

◆ 残留与环境 ◆

QuEChERS-UPLC-MS/MS同时测定玉米田环境中 氯氟吡氧乙酸和氯氟吡氧乙酸异辛酯的残留量

孙悦萍, 陈国峰*, 任红波, 马文琼, 金海涛

(黑龙江省农业科学院农产品质量安全研究所 哈尔滨 150086)

摘要:建立了使用分散固相萃取的QuEChERS结合超高效液相色谱串联质谱(UPLC-MS/MS)对玉米、鲜食玉米、秸秆以及土壤中氯氟吡氧乙酸和氯氟吡氧乙酸异辛酯进行定量测定的方法。结果表明,氯氟吡氧乙酸和氯氟吡氧乙酸异辛酯在0.005~0.5 mg/L内线性关系良好,相关系数高于0.999 8。氯氟吡氧乙酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸在玉米、鲜食玉米、秸秆和土壤中的平均添加回收率在84.6%~103.8%,相对标准偏差(RSD)为0.7%~5.4%。氯氟吡氧乙酸和氯氟吡氧乙酸异辛酯在玉米、鲜食玉米、秸秆以及土壤中的定量限(LOQ)均为0.05 mg/kg,最低检测限(LOD)分别为 1.1×10^{-3} ng和 2.5×10^{-3} ng。该方法准确度、精密度和灵敏度较高,线性关系良好,具有简便、快速、准确及分离效果好的优点。

关键词:氯氟吡氧乙酸;氯氟吡氧乙酸异辛酯;UPLC-MS/MS;玉米

中图分类号:S 482.4 ;TQ 450.2⁺¹ 文献标志码:A doi:10.3969/j.issn.1671-5284.2021.01.009

Simultaneous Determination of Residues of Fluroxypyr and Fluroxypyr Methyl in Maize Field by QuEChERS-UPLC-MS/MS

SUN Yueping, CHEN Guofeng*, REN Hongbo, MA Wenqiong, JIN Haitao

(Safety and Quality Institute of Agricultural Products, Heilongjiang Academy of Agricultural Sciences, Harbin 150086, China)

Abstract: A QuEChERS combined with UPLC-MS/MS was established for simultaneous determination of fluroxypyr and fluroxypyr methyl in maize, fresh corn, straw and soil. The results showed that the linear relationship of fluroxypyr and fluroxypyr methyl was good in the range of 0.005-0.5 mg/L, and the correlation coefficient was higher than 0.999 8. The average addition recovery rates of fluroxypyr and fluroxypyr methyl in corn, fresh corn, straw, and soil ranged from 84.6% to 103.8%, with a relative standard deviation of 0.7%-5.4%. The limit of quantification of fluroxypyr and fluroxypyr methyl in corn, fresh corn, straw and soil were 0.05 mg/kg. The lowest detectable concentrations were 1.1×10^{-3} ng and 2.5×10^{-3} ng, respectively. This method has high accuracy, precision and sensitivity, good linear relationship, and has the advantages of simplicity, fastness, accuracy, and good separation effect.

Key words: fluroxypyr; fluroxypyr methyl; UPLC-MS/MS; maize

氯氟吡氧乙酸和氯氟吡氧乙酸异辛酯均是有机杂环类内吸传导选择性苗后茎叶处理除草剂,在市场上大多以氯氟吡氧乙酸异辛酯形式存在(图1(a)),但施用氯氟吡氧乙酸异辛酯后,会在环境和植

株体内水解为氯氟吡氧乙酸^[1-2]。氯氟吡氧乙酸异辛酯的残留量是以氯氟吡氧乙酸计。氯氟吡氧乙酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸能够有效防除阔叶杂草,对禾本科杂草无效。施药后被植物迅速吸收,在植物体

收稿日期:2020-03-13

作者简介:孙悦萍(1986—)女,黑龙江齐齐哈尔人,本科,助理研究员,主要从事环境、食品中农药残留检测研究。E-mail:13945090574@163.com
通信作者:陈国峰(1983—)男,江苏东台人,博士,副研究员,主要从事农药残留及环境毒理方面研究。E-mail:hljjiance@163.com

