

· 研究论文 ·

# 烯啶虫胺在水稻和稻田环境中的残留及消解动态

杨金川, 胡德禹\*, 张钰萍, 王卉, 安凤颖, 张侃侃

(贵州大学精细化工研究开发中心, 绿色农药与农业生物工程国家重点实验室培育基地/教育部重点实验室, 贵阳 550025)

**摘要:**采用高效液相色谱-紫外检测器(HPLC-UVD)测定了烯啶虫胺在稻田水、土壤、水稻植株和糙米样品中的消解动态及最终残留。田水样品用二氯甲烷萃取;土壤样品用水提取后经二氯甲烷萃取;水稻植株和糙米样品依次用水、丙酮提取,提取液经液液萃取及柱层析净化;HPLC-UVD检测。当烯啶虫胺在田水和土壤中的添加水平为0.1~5 mg/L和0.1~5 mg/kg,在植株和糙米中的添加水平为0.2~5 mg/kg时,其平均添加回收率在77.2%~100.3%之间,相对标准偏差(RSD)在1.9%~12.9%之间。烯啶虫胺在稻田水、土壤、植株和糙米中方法的定量限(LOQ)分别为0.1 mg/L和0.1、0.2、0.2 mg/kg,检出限(LOD)分别为0.04 mg/L和0.04、0.08、0.08 mg/kg。温室模拟消解动态试验结果显示,以推荐使用高剂量的20倍(有效成分1500 g/hm<sup>2</sup>)施药,烯啶虫胺在稻田水、土壤以及水稻植株中的消解动态规律均符合一级动力学方程,其半衰期分别为0.58、3.31及2.70 d,消解速率较快。最终残留试验表明,于大田分蘖期按推荐使用高剂量的1.5倍(有效成分112.5 g/hm<sup>2</sup>)分别施药3次和4次,间隔期为7 d,距最后一次施药7 d后采样,糙米中烯啶虫胺的残留量均低于LOD值(0.08 mg/kg)及日本规定的最大残留限量(MRL)值(0.5 mg/kg)。

**关键词:**烯啶虫胺;水稻;土壤;水;残留;消解动态

DOI:10.3969/j.issn.1008-7303.2012.05.09

中图分类号:S481.8;O657.72

文献标志码:A

文章编号:1008-7303(2012)05-0521-06

## Residue and decline dynamics of nitenpyram in rice and rice field

YANG Jinchuan, HU Deyu\*, ZHANG Yuping, WANG Hui,  
AN Fengying, ZHANG Kankan

(Research and Development Center for Fine Chemicals, State Key Laboratory Breeding Base of Green Pesticide and Agricultural Bioengineering/Key Laboratory of Green Pesticide and Agricultural Bioengineering, Ministry of Education, Guizhou University, Guiyang 550025, China)

**Abstract:** The residual dynamics and final residues of nitenpyram in water, soil, paddy and rice samples in supervised field residue trials were determined by high performance liquid chromatography equipped with ultraviolet detector (HPLC-UVD). Water samples were extracted with methylene chloride. Soil samples were extracted with water only, and paddy and rice samples firstly with water then with acetone. The extracts were cleaned up by liquid-liquid extraction, and further cleaned up by column chromatography. Under the fortified level 0.1 to 5 mg/L for water, 0.1 to 5 mg/kg for soil, and 0.2 to 5 mg/kg for paddy and rice, the recovery ranged from 77.2% to 100.3% with the relative standard deviations of 1.9% - 12.9%. The limit of quantification (LOQ) of the method was 0.1 mg/L

收稿日期:2012-03-04;修回日期:2012-06-17.

