰胺在番茄中的科学合理使用及制定四唑虫酰胺在番茄中的 MRL 值提供依据。

1 材料与方

1.1 仪器与试剂

XEVO TQ-XS 超高效液相色谱-质谱联用仪(配有

XEVO TQ-XS 检测器, 美国 Waters 公司); ME155DU 十万分之一电子分析天平(瑞士梅特勒托利多公司); JY2002 1/100 电子天平(上海舜宇恒平科学仪器有限公司); UMV-2 多管漩涡混合器(北京优晟联合科技有限公司); TDZ5-WS 台式低速离心机、H1650-W 台式高速离心机(湖南湘仪仪器实验开发有限公司); FOSS Homogenizer 2094 型粉碎机(丹麦福斯公司); KQ-500E 型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)。

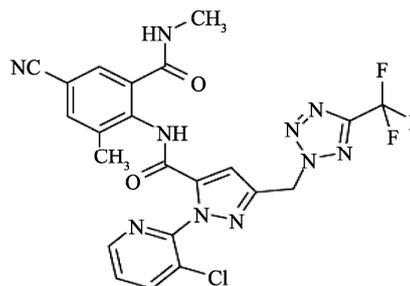


图 1 四唑虫酰胺结构式

Fig.1 Structure of tetraniliprole

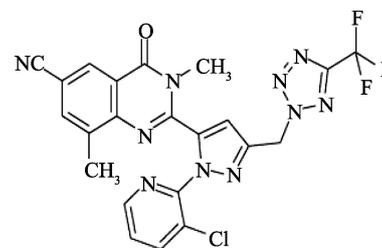


图 2 BCS-CQ63359 结构式

Fig.2 Structure of BCS-CQ63359

乙腈(色谱纯, 美国 Fisher Chemical 公司); 甲酸(分析纯, 美国赛默飞世尔科技有限公司); 无水硫酸镁、氯化钠(分析纯, 国药集团化学试剂有限公司); 四唑虫酰胺标准品(纯度 99.7%)、代谢物 BCS-CQ63359(纯度 98.5%)(德国拜耳股份公司); N-丙基乙二胺(primary secondary amine, PSA)(天津博纳艾杰尔科技有限公司); 哇哈哈纯净水(杭州

娃哈哈有限公司)。试验用的番茄样品均来自于田间试验。

0.1% (V:V) 甲酸水溶液: 1.0 mL 甲酸加入 999 mL 纯净水中, 混匀, 超声脱气, 当天配制现用。

1.2 田间试验

田间试验设在辽宁、山西、北京和安徽 4 个不同自然条件下的番茄主产区, 施药农药为 200 g/L 四唑虫酰胺悬浮剂, 施药浓度为 30 g a.i/hm² (制剂 10 g/亩), 小区面积为 30 m², 番茄生长到成熟个体一半大小时开始施药, 施药 2 次, 施药后 0、3、5、7、10 d 采集番茄样品进行检测。

1.3 样品处理

准确称取 10 g 匀浆番茄样品于 50 mL 离心管中, 加入 20 mL 乙腈, 涡旋 3 min, 使提取溶剂与样品充分接触, 加入 3 g 氯化钠, 涡旋 1 min 后 4000 r/min 离心 5 min。取 1.5 mL 上清液转移至 2 mL 净化管 (含 150 mg 无水 MgSO₄ 和 50 mg PSA) 中, 涡旋 1 min, 12000 r/min 离心 3 min, 取上清液过 0.22 μm 滤膜后进入 2 mL 进样瓶中, 待测。

1.4 标准溶液配制

准确称取 0.05015 和 0.05076 g 的四唑虫酰胺和代谢物 BCS-CQ63359 标准品分别于烧杯中, 用乙腈溶解并转移到 50 mL 容量瓶中, 分别配制成 1000 μg/mL 四唑虫酰胺和代谢物 BCS-CQ63359 标准储备液。

准确移取 1 mL 四唑虫酰胺标准储备液与 1 mL BCS-CQ63359 标准储备液, 用乙腈定容至 10 mL, 配制成 100 μg/mL 混合标准溶液。