内快速传导,导致敏感植物畸形、扭曲并表现出典型的激素类除草剂反应^[3-4]。其主要用于防除玉米、冬小麦田间等一年生阔叶杂草,对作物有较好安全性^[5]。随着氯氟吡氧乙酸异辛酯的大面积使用,其与氯氟吡氧乙酸在环境中的归趋和安全性备受关注。

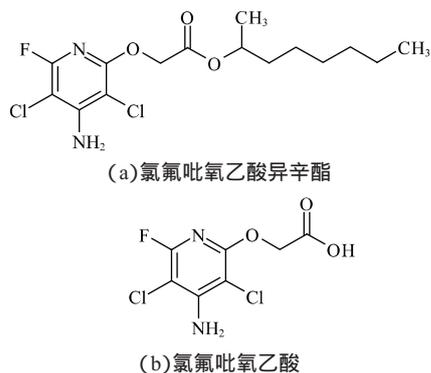


图1 氯氟吡氧乙酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸的结构式

目前有关氯氟吡氧乙酸异辛酯以及氯氟吡氧乙酸的研究主要集中在药效、制剂含量测定、环境行为、气相色谱和高效液相色谱法分析等^[6-10]。在玉米田环境中施用氯氟吡氧乙酸异辛酯后,其会以氯氟吡氧乙酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸2种形式存在,而对同时测定氯氟吡氧乙酸异辛酯以及氯氟吡氧乙酸2种化合物的检测方法却未见报道,因此急需建立利用超高效液相色谱串联质谱(UPLC-MS/MS)同时测定玉米、鲜食玉米、秸秆以及土壤中的氯氟吡氧乙酸异辛酯以及氯氟吡氧乙酸的检测分析方法。笔者采用改进的QuEChERS前处理方法结合UPLC-MS/MS同时检测玉米田环境中的氯氟吡氧乙酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸含量的残留量,为氯氟吡氧乙酸在玉米上的使用提供试验依据。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

超高效液相色谱串联质谱仪:Waters Xevo-TQS 三重四级杆质谱(含电喷雾离子源(ESI)),美国Waters公司;BT 2202 S电子天平、BSA224S-CW万分之一电子天平,德国赛多利公司;CF15RX高速离心机,日本日立公司;HS501振荡器,德国IKA公司。

氯氟吡氧乙酸异辛酯(纯度97.8%),上海市农药研究所有限公司;氯氟吡氧乙酸(纯度99.0%),Dr. Ehrenstorfer GmbH公司;乙腈(色谱纯)、甲酸(色谱纯)、有机系滤膜(尼龙,0.22 μm),北京迪马欧泰科技发展中心(中国);乙腈(分析纯)、氯化钠(分析纯),北京益利精细化学品有限公司(北京);石墨

化碳黑(GCB)、*N*-(正丙基)乙二胺(PSA)、C₁₈,艾杰尔公司(中国天津)。

1.2 标准溶液的配制

分别准确称取氯氟吡氧乙酸0.010 1 g、氯氟吡氧乙酸异辛酯0.010 2 g标准品于10 mL容量瓶中,用甲醇定容至10 mL,配成质量浓度均为1 000 mg/L的氯氟吡氧乙酸和氯氟吡氧乙酸异辛酯单标准储备液,于-20℃下保存。将上述2种1 000 mg/L的标准储备液配制成100 mg/L的混合标准液。用乙腈、甲醇逐级稀释配制成0.005、0.01、0.05、0.1、0.5 mg/L的工作溶液,待用。

1.3 样品前处理

玉米、鲜食玉米和土壤样品:称取均质的玉米、鲜食玉米和土壤样品10.0 g置于50 mL离心管中,依次加入20 mL超纯水和20 mL乙腈,振荡提取30 min,将上清液转移至另一个50 mL离心管中,加入3 g NaCl,涡旋3 min,以10 000 r/min的速度离心5 min,取1 mL上层乙腈相转入分别装有50 mg PSA净化剂的2 mL离心管中,涡旋1 min,离心后过0.22 μm有机系滤膜,待测。