作者简介:杨金川,男,硕士研究生;\*通信作者(Author of correspondence);胡德禹,女,研究员,主要从事农药分析研究,E-mail:fcc.dyhu@gzu.edu.cn

for water, 0.1 mg/kg for soil, 0.2 mg/kg for paddy and rice. The limit of detection (LOD) of the method was 0.04 mg/L for water, 0.04 mg/kg for soil, 0.08 mg/kg for paddy and rice. The results of simulating dynamic test in greenhouse showed that applied at exaggerated rate of dosage (1 500 g *a. i.* /hm<sup>2</sup>), the half-life of nitenpyram was 0.58 days in water, 3.31 days in soil and 2.70 days in paddy, respectively. When sprayed for 3 and 4 times at 1.5 times of the recommended dosage (112.5 g *a. i.* /hm<sup>2</sup>), at interval time of 7 d after the last application, the final residues of nitenpyram in rice were lower than LOD (0.08 mg/kg) or the MRL of Japan (0.5 mg/kg).

**Key words:** nitenpyram; rice; soil; water; residue; residue decline

烯啶虫胺(nitenpyram)是继吡虫啉之后的又一新型烟酰胺类杀虫剂,广泛用于水稻、果树、蔬菜和茶叶等多种农作物上,可有效防治蚜虫、粉虱、水稻叶蝉和蓟马等多种害虫<sup>[1]</sup>。目前对烯啶虫胺在水果及蔬菜等作物上的检测方法已有报道,主要有高效液相色谱法<sup>[2-5]</sup>、气相色谱法<sup>[6]</sup>、高效液相色谱-质谱联用(HPLC-MS)法<sup>[7-9]</sup>以及超高效液相色谱-质谱联用(UPLC-MS)法<sup>[10]</sup>等。路彩虹等采用UPLC-MS法研究了烯啶虫胺在棉花及土壤中的消解动态,发现其在土壤中的降解速率( $t_{1/2}$ 为1.35~1.45 d)比在棉花中的快( $t_{1/2}$ 为5.58~5.75 d),施药21 d后,棉花及土壤中烯啶虫胺的残留量均低于检出限(LOD, 0.006 mg/kg)<sup>[10]</sup>。烯啶虫胺在我国发展较晚,到2008年底,国内仅有4家企业进行了产品登记<sup>[11]</sup>。目前我国尚未制定该药剂在农产品中的最大残留限量(MRL)标准,也未见关于烯啶虫胺在水稻及稻田环境中的残留分析方法及消解动态的研究报道。

笔者研究建立了测定烯啶虫胺在水稻及稻田环境中残留量的高效液相色谱-紫外检测器(HPLC-UVD)法,并运用所建立的方法,测定了50%烯啶虫胺可溶性粒剂(SG)不同施药剂量下在稻田水、土壤及水稻中的残留及消解动态,以期为烯啶虫胺在水稻中的残留检测研究、制定烯啶虫胺在我国水稻中的MRL值及其在水稻上的安全使用提供参考。

## 1 材料与方 法

### 1.1 主要仪器、药剂及试剂

Agilent 1100型高效液相色谱仪(UV检测器),美国安捷伦公司;GF-04-01型背负式手动喷雾器,台州广丰塑业有限公司。

烯啶虫胺(nitenpyram)标准品(纯度98.5%),购自Dr. Ehrenstorfer GmbH公司;50%烯啶虫胺可溶性粒剂(SG),由广西田园生化股份有限公司提供。超纯水(18.2 M $\Omega$ ·cm);十二烷基苯磺酸钠

(SDBS)、十二烷基磺酸钠(SDS)等试剂为分析纯;乙腈为色谱纯;Celite 545 硅藻土;硅镁型吸附剂:650℃烘烤5 h,5%二次水失活,于干燥器中保存;无水硫酸钠:550℃烘烤4 h,于干燥器中保存。

### 1.2 田间试验

1.2.1 试验设计 于2011年在贵州省贵阳市按《农药残留试验准则》<sup>[12]</sup>进行。50%烯啶虫胺SG在水稻上的推荐使用剂量为75.0~150 g/hm<sup>2</sup>(有效成分37.5~75.0 g/hm<sup>2</sup>)。小区面积为30 m<sup>2</sup>,各处理均设3个重复,小区间设保护行,同时设空白对照区。药剂按试验设计施用剂量直接对水稀释后喷雾(用水量为750 kg/hm<sup>2</sup>)。