1.5 色谱-质谱条件

高效液相色谱柱: ACQUITY UPLC BEH C₁₈ (100 mm×2.1 mm, 1.7 μm); 柱温: 40 °C; 流动相: 溶剂 A 为乙腈, 溶剂 B 为含 0.1% 甲酸水溶液; 梯度洗脱程序: 0 min 时, 10% A; 0~3.0 min 时, 10%~90% A; 3.0~4.0 min 时, 90% A; 4.0~4.2 min 时, 90%~10% A; 4.2~5.2 min 时, 10% A, 流速为 0.3 mL/min, 进样体积为 1 μL。

电离源为电喷雾离子源 (electrospray ionization, ESI), 检测方式为多反应监测正离子模式 (multiple reaction monitoring, MRM); 毛细管电压: 3.90 kV; 离子源温度: 150 °C; 去溶剂气温度: 400 °C, 去溶剂气流速: 700 L/h; 锥孔反吹气流速: 150 L/h; 碰撞气: 高纯氩气。数据处理软

件: MassLynx v 4.2。四唑虫酰胺及其代谢物 BCS-CQ63359 的质谱参数见表 1。

1.6 储藏稳定性试验

准确称取多份番茄空白样品至 50 mL 离心管中, 使每份样品中四唑虫酰胺或 BCS-CQ63359 的添加浓度均为 0.5 mg/kg, 离心管盖上盖子用封口膜密封, 2 h 内放入 -20 °C 冷库中储藏。取样间隔为 0、7、14、28、56、150、240、365 d, 每个储藏期取 2 个平行样品检测。质控样品在样品检测时由空白样品添加目标分析物标准溶液制备, 添加浓度与储藏样品添加浓度一致。每次添加 2 个质控样品。

2 结果与分析

2.1 前处理条件的优化

四唑虫酰胺及其代谢物均溶于乙腈、甲醇、丙酮、乙酸乙酯和二氯甲烷等极性溶剂, 考虑到流动相的条件和后续的净化, 本研究选取乙腈作为提取剂, 提取出的色素和油脂类杂质较少, 加入少量的 NaCl 盐析, 使乙腈和样品中的水质分层。QuEChERS 方法是近年来国际上兴起的农药残留检测前处理技术, 具有简单、快捷的优点^[16-18], 常采用的固相分散萃取剂主要有 PSA、C₁₈ 和石墨化炭黑 (graphitized carbon black, GCB) 等, 其中 PSA 能有效去除样本中的脂肪酸、糖类物质等极性基质杂质, C₁₈ 能去除部分非极性脂肪和脂溶性杂质, GCB 能去除色素和固醇类杂质。番茄中含有丰富的有机酸、糖类等物质, 因此本研究采用 PSA 作为净化剂。

2.2 质谱条件的优化

目前文献报道对四唑虫酰胺的检测均采用 ESI 模式电离^[9], 本研究分别配制 1.0 mg/L 的四唑虫酰胺和 BCS-CQ63359 标准溶液进行了 ESI⁺ 和 ESI 模式电离。对比发现, ESI⁺ 模式下可以得到响应更高的四唑虫酰胺和 BCS-CQ63359 母离子峰 [M+H]⁺, 母离子质量数分别为 545.0 和 526.9, 对母离子进行二级电离, 分别获得丰度比质量数为 355.9、112.1 和 388.9、112.1 的产物离子, 通过对电喷雾电压、锥孔电压和碰撞能量等条件的优化, 获得四唑虫酰胺和 BCS-CQ63359 的定性、定量离子对及碰撞能量的最佳参数, 见表 1。