秸秆样品:称取均质的秸秆样品5.0 g置于50 mL离心管中,依次加入20 mL超纯水和20 mL乙腈,振荡提取30 min,将上清液转移至另一50 mL离心管中,加入3 g NaCl,涡旋3 min,以10 000 r/min的速度离心5 min,取1 mL上层乙腈相转入分别装有25 mg GCB净化剂的2 mL离心管中,涡旋1 min,离心后过0.22 μm有机系滤膜,待测。

1.4 仪器条件

I-Class UPLC-MS/MS用于分析氯氟吡氧乙酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸。Acquity UPLC® BEH T3 (100 mm × 2.1 mm, 1.8 μm)用于液相色谱分离,柱温为30℃,进样体积为2 μL,流速0.3 mL/min。流动相分别为0.2%甲酸水溶液(A)和乙腈(B)。分离通过梯度洗脱,洗脱程序:0~1 min,10% B;1~2.0 min,10%~90% B;2.0~3.0 min,90% B;3.0~3.5 min,90%~10% B;3.5~5.0 min,10% B。离子源:电喷雾离子源ESI源;扫描方式:正离子扫描;毛细管电压:3.5 kV;离子源温度:120℃;脱溶剂温度:350℃;脱溶剂气流量:650 L/h;锥孔气流量:50 L/h;检测方式:多重反应监测(MRM),见表1。

1.5 定量限(LOQ)和检测限(LOD)

以3倍的信噪比(*S/N*)来确定目标化合物的检测限(LOD),以最小添加回收浓度作为方法的定量限(LOQ)。为了确定糙米、稻壳和秸秆中的氯氟吡氧乙

酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸的LOQ值,笔者将一系列玉米、鲜食玉米、秸秆和土壤样品加标最低浓度的

工作溶液(0.01~0.1 mg/L)按照上述的方法进行提取和净化,使得最低添加浓度的S/N值比为10。

表 1 氯氟吡氧乙酸和氯氟吡氧乙酸异辛酯的质谱参数

名称	保留时间/min	定性离子对(m/z)	定量离子对(m/z)	滞留时间/s	锥孔电压/V	碰撞能量/eV
氯氟吡氧乙酸	1.78	254.7/209	254.7/237	0.068	25	15
		254.7/237		0.068	25	10
氯氟吡氧乙酸异辛酯	2.45	366.8/209	366.8/255	0.068	20	20
		366.8/255		0.068	20	10

1.6 添加回收率的测定

将氯氟吡氧乙酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸的混合标准溶液分别添加3组浓度到空白玉米、鲜食玉米、秸秆和土壤样品中,每档浓度重复5次,用上述分析方法测定并计算添加回收率和相对标准偏差。

2 结果与分析

2.1 提取溶剂的选择

本研究对氯氟吡氧乙酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸的提取溶剂进行了优化。目前常用的提取溶剂有丙酮、甲醇、乙腈、乙酸乙酯等^[11],考虑到氯氟吡氧乙酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸的化学性质,本研究使用甲醇、50%乙腈以及纯乙腈来对比玉米、鲜食玉米、秸秆和土壤中2种农药的提取效果。用混合标准溶液加标玉米、鲜食玉米、秸秆和土壤空白基质,以使上述4种基质中氯氟吡氧乙酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸的含量均为0.1 mg/kg。如图2所示,使用甲醇对氯氟吡氧乙酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸的提取率在34.2%~85.7%,50%乙腈水的提取率在95.6%~100.4%,纯乙腈对氯氟吡氧乙酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸的提取率在77.4%~92.9%。因此,50%乙腈水是提取玉米、鲜食玉米、秸秆和土壤中氯氟吡氧乙酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸的最佳溶剂。