#### 1.2.2 消解动态试验

1.2.2.1 烯啶虫胺在稻田土壤及水中的消解动态 选择试验田附近空地(30 m<sup>2</sup>),用50%烯啶虫胺SG以推荐使用高剂量的2倍(有效成分150 g/hm<sup>2</sup>)喷施水面。分别于施药后2 h及1、3、5、7、10、14、21、30、45 d采集0~10 cm深土样,每次采1 kg以上;同时多点取水样,每次取2 L以上,混匀后取1 L供试。

1.2.2.2 烯啶虫胺在植株中的消解动态 于孕穗期采用50%烯啶虫胺SG以推荐使用高剂量的1.5倍(有效成分112.5 g/hm<sup>2</sup>)喷施水稻全株,分别于施药后2 h及1、3、5、7、10、14、21、30、45 d采集土表上的去根全株样本1 kg以上供试。

1.2.3 最终残留试验 于大田分蘖期用50%烯啶虫胺SG按推荐使用高剂量(有效成分75.0 g/hm<sup>2</sup>)及其1.5倍剂量(有效成分112.5 g/hm<sup>2</sup>)分别施药3次、4次,施药间隔期为7 d,分别于末次施药后7、14和21 d随机采集样品。取晒干后的稻草1 kg以上,籽粒2 kg以上,随机取0~15 cm深土样1 kg以上。所有样品均直接分析或于-20℃冰柜中保存待测。

1.2.4 温室模拟消解动态试验 日光玻璃温室,开窗通风换气,自然光照,温度为15~25℃,相对湿度

为40%~60%。植株中消解试验小区面积为9 m<sup>2</sup>,水样与土壤中消解试验小区面积为2 m<sup>2</sup>。按1.2.2节消解动态试验方法,用50%烯啶虫胺SG以推荐使用高剂量的20倍(有效成分1500 g/hm<sup>2</sup>)分别施药、采样。

### 1.3 分析方法

#### 1.3.1 样品提取与净化

1.3.1.1 田水样品 准确量取30 mL田水样品于250 mL分液漏斗中,加入3 g氯化钠与0.3 g SDBS,混匀。依次用50、50、30 mL二氯甲烷萃取,每次5 min。收集二氯甲烷相过装有无水硫酸钠和脱脂棉的三角漏斗。合并滤液,于40 ℃下旋蒸浓缩至近干,氮气吹干,用甲醇定容至1 mL,0.45 μm滤膜过滤,待HPLC检测。

1.3.1.2 土壤样品 准确称取20 g土壤样品于150 mL锥形瓶中,加入50 mL水,振荡提取1 h,取上层水液于20 ℃、4 000 r/min下离心5 min。准确量取25 mL上层清液于250 mL分液漏斗中。其余处理同田水样品。

1.3.1.3 水稻植株及糙米样品 准确称取经切碎(捣碎)的植株(糙米)样品10 g于250 mL锥形瓶中,加入60 mL水,振荡提取1 h,再加入40 mL丙酮快速振荡15 min,经铺有Celite 545的砂芯漏斗快速抽滤。量取50 mL澄清滤液于100 mL梨形瓶中,45 ℃下旋蒸除去丙酮。将水相转移至250 mL分液漏斗中,同田水样品处理,滤液于40 ℃旋蒸浓缩至近干,待柱层析净化。

采用二氯甲烷湿法装柱。在层析柱内依次填入5 mm厚无水硫酸钠、2 g弗罗里硅土和5 mm厚无水硫酸钠,加入植株(糙米)样品浓缩液。先用7 mL V(二氯甲烷):V(甲醇)=8:1的淋洗液预淋洗,弃掉淋洗液,再用甲醇洗脱。收集80 mL洗脱液于梨形瓶中,50 ℃下浓缩至近干,氮气吹干,用甲醇定容至1 mL,过0.45 μm滤膜,待HPLC检测。

1.3.2 色谱分析条件 Lichrospher C<sub>18</sub>色谱柱(4.6 mm×250 mm,5 μm);温度25 ℃;流速1 mL/min;检测波长270 nm;进样量20 μL。梯度洗脱:0~14 min,V(乙腈):V(水)=13:87;14.1~19 min,V(乙腈):V(水)=90:10;19.1~25 min,V(乙腈):V(水)=13:87。在此色谱条件下,烯啶虫胺的保留时间为10.7 min。