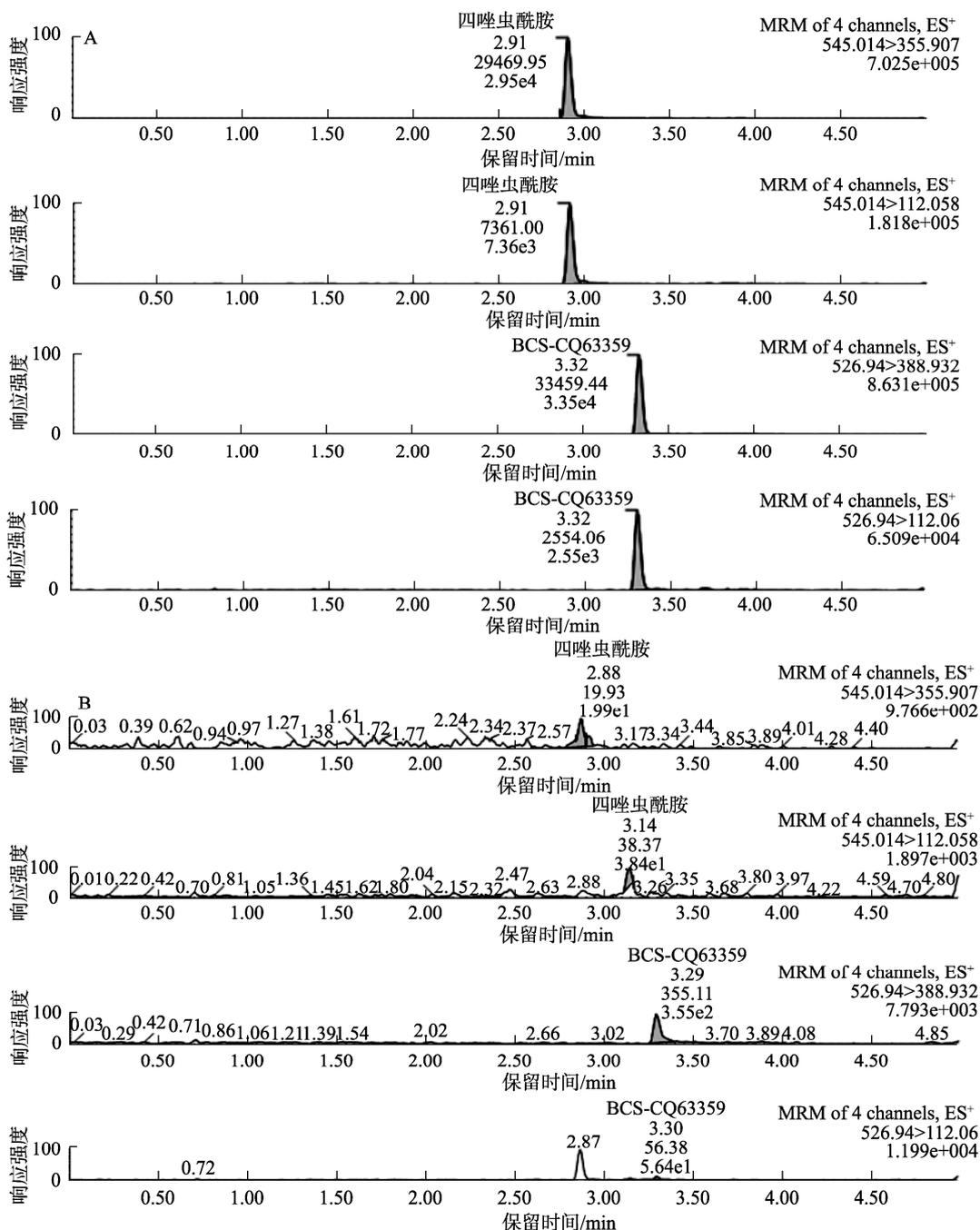
表 1 四唑虫酰胺及其 BCS-CQ63359 质谱检测参数
Table 1 Detection parameters of tetraniliprole and its BCS-CQ63359

化合物名称	分子式	保留时间 /min	母离子	定性离子对 (m/z)	定量离子对 (m/z)	锥孔电压 /V	碰撞电压 /V
四唑虫酰胺	C ₂₂ H ₁₆ ClF ₃ N ₁₀ O ₂	2.91	545.0	545.0/355.9 545.0/112.1	545.0/355.9	28 28	51 13
BCS-CQ63359	C ₂₂ H ₁₄ ClF ₃ N ₁₀ O	3.32	526.9	526.9/388.9 526.9/112.1	526.9/388.9	34 34	50 20

2.3 色谱条件的优化

本研究选取 1 mg/L 的四唑虫酰胺和 BCS-CQ63359 混合标准溶液, 采用 ACQUITY UPLC BEH C₁₈ (100 mm×2.1 mm, 1.7 μm) 色谱柱, 分别选用甲醇-水、乙腈-水和乙腈-0.1% 甲酸水溶液 3 种流动相对四唑虫酰胺和 BCS-CQ63359 进行分离。结果表明: 采用甲醇-水时, 四唑虫酰胺和 BCS-CQ63359 响应值偏低, 分离时间较长, 出现较多干扰小峰, 乙腈-水溶液