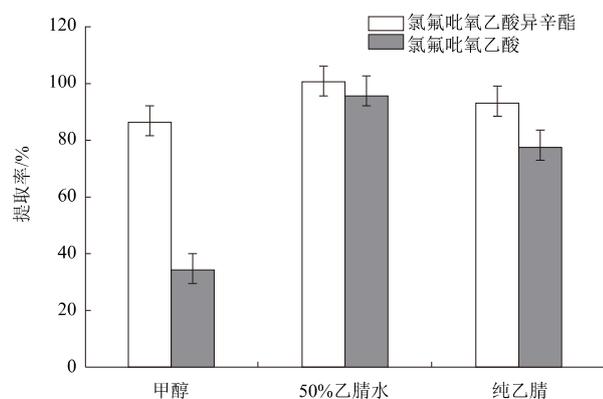


图 2 提取溶剂对氯氟吡氧乙酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸提取率的影响

2.2 净化剂的选择

目前,最常用的分散固相萃取材料是PSA, GCB, C₁₈。PSA主要用于去除某些极性杂质,例如有机酸、脂肪酸和糖类。C₁₈用于去除非极性物质,例如脂质和色素,而GCB主要用于有效去除基质中的色素并吸收特定的农药^[12-14]。根据它们的相对成本和性能,笔者选择了PSA, GCB和C₁₈进行此项研究(表2)。

表 2 提取溶液中净化剂 PSA, C₁₈ 和 GCB 的优化

净化剂	使用量/mg	平均回收率/%	
		氯氟吡氧乙酸异辛酯	氯氟吡氧乙酸
PSA	25	94.3	92.6
	50	102.4	98.4
	75	89.4	90.4
	100	78.6	85.4
C ₁₈	25	67.4	69.3
	50	62.4	78.2
	75	49.0	54.2
	100	36.4	55.8
GCB	25	99.4	95.7
	50	87.4	78.5
	75	56.4	62.4
	100	43.2	54.3

在玉米、鲜食玉米、秸秆和土壤样品(10.0 g)中加入混合标准溶液,使氯氟吡氧乙酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸的浓度均为0.1 mg/kg,并使用40 mL 50%乙腈水提取目标化合物,加NaCl盐析后取上层乙腈提取液1 mL,评估每种吸附剂的使用量。每1 mL提取物中的C₁₈含量在25~100 mg时,氯氟吡氧乙酸异辛酯的回收率不高于78.2%,但每1 mL提取物中的PSA含量为25~50 mg时,氯氟吡氧乙酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸的回收率均高于92.6%,可能起因于PSA净化剂含有2个氨基可与玉米、鲜食玉米和土壤中有有机酸、脂肪酸、色素、糖类等极性基质成分结合,且对目标农药和代谢物不具有吸附效果。当使用超过50 mg PSA时,回收率均有所下降。当每1 mL提取物中用25 mg GCB提取时,氯氟吡氧乙酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸的回收率为95.7%~99.4%,而随着

GCB使用量的增加,其回收率逐渐减小,表明GCB与目标化合物之间具有强吸附性,考虑到样品回收率和净化的成本,使用50 mg PSA净化玉米、鲜食玉米和土壤中的杂质。对于秸秆样品用25 mg GCB进行净化,因为净化剂中有着特殊的层状结构,能够吸附玉米秸秆提取剂中的色素和甾醇类杂质,且25 mg的GCB不会吸附目标农药。

2.3 方法的线性关系和灵敏度

在上述色谱条件下,对不同质量浓度的标样溶液分别进样,得到相应的响应值。由表3可见,氯氟

吡氧乙酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸在0.005~0.5 mg/L线性关系良好,氯氟吡氧乙酸异辛酯线性回归方程为 $y=909.09.9x+1274.2$,相关系数为 $r=0.9999$;氯氟吡氧乙酸线性回归方程为 $y=2615.890.4x-11301.3$,相关系数为 $r=0.9998$ 。以3倍信噪比(S/N)计算,氯氟吡氧乙酸异辛酯的检测限(LOD)为 2.5×10^{-3} ng,氯氟吡氧乙酸的检测限为 1.1×10^{-3} ng。以低档添加水平为准,氯氟吡氧乙酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸在玉米、鲜食玉米、秸秆和土壤中的定量限(LOQ)均为0.05 mg/kg。

表3 氯氟吡氧乙酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸的线性关键及灵敏度

化合物	标准曲线	线性范围/(mg·L ⁻¹)	相关系数	LOD/ng	LOQ/(mg·kg ⁻¹)
氯氟吡氧乙酸异辛酯	$y=90909.9x+1274.2$	0.005~0.5	0.9999	2.5×10^{-3}	2.5×10^{-3}
氯氟吡氧乙酸	$y=2615890.4x-11301.3$	0.005~0.5	0.9998	1.1×10^{-3}	1.1×10^{-3}