1.3.3 标准曲线绘制 准确称取0.0255 g烯啶虫胺标准品于50 mL容量瓶中,用甲醇溶解并定容,配制成质量浓度为502 mg/L的标准品母液,再用

甲醇分别稀释成质量浓度为1.04、5.02、15.1、25.1和50.2 mg/L的系列标准工作溶液,在1.3.2节色谱条件下进行测定。

1.3.4 添加回收试验 取制备好的空白对照样品,加入一定量的烯啶虫胺标准品,按1.3.1节方法进行提取、净化,按1.3.2节色谱条件进行检测,测定回收率及相对标准偏差。烯啶虫胺在田水中的添加水平为0.1~5 mg/L,在土壤中的添加水平为0.1~5 mg/kg,在植株和糙米中的添加水平为0.2~5 mg/kg。每个浓度重复5次。

## 2 结果与分析

### 2.1 标准曲线与线性相关性

以峰面积y为纵坐标、进样质量浓度x为横坐标绘制标准曲线。结果表明,在1.04~50.2 mg/L范围内,烯啶虫胺峰面积与进样质量浓度间呈良好的线性关系,线性方程为 $y = 34.96x - 12.805$ ,相关系数 $r = 0.9997$ 。测得仪器的最小检出量为 $1.9 \times 10^{-8}$  g。

### 2.2 方法的定量限和检出限

由于烯啶虫胺在UVD上的灵敏度较低,以致其检出限(LOD)较高,但UVD法噪音低,线性范围宽,稳定性好,无基质效应问题。通过添加回收实验,测得田水样品中方法的定量限(LOQ)为0.1 mg/L、土壤样品中的LOQ值为0.1 mg/kg,植株及糙米样品中的LOQ值为0.2 mg/kg;按3倍信噪比计算得到田水、土壤样品中方法的LOD值为0.04 mg/kg,植株及糙米样品中的LOD值为0.08 mg/kg。相关谱图见图1~图2。

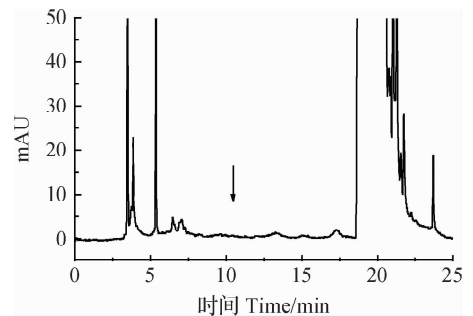


图1 糙米空白样品色谱图

Fig. 1 Sample chromatogram of rice

### 2.3 分析方法的优化

以田水和植株样品为例,分别对提取剂、萃取剂、萃取剂中的添加剂、淋洗剂以及HPLC-UVD的各项参数进行了优化,优化选择过程见图3~图6。

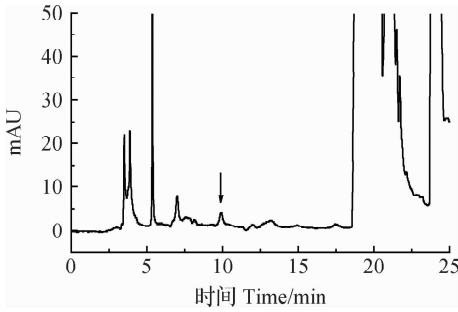


图 2 糙米中添加烯啶虫胺的色谱图(0.20 mg/kg)

Fig. 2 Chromatogram of nitenpyram in rice(0.20 mg/kg)