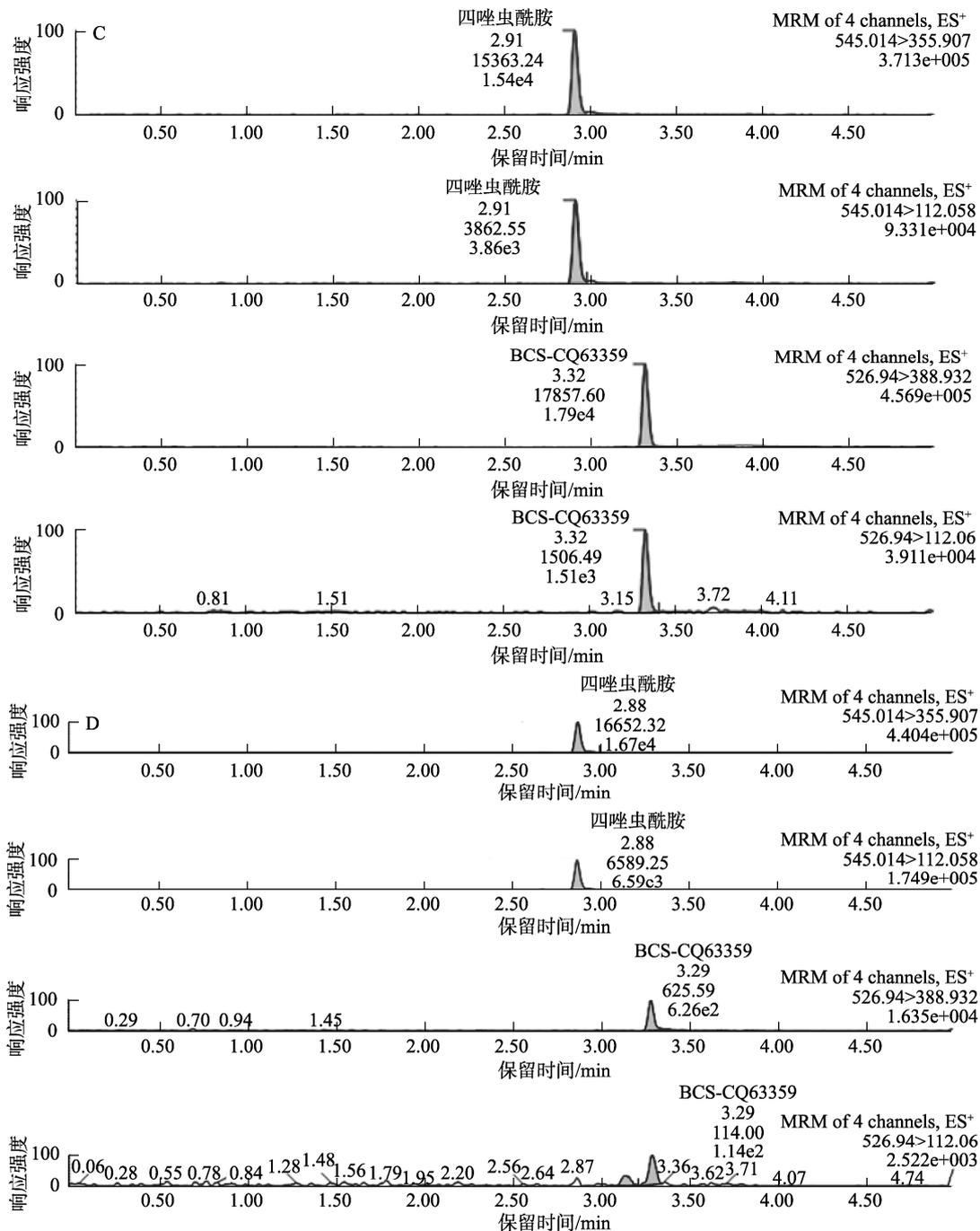
的分离时间比甲醇-水要短, 四唑虫酰胺出峰时间 2.91 min, BCS-CQ63359 出峰时间 3.32 min, 峰形较好, 2 种物质能很好地分离, 而在水溶液中加入 0.1% 甲酸水能明显增加四唑虫酰胺和 BCS-CQ63359 的电离, 提高离子化效率, 使灵敏度迅速提高, 得到更好的峰形和杂质分离的效果, 故本研究选择乙腈-0.1% 甲酸水溶液为流动相。标准样品、空白样品、0.005 mg/kg 添加和番茄样品色谱图见图 3。