2.4 方法的准确度和精密度

采用标样添加的方法,分别在空白玉米、鲜食玉米、秸秆和土壤样品中添加3档浓度的氯氟吡氧乙酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸标准溶液,每档重复5次,用上述优化的分析方法测定回收率。计算每个加标样品中氯氟吡氧乙酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸的加标回收率和标准偏差(RSD),用以考察所建立方法的准确度和精密度。由表4可知,氯氟吡氧乙酸异辛酯在玉米、鲜食玉米、秸秆和土壤样品中的加标平均回收率为92.6%~100.5%,相对标准偏差(RSD)在1.3%~5.8%,氯氟吡氧乙酸的加标平均回收率为84.6%~100.3%,相对标准偏差(RSD)为0.7%~5.1%。回收率和精密度均满足检测玉米田环境基质中氯氟吡氧乙酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸的方法要求。

表4 氯氟吡氧乙酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸的添加回收率

基质	添加浓度/(mg·kg ⁻¹)	氯氟吡氧乙酸异辛酯		氯氟吡氧乙酸	
		平均回收率/%	相对标准偏差/%	平均回收率/%	相对标准偏差/%
玉米	0.05	100.5	1.2	98.1	3.1
	0.2	96.8	4.7	100.3	3.1
	0.5	96.6	5.2	98.4	3.7
鲜食玉米	0.05	96.7	1.4	96.8	3.8
	0.2	99.5	5.2	97.4	2.6
	0.5	95.3	2.2	103.8	0.7
秸秆	0.05	92.6	4.5	92.4	5.1
	0.2	99.8	3.5	84.6	2.9
	0.5	96.1	2.5	96.2	2.5
土壤	0.05	94.9	5.4	99.0	2.0
	0.2	100.1	2.8	91.5	2.1
	0.5	93.2	4.0	96.0	2.7

3 结论

本研究建立了QuEChERS结合液相色谱-串联质谱法同时测定氯氟吡氧乙酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸在玉米田环境中的残留分析方法。氯氟吡氧乙酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸在0.005~0.5 mg/L内线性良好。在优化条件下,氯氟吡氧乙酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸在玉米、鲜食玉米、秸秆和土壤基质中的平均回收率在84.6%~103.8%,相对标准偏差(RSD)为0.7%~5.4%。氯氟吡氧乙酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸的最低检测限(LOD)分别为 2.5×10^{-3} ng和 1.1×10^{-3} ng,在玉米、鲜食玉米、秸秆和土壤基质中的定量限(LOQ)均为0.05 mg/kg。该方法操作步骤简单准确、快速有效,能够满足农药残留分析要求,适用于大量样品的快速检测,并获得准确可靠的数据。

参考文献

- [1] 杨军,陈静,崔勇. 30%辛·烟·氯氟吡可分散油悬浮剂高效液相色谱分析[J]. 农药, 2019, 58(11): 810-812.
- [2] 霍静倩,许文超,康占海,等. 50%烟嘧磺隆·甲基磺草酮·氯氟吡氧乙酸异辛酯水分散粒剂防除夏玉米田杂草防效与安全性[J]. 农药, 2013, 52(5): 374-376.
- [3] 许艳秋,高立明,夏丽娟,等. 二甲四氯异辛酯·氯氟吡氧乙酸甲基庚酯混剂的气相色谱分析[J]. 农药科学与管理, 2011, 32(4): 35-38.
- [4] 王海霞,高晓晖. 高效液相色谱法测定氯氟吡氧乙酸异辛酯的含量[J]. 农药, 2014, 53(1): 31-33.
- [5] 郭立群,徐军,董丰收,等. 分散固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱法同时检测玉米及其土壤中烟嘧磺隆、莠去津及氯氟吡氧

(下转第57页)