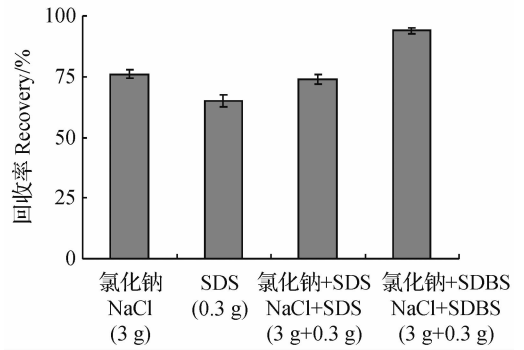
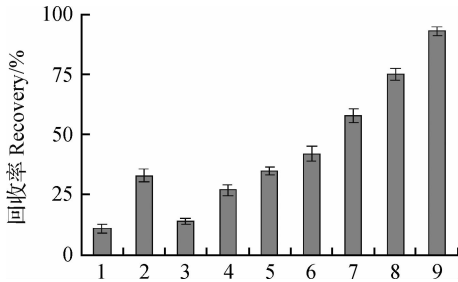


图 5 用二氯甲烷萃取时加入不同添加剂下的回收率(田水样品)

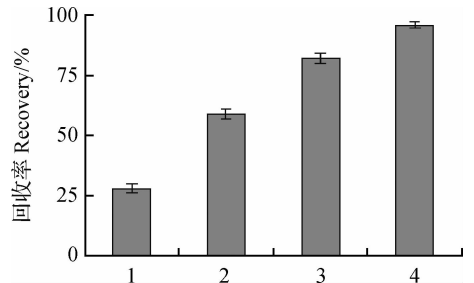
Fig. 5 Recovery of different addition agents while extracted with methylene chloride (sample of water)



- 1. 甲醇; 2. V(甲醇): V(水) = 1:1; 3. 丙酮; 4. V(丙酮): V(水) = 4:1; 5. V(丙酮): V(水) = 2:1; 6. V(丙酮): V(水) = 1:1; 7. V(丙酮): V(水) = 1:2; 8. V(丙酮): V(水) = 1:4; 9. 水
- 1. methanol; 2. V(methanol): V(water) = 1:1; 3. acetone; 4. V(acetone): V(water) = 4:1; 5. V(acetone): V(water) = 2:1; 6. V(acetone): V(water) = 1:1; 7. V(acetone): V(water) = 1:2; 8. V(acetone): V(water) = 1:4; 9. water

图 3 不同提取剂下的回收率(植株样品)

Fig. 3 Recovery of different extraction solvents (sample of paddy)



- 1. V(二氯甲烷): V(甲醇) = 2:1; 2. V(二氯甲烷): V(甲醇) = 1:2; 3. V(二氯甲烷): V(甲醇) = 1:4; 4. 甲醇

- 1. V(methylene chloride): V(methanol) = 2:1; 2. V(methylene chloride): V(methanol) = 1:2; 3. V(methylene chloride): V(methanol) = 1:4; 4. methanol

图 6 二氯甲烷与甲醇不同体积比淋洗时的回收率(植株样品)

Fig. 6 Recovery of different proportion of methylene chloride and methanol in washing solution (sample of paddy)

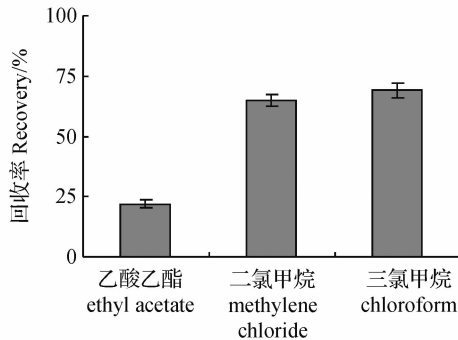


图 4 不同萃取剂下的回收率(田水样品)

Fig. 4 Recovery of different extraction solvents (sample of water)

适量氯化钠 + SDBS)液液萃取,柱层析净化 [V(二氯甲烷): V(甲醇) = 8:1 预淋洗,甲醇洗脱]。

### 2.4 方法的准确度与精密度

当田水及土壤样品中的添加水平分别为 0.1 ~ 5 mg/L 和 0.1 ~ 5 mg/kg,水稻植株及糙米样品中的添加水平为 0.2 ~ 5 mg/kg 时,烯啶虫胺在田水、土壤、植株及糙米样品中的平均添加回收率在 77.2%~ 100.3% 之间,相对标准偏差 (RSD) 在 1.9%~ 12.9% 之间(见表 1),符合农药残留分析标准要求。