注: A: 0.005 mg/kg 标准样品色谱图; B: 空白样品色谱图。

图 3 四唑虫酰胺和 BCS-CQ63359 在番茄样品中的色谱图

Fig.3 Chromatograms of tetraniliprole and BCS-CQ63359 in tomato samples



注: C: 0.005 mg/kg 添加色谱图; D: 番茄样品色谱图。

图3(续) 四唑虫酰胺和BCS-CQ63359在番茄样品中的色谱图

Fig.3 Chromatograms of tetraniliprole and BCS-CQ63359 in tomato samples

2.4 方法学验证

2.4.1 方法的线性、检出限、定量限及基质效应

移取一定量 1 $\mu\text{g/mL}$ 四唑虫酰胺和 BCS-CQ63359 混合标准溶液, 用乙腈逐级稀释配制质量浓度为 0.001、0.005、0.010、0.050、0.100、0.500 $\mu\text{g/mL}$ 的系列标准溶液。同时采用空白番茄样品提取净化液稀释标准液, 配制相应的

基质标准溶液, 结果表明, 在 0.001~0.500 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内, 四唑虫酰胺和 BCS-CQ63359 均呈现出良好的线性关系, 相关系数为 0.9993~0.9999。根据信噪比 $S/N=3$ 得出四唑虫酰胺和 BCS-CQ63359 检出限(limit of detection, LOD)分别为 0.001 和 0.002 mg/kg, 根据 NY/T 788—2018《农作物中农药残留试验准则》要求, 本研究的定量限(limit of quantitation, LOQ)通过添加回收率来确定, 四唑虫酰胺和 BCS-CQ63359

在番茄中的定量限均为 0.005 mg/kg。结果见表 2。

基质效应是液相色谱质谱分析中较常见的现象, 一般认为是由于待测组分与样品基质在离子电喷雾过程中雾滴表面离子化的竞争造成的, 该结果可能会显著地抑制或增强目标离子的生成效率及离子强度, 进而影响分析结果的准确性^[19-21]。LI 等^[22]认为, 当基质效应在±10%之间, 基质对分析物的干扰可以忽略不计, 当基质效应

在±(10%~20%)之间, 基质对分析物有轻微的干扰, 当基质效应在±(20%~50%)之间, 基质对分析物有中度的干扰, 当基质效应大于±50%, 基质对分析物有很强的增强或抑制作用。本研究中四唑虫酰胺和 BCS-CQ63359 在番茄基质中的基质效应为-16.7%和-14.3%, 表现出轻微的基质减弱效应, 在测定时, 为保证结果的准确性, 采用基质标准进行定量分析。

表 2 四唑虫酰胺和 BCS-CQ63359 在不同基质中的标准曲线及基质效应
Table 2 Standard curves and matrix effects of tetraniliprole and BCS-CQ63359 in different matrices

化合物	基质	标准曲线方程	相关系数(r^2)	LOD/(mg/kg)	LOQ/(mg/kg)	基质效应/%
四唑虫酰胺	番茄	$Y=5000000X+2899.2$	0.9998	0.001	0.005	-16.7
	乙腈	$Y=6000000X+1880.5$	0.9997			
BCS-CQ63359	番茄	$Y=6000000X+4219.2$	0.9993	0.002	0.005	-14.3
	乙腈	$Y=7000000X+3459.3$	0.9999			

2.4.2 方法的准确度与精密度

方法的准确度用添加回收率试验来评价。当空白番茄样品中添加浓度为 0.005、0.010、0.100 mg/kg 时, 四唑虫酰胺的回收率分别为 96%~107%、102%~110% 和 101%~109%; BCS-CQ63359 的回收率分别为 95%~99%、101%~112% 和 101%~107%, 符合回收率在 70%~120% 范围内的农药残留分析要求。检测方法的精密度用回收率试验的相对标准偏差(relative standard deviations, RSDs)来衡量。当番茄样品的添加浓度为 0.005、0.010 和 0.100 mg/kg 时, 四唑虫酰胺的 RSDs 为 3%~4%, BCS-CQ63359 的 RSDs 为 2%~4%, 符合农药残留分析小于 20% 的要求。四唑虫酰胺和 BCS-CQ63359 在番茄中的平均回收率、相对标准偏差见表 3。