- 农药, 2020, 59(1): 1-5.
- [8] 高希武, 郑炳宗, 曹本钧. 北京及河北廊坊地区桃蚜对拟除虫菊酯类杀虫剂抗性研究[J]. 农药, 1993, 32(2): 8-9, 14.
- [9] 顾春波, 王刚, 王开运, 等. 我国西南烟区桃蚜 *Myzus persicae* (Sulzer) 的抗药性水平[J]. 植物保护学报, 2006, 33(1): 77-80.
- [10] 柏建, 周小毛, 方勇. 桃蚜抗药性监测[J]. 农药研究与应用, 2009, 13(6): 27-29.
- [11] 宫亚军, 王泽华, 石宝才, 等. 北京地区不同桃蚜种群的抗药性研究[J]. 中国农业科学, 2011, 44(21): 4385-4394.
- [12] 汤秋玲. 我国桃蚜田间种群抗药性和遗传变异研究[D]. 北京: 中国农业大学, 2015.
- [13] 王利平, 柳蕴芬, 张伟. 山东省桃蚜 (*Myzus persicae*) 对啶虫脒、吡虫啉的抗药性[J]. 中国蔬菜, 2016(2): 48-51.
- [14] 肖远卓. 新烟碱类杀虫剂对蚯蚓的联合毒性和慢性毒性研究[D]. 南京: 南京农业大学, 2017.
- [15] 史晶亮, 杨乐, 廖春华, 等. 新烟碱类杀虫剂对蜜蜂毒理作用的研究进展[J]. 农药, 2019, 58(1): 6-10.
- [16] 段丽芳, 付萌, 刘毅华, 等. 欧盟再次收紧对吡虫啉、噻虫胺及噻虫嗪三种新烟碱类农药的使用限制[J]. 农药科学与管理, 2017, 38(11): 34-35.
- [17] 张亦冰. 新烟碱类杀虫剂: 氟啶虫酰胺[J]. 世界农药, 2010, 32(1): 54-56.
- [18] 刘秀春, 范业宏, 王宝申, 等. 氟啶虫酰胺防治苹果黄蚜药效试验[J]. 农药, 2008(5): 370-371; 374.
- [19] 范巧兰, 董晨晨, 张贵云, 等. 10%氟啶虫酰胺悬浮剂对苹果黄蚜的防治效果[J]. 山西农业科学, 2018, 46(11): 1907-1909.
- [20] 杨帆, 单俊奇, 赵倩倩, 等. 不同施药方式下氟啶虫酰胺对甘蓝主要害虫的田间防治效果[J]. 长江蔬菜, 2017(24): 71-75.
- [21] 邓明学, 覃博瑞, 邓欣毅, 等. 氟啶虫酰胺10%可湿性粉剂防治柑橘蚜虫、粉虱等4种柑橘嫩梢期害虫田间药效试验[J]. 农药科学与管理, 2015, 36(2): 46-51.
- [22] 吴春梅, 何木兰, 石丙楼, 等. 50%氟啶虫酰胺水分散粒剂防治水稻飞虱田间药效试验[J]. 安徽农业通报, 2016, 22(6): 92; 131.
- [23] 翟浩, 张勇, 李晓军, 等. 不同杀虫剂对桃树蚜虫的田间防控效果[J]. 安徽农业科学, 2018, 46(27): 157-159.
- [24] 仇是胜, 柏亚罗, 顾林玲. 氟啶虫酰胺的研究开发及市场前景[J]. 现代农药, 2014, 13(5): 6-11.

(责任编辑:徐娟)

(上接第45页)

- 乙酸残留[J]. 农药学报, 2012, 14(2): 177-184.
- [6] 黄玉贵, 林绍霞, 龚会琴, 等. HPLC-MS/MS法分析65%甲基磺草酮·氯氟吡氧乙酸异辛酯·莠去津可湿性粉剂含量[J]. 农药, 2019, 58(8): 591-593.
- [7] 张勇, 周超, 吴翠霞, 等. 氯氟吡氧乙酸对姜的安全性及除草生物活性测定[J]. 杂草学报, 2018, 36(4): 41-45.
- [8] 郑进国. 40%氟氯吡啶酯·氯氟吡氧乙酸异辛酯乳油防除小麦田阔叶杂草田间药效试验[J]. 现代农业科技, 2019, 11: 102; 109.
- [9] 何钰, 黄玉贵, 林绍霞, 等. UHPLC-MS/MS法检测水体中氯氟吡氧乙