### 2.5 消解动态试验结果

按照推荐使用高剂量 2 倍的剂量(有效成分 150 g/hm<sup>2</sup>) 施药,由于施药量小,导致 2 h 后烯啶虫胺在稻田水、土壤及水稻植株中的沉积残留量

以确定的田水样品的最佳萃取条件为依据,通过对比植株样品的提取与净化过程,筛选出植株样品的最佳前处理条件为:依次用纯水和丙酮振荡提取,合并提取液,旋蒸除去丙酮;用二氯甲烷(加入

表 1 烯啶虫胺在田水、土壤、植株及糙米样品中的添加回收率及相对标准偏差 ( $n=5$ )Table 1 Recovery of nitenpyram and RSD in water, soil, paddy and rice fortified with nitenpyram ( $n=5$ )

添加水平 Fortified level/ (mg/L or mg/kg)	平均回收率 Average recovery/%				相对标准偏差 RSD/%			
	田水 Water	土壤 Soil	水稻植株 Paddy	糙米 Rice	田水 Water	土壤 Soil	水稻植株 Paddy	糙米 Rice
5	100.3	77.2	78.4	82.1	1.9	2.6	7.9	8.2
0.5	77.7	82.7	81.4	91.9	8.1	9.1	6.7	12.9
0.2	-	-	93.1	95.3	-	-	7.0	11.7
0.1	83.8	86.0	-	-	12.2	7.0	-	-

注 (Note): “-”表示未做样品在该添加水平下的回收率试验 (“-” Indicated that without making the recovery test of the sample in this added level)。

均过低(分别为 0.71 mg/L、小于 0.04 mg/kg 和 0.31 mg/kg), 因消解速率过快, 均未得到消解动态曲线。因此增大施药剂量, 按推荐使用高剂量的 20 倍(有效成分 1 500 g/hm<sup>2</sup>)进行了温室模拟试验, 其消解动态方程、相关系数及半衰期结果见表 2, 从中可看出: 在实验室模拟条件下, 烯啶虫胺在水稻植株和稻田水中的半衰期均小于 2.70 d, 消解速率较快, 属易降解性农药 ( $t_{1/2} < 30$  d)<sup>[13]</sup>。在土壤样品中均未检测到该农药, 推测可能是由于烯啶虫胺极易溶于水(溶解度  $\geq 870$  g/L, 20 °C)<sup>[1]</sup>, 在稻田施用后, 药剂先溶于水中, 因其在水中消解过快(2 d 后可消解 90% 以上), 故在土壤中未检测到。因此最终选用去除水层的稻田湿土(含水率为 36%)重新进行了土壤中的模拟消解动态试验。从表 2 中可知, 烯啶虫胺在模拟稻田土壤中的  $t_{1/2}$  为 3.31 d, 与路彩虹等<sup>[10]</sup>采用 UPLC-MS 法测得其在土壤中的  $t_{1/2}$  为 1.35 ~ 1.45 d 有所不同, 这可能是由于外界环境、土壤类型、土壤理化性质、pH 值、土壤微生物等因素不同而造成的。但研究结果均表明, 烯啶虫胺在土壤中的消解速率较快 ( $t_{1/2} < 4$  d)。

表 2 实验室模拟试验中烯啶虫胺在水稻植株、田水及土壤中的消解动态方程、相关系数及半衰期(贵阳)

Table 2 The regression equation of dynamic state, correlation efficient and half lives of nitenpyram in paddy rice, water and soil in laboratory room (Guiyang)

样品 Samples	消解动态方程 Regression equation	相关系数( $r$ ) Correlation coefficient	半衰期/d Half-life
田水 Water	$C_t = 5.253 1e^{-1.195 7t}$	-0.976 6	0.58
土壤 Soil	$C_t = 1.661 0e^{-0.209 1t}$	-0.947 2	3.31
植株 Paddy	$C_t = 16.379e^{-0.257 1t}$	-0.980 2	2.70