表 3 四唑虫酰胺和 BCS-CQ63359 在番茄中的回收率和相对标准偏差($n=5$)

添加水平 (mg/kg)	四唑虫酰胺		BCS-CQ63359	
	平均回收率/%	RSDs/%	平均回收率/%	RSDs/%
0.005	103	4	97	2
0.010	105	3	106	4
0.100	104	3	103	2

2.5 四唑虫酰胺及其代谢物在番茄中的消解

四唑虫酰胺在番茄中的消解动态如图 4 所示。辽宁、山西、北京、安徽试验点四唑虫酰胺在番茄上的消解动态符合一级反应动力学方程 $C_t=C_0e^{-kt}$, 其中 C_t 为时间 t 后四唑虫酰胺在番茄中的残留量(mg/kg), C_0 为番茄中四唑虫酰胺的原始沉积量(mg/kg), k 为消解速率常数, 四地消解方

程分别为 $C=0.0605e^{-0.144t}$ 、 $C=0.0192e^{-0.22t}$ 、 $C=0.1523e^{-0.143t}$ 、 $C=0.0558e^{-0.258t}$, 绝对系数分别为 0.8010、0.8149、0.9100、0.9111。200 g/L 四唑虫酰胺悬浮剂以 10 g/亩的制剂浓度施用于番茄, 四地番茄样品中四唑虫酰胺的原始沉积量为 0.028~0.162 mg/kg, 半衰期为 1.3~4.4 d, 四唑虫酰胺在番茄样品中降解很快, 10 d 降解 80.7%~93.7%。所有消解试验样品中, BCS-CQ63359 残留量均小于 0.005 mg/kg, 说明在本研究的仪器条件下, 四唑虫酰胺在番茄的消解试验中没有代谢物 BCS-CQ63359 生成。

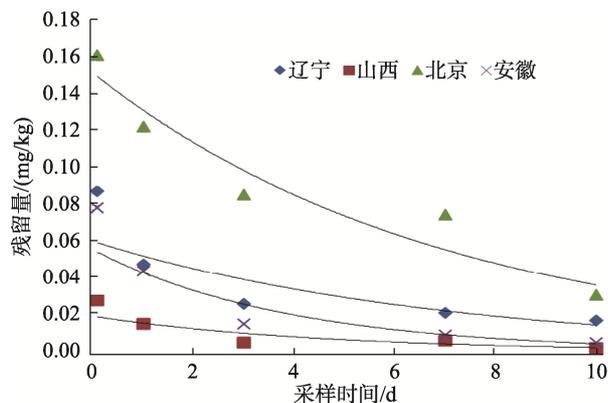


图 4 四唑虫酰胺在番茄中的消解动态

Fig.4 Degradation dynamics of tetraniliprole in tomato

2.6 四唑虫酰胺及其代谢物在番茄中的储藏稳定性

四唑虫酰胺是一种新药, 其储藏稳定性未见报道, 根据 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》, 对于稳定性不确定的农药, 最开始的取样时间以周来计算。本研究结果表明: -20 °C 储藏条件下, 0~4 周(28 d)的时间内, 四唑虫酰胺及其代谢物 BCS-CQ63359 在番茄中的平均消解率在 8% 和 10% 以内,

365 d 时, 四唑虫酰胺及其代谢物 BCS-CQ63359 在番茄中的平均消解率分别为 2%和-8%(结果未用回收率校正), 具体结果见表 4。NY/T 3094—2017 规定, 在样品储藏期间, 当样品中农药残留量降解率小于 30%, 表明该药在样品中

储藏稳定, 当降解率大于 30%, 表明该药在样品中储藏不稳定, 样品需在一个月之内检测完成。根据本试验结果, -20 °C 储藏条件下, 四唑虫酰胺及其代谢物 BCS-CQ63359 在番茄样品中储藏 365 d 是稳定的。

表 4 四唑虫酰胺及其代谢物 BCS-CQ63359 在番茄中的储藏稳定性
Table 4 Storage stabilities of tetraniliprole and its metabolite BCS-CQ63359 in tomato

储藏时间 /d	四唑虫酰胺				BCS-CQ63359			
	残留量 /(mg/kg)	平均降解率 /%	质控添加浓度 /(mg/kg)	平均回收率 /%	残留量 /(mg/kg)	平均降解率 /%	质控添加浓度 /(mg/kg)	平均回收率 /%
0	0.48	5	0.5	98	0.51	-1	0.5	103
7	0.47	8	0.5	107	0.49	2	0.5	105
14	0.51	-2	0.5	113	0.52	-4	0.5	110
28	0.48	5	0.5	106	0.45	10	0.5	99
56	0.45	10	0.5	95	0.49	2	0.5	98
150	0.41	20	0.5	97	0.49	1	0.5	104
240	0.52	-3	0.5	102	0.53	-6	0.5	103
365	0.49	2	0.5	99	0.54	-8	0.5	116

3 结 论

本研究建立了 QuEChERS 超高效液相色谱-串联三重四极杆质谱法测定番茄中四唑虫酰胺及其代谢物 BCS-CQ63359 残留量的分析方法, 该方法前处理简单、快速、环保、成本低, 灵敏度、准确度和精密度满足农药残留分析要求。该方法用于检测四唑虫酰胺及其代谢物 BCS-CQ63359 在番茄中的消解和储藏稳定性, 结果表明自然条件下, 四唑虫酰胺在番茄中的降解很快, 而-20 °C 的储藏条件下, 四唑虫酰胺及其代谢物 BCS-CQ63359 在番茄样品中储藏 365 d 是稳定的, 四唑虫酰胺和代谢物 BCS-CQ63359 在储藏期间未发生明显的降解, 研究结果以期为指导四唑虫酰胺在番茄上的科学合理使用及制定四唑虫酰胺在番茄中的最大残留限量提供依据。

参考文献

- [1] 杨吉春, 吴瞬, 王秀丽. 2014 年公开的新农药品种[J]. 农药, 2015, 54(3): 215-216, 226.
YANG JC, WU S, WANG XL. New agrochemicals disclosed in 2014 [J]. Agrochemicals, 2015, 54(3): 215-216, 226.
- [2] FISCHER R, FUNKE C, GESINGER, *et al.* Tetrazole substituted anthranilic acid amides as pesticides: WO, 2010069502 [P]. 2010-06-24.
- [3] 范小燕. 澳大利亚批准登记拜耳四唑虫酰胺类杀虫剂[J]. 现代农药, 2020, 19(2): 28.
FAN XY. Registration of Bayer tetrazolium amides approved in Australia [J]. Mod Agrochem, 2020, 19(2): 28.
- [4] 范小燕. 加拿大批准登记拜耳四唑虫酰胺类杀虫剂[J]. 现代农药, 2020, 19(2): 48.
FAN XY. Registration of Bayer tetrazolium amides approved in Cadan [J].

Mod Agrochem, 2020, 19(2): 48.

- [5] <http://www.haonongzi.com/news/20201229/10359.html> [Z].
- [6] 李卫, 张月, 贾浩然, 等. 18%四唑虫酰胺悬浮剂高效液相色谱分析方法[J]. 现代农药, 2019, 18(4): 32-34.
LI W, ZHANG Y, JIA HR, *et al.* Analysis of tetraniliprole 18% SC by HPLC [J]. Mod Agrochem, 2019, 18(4): 32-34.
- [7] 张静, 武鹏, 陈立萍, 等. 四唑虫酰胺种子处理悬浮剂高效液相色谱分析方法研究[J]. 农药科学与管理, 2017, 38(5): 48-51.
ZHANG J, WU P, CHEN LP, *et al.* Analytical method of tetraniliprole FS by HPLC [J]. Pestic Sci Admin, 2017, 38(5): 48-51.
- [8] 李卫, 张月, 贾浩然, 等. 18%四唑虫酰胺悬浮剂高效液相色谱串联质谱的分析方法[J]. 农药, 2019, 58(5): 344-346.
LI W, ZHANG Y, JIA HR, *et al.* Analysis of tetraniliprole 18% SC by HPLC-MS/MS [J]. Agrochemicals, 2019, 58(5): 344-346.
- [9] LI W, ZHANG Y, JIA HR, *et al.* Field control effect of 18% tetraniliprole suspension on rice stem borer [J]. Pesticide, 2019, 58(5): 344-346.
- [10] LI W, ZHANG Y, JIA HR, *et al.* Adsorption-desorption and leaching behaviors of tetraniliprole in three typical soils of China [J]. Bull Environ Contam Toxicol, 2019, 103: 623-629.
- [11] KAUSHIK E, DUBEY JK, PATYAL SK, *et al.* Persistence of tetraniliprole and reduction in its residues by various culinary practices in tomato in India [J]. Environ Sci Poll Res, 2019, 26: 224-224.
- [12] LI W, ZHANG Y, JIA HR, *et al.* Residue analysis of tetraniliprole in rice and related environmental samples by HPLC/MS [J]. Microchem J, 2019, 105 :1-7.
- [13] 徐丽娜, 吴晨源, 胡飞, 等. 四唑虫酰胺对棉田斜纹夜蛾的防治效果[J]. 新疆农业科学, 2020, 57(6): 1090-1094.
XU LN, WU CY, HU F, *et al.* Effects of tetraniliprole on the control of *Spodoptera litura* in cotton fields [J]. Xinjiang Agric Sci, 2020, 57(6): 1090-1094.