## 2.6 最终残留

结果表明, 距末次施药后 7、14 和 21 d, 在按推荐使用高剂量(有效成分 75 g/hm<sup>2</sup>)及其 1.5 倍剂量(有效成分 112.5 g/hm<sup>2</sup>)处理的土壤、水稻植株及糙米中, 烯啶虫胺的残留量均低于其 LOD 值(土壤中低于 0.04 mg/kg, 水稻植株及糙米中均低于 0.08 mg/kg)。

## 3 结论

与张贵群等<sup>[6]</sup>及路彩虹等<sup>[10]</sup>报道的方法相比, 本研究所建立的烯啶虫胺在水稻及环境中残留的 HPLC-UVD 分析方法减少了有机溶剂的用量, 降低了对环境的污染; 在样品的萃取过程中加入十二烷基苯磺酸钠, 使其回收率大幅提高(从 70% 提高到 93%), 且检测方法简便、准确; 对糙米和植株的 LOQ 值均为 0.20 mg/kg; 田水、土壤、植株及糙米中的添加回收实验结果均符合农药残留检测标准要求; 因此可用于烯啶虫胺在水稻及其环境中的残留检测。

研究发现, 烯啶虫胺在稻田水和植株中的消解动态规律均符合一级动力学方程式  $C_t = C_0 \cdot e^{-kt}$ , 其在稻田水、土壤和植株中的降解速率均较快, 半衰期分别为 0.58、3.31 和 2.70 d。采用 50% 烯啶虫胺 SG 按推荐使用高剂量及其 1.5 倍剂量施药 3 次或 4 次, 距末次施药间隔 7、14 和 21 d 收获的糙米中均未检出该药剂残留, 即其残留量低于方法的 LOD 值(0.08 mg/kg), 并且也远低于日本设定的 MRL 标准(0.50 mg/kg)<sup>[14]</sup>。该结果可为我国制定烯啶虫胺在糙米中的 MRL 标准提供参考。

## 参考文献 (Reference):

- [1] 李建, 周彩荣, 余永红. 新烟碱类杀虫剂: nitenpyram [J]. 河南化工, 2004(8): 4-6.  
LI Jian, ZHOU Cairong, SHE Yonghong. A neonicotinoid