- [14] 唐菲菲, 杨舒天. 7 种药剂防治斜纹夜蛾室内药剂筛选试验[J]. 现代农业科技, 2019, (19): 94-96.
TANG FF, YANG ST. 7 kinds of fungicides for the control of *Spodoptera litura*, indoor fungicide screening test [J]. Mod Agric Sci Technol, 2019, (19): 94-96.
- [15] 王迎春, 李兰英, 龚雪蛟, 等. 6 种杀虫剂对茶园斜纹夜蛾的防治效果[J]. 安徽农业科学, 2019, 47(15): 145-147.
WANG YC, LI LY, GONG XJ, *et al.* Controleffect of six insecticides on *Spodoptera litura* in tea garden [J]. Anhui Agric Sci, 2019, 47(15): 145-147.
- [16] 高青珍. QuEChERS-色谱法快速测定蔬菜水果中的农药多残留[D]. 北京: 中国农业科学院, 2014.
GAO QZ. Rapid determination of multi-pesticide residues in vegetables and fruits by chromatography with QuEChERS [D]. Beijing: Chinese Academy of Agriculture Sciences, 2014.
- [17] 刘亚伟, 董一威, 孙宝利, 等. QuEChERS 在食品中农药多残留检测的应用研究进展[J]. 食品科学, 2009, 30(9): 285-289.
LIU YW, DONG YW, SUN BL, *et al.* Summary of application of QuEChERS method in multi-residue determination of pesticides in food [J]. Food Sci, 2009, 30(9): 285-289.
- [18] MAJORS RE. QuEChERS-A new technique for multiresidue analysis of pesticides in foods and agricultural samples [J]. LC GC Europe, 2008, 11(1): 22-31.
- [19] 赵金利, 王成龙, 刘佳, 等. 基于 QuEChERS-液质联用法测定蔬菜中农药多残留的基质效应[J]. 农药, 2018, 57(10): 742-746.
ZHAO JL, WANG CL, LIU J, *et al.* Matrix effects of different vegetables in pesticide residue analysis by using QuEChERS combined with high-performance liquid chromatograph-tandem mass spectrometry [J]. Agrochemicals, 2018, 57(10): 742-746.
- [20] 周剑, 王敏, 杨梦瑞. 液相色谱质谱分析中的基质效应研究[J]. 农产品质量与安全, 2018, (3): 67-70.
ZHOU J, WANG M, YANG MR. Studies on matrix effects of liquid chromatography-mass spectrometry [J]. Qual Saf Agro-prod, 2018, (3): 67-70.
- [21] STAHNKE H, REEMTSMA T, ALDER L. Compensation of matrix effects by postcolumn infusion of a monitor substance in multiresidue analysis with LC-MS/MS [J]. Anal Chem, 2009, (81): 2185-2192.
- [22] 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 multiwalled carbon nanotubes in dispersive solid-phase extraction and ultrahigh performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Chromatogr A, 2013, 1300: 95-103.

(责任编辑: 张晓寒 郑 丽)

作者简介



余苹中, 博士, 副研究员, 主要研究方向为农药残留分析与风险评估。
E-mail: pzhyu@sina.com.cn