- insecticide; nitenpyram [J]. *Henan Chem Indus*, 2004 (8): 4-6. (in Chinese)
- [2] 侯如燕, 卞红正, 赵秀霞, 等. 固相萃取-液相色谱测定复杂基质蔬菜中 9 种烟碱类残留 [J]. *分析测试学报*, 2011, 30 (1): 58-63.  
HOU Ruyan, BIAN Hongzheng, ZHAO Xiuxia, *et al.* Determination of nicotinoid residues in complicated matrix vegetables by solid phase extraction and HPLC method [J]. *J Instrum Anal*, 2011, 30 (1): 58-63. (in Chinese)
- [3] 王志敏. 烯啶虫胺的高效液相色谱分析 [J]. *现代农药*, 2007, 6 (1): 29-31.  
WANG Zhimin. Determination of nitenpyram by HPLC [J]. *Mod Agrochem*, 2007, 6 (1): 29-31. (in Chinese)
- [4] OBANA H, OKIHASHI M, AKUTSU K, *et al.* Determination of acetamiprid, imidacloprid, and nitenpyram residues in vegetables and fruits by high-performance liquid chromatography with diodearray detection [J]. *J Agric Food Chem*, 2002, 50 (16): 4464-4467.
- [5] WATANABE E, BABA K, EUN H. Simultaneous determination of neonicotinoid insecticides in agricultural samples by solid-phase extraction cleanup and liquid chromatography equipped with diode-array detection [J]. *J Agric Food Chem*, 2007, 55 (10): 3798-3804.
- [6] 张贵群, 聂思桥, 龙丽萍, 等. 气相色谱法分析甘蓝及其土壤中的烯啶虫胺残留 [J]. *色谱*, 2010, 28 (11): 1103-1106.  
ZHANG Guiqun, NIE Siqiao, LONG Liping, *et al.* Determination of nitenpyram residue in cabbage and soil using gas chromatography [J]. *Chin J Chrom*, 2010, 28 (11): 1103-1106. (in Chinese)
- [7] GARCÍA-REYES J F, GILBERT-LÓPEZ B, MOLINA-DÍAZ A. Determination of pesticide residues in fruit-based soft drinks [J]. *Anal Chem*, 2008, 80 (23): 8966-8974.
- [8] OBANA H, OKIHASHI M, AKUTSU K, *et al.* Determination of neonicotinoid pesticide residues in vegetables and fruits with solid phase extraction and liquid chromatography mass spectrometry [J]. *J Agric Food Chem*, 2003, 51 (9): 2501-2505.
- [9] LIU S Y, ZHENG Z T, WEI F L, *et al.* Simultaneous determination of seven neonicotinoid pesticide residues in food by ultraperformance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *J Agric Food Chem*, 2010, 58 (6): 3271-3278.
- [10] 路彩虹, 刘新刚, 董丰收, 等. 烯啶虫胺在棉花和土壤中的残留及消解动态 [J]. *环境化学*, 2010, 29 (4): 614-618.  
LU Caihong, LIU Xingang, DONG Fengshou, *et al.* Residue and degradation of nitenpyram in cotton and soil [J]. *Environ Chem*, 2010, 29 (4): 614-618. (in Chinese)
- [11] 孙慧, 杨春河. 新型杀虫剂烯啶虫胺 [J]. *精细与专用化学品*, 2009, 17 (11): 16-18.  
SUN Hui, YANG Chunhe. The novel insecticide of nitenpyram [J]. *Fine Spec Chem*, 2009, 17 (11): 16-18. (in Chinese)
- [12] NY/T 788—2004, 农药残留试验准则 [S]. 北京: 中国农业出版社, 2004.  
NY/T 788—2004, Pesticides guidelines for residual tests [S]. Beijing: China Agriculture Press, 2004. (in Chinese)
- [13] 刘丰茂. 农药质量与残留实用检测技术 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2011: 213.  
LIU Fengmao. Practical Analytical Technology of Pesticide and Residue [M]. Beijing: China Agriculture Press, 2011: 213. (in Chinese)
- [14] 庄无忌. 国际食品饲料中农药残留限量法规: 第二卷 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2010: 325.  
ZHUANG Wuji. The Global Regulations on Maximum Residue Limits (MRLs) for Pesticides in Foodstuffs and Feedstuffs, Vol 2 [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2010: 325. (in Chinese)

(责任编辑: 唐 静)

## 欢迎订阅 2013 年《世界农药》

《世界农药》杂志创刊于 1979 年, 由上海市农药研究所主办, 是集权威性、学术性、实用性为一体的农药专业双月刊, 面向国内外公开发行人。《世界农药》从农药品种、合成工艺、研究方法、规格标准、分析检验、生测及使用技术、防治及作用机理、残留代谢、环境影响及劳动保护、政府相关法令及市场动态等各方面, 全面系统地介绍了国内外农药的发展动态。

《世界农药》全年 6 期, 适于科研院所、大专院校、外贸公司、跨国公司驻中国办事处, 以及国外从事农药及相关行业的机构、代理商和个人订阅。

2013 年, 针对上海“第十三届中国国际农用化学品及植保展览会”、英国格拉斯哥“农作物科学与技术展览会”和第十二届全国农药交流会, 《世界农药》杂志社将出版二本精美的中英文《世界农药》增刊, 向全世界农药行业发行, 欢迎广大读者订阅。

《世界农药》逢双月底出版, 邮发代号: 4-240, 各地邮局均可订阅, 也可直接汇款到杂志社订阅, 国内全年定价 108 元/年, 增刊 18 元/本。

《世界农药》现全面征集农药及相关行业中英文广告宣传

地址: 上海市斜土路 2354 号

邮编: 200032

电话: 编辑部 021-64389995

传真: 021-64389995

徐萃娟 021-64387891 转 218

信箱: sjnywp@163.com

帐户: 上海市农药研究所 账号: 1001271509008944067 开户行: 工商银行上海市华山路支行

银行汇款请注明编辑部刊款。请将详细地址、收件人隶属于哪个部门填写清楚, 以免寄刊失误。

汇款后请将发行凭证传真至《世界农药》编辑部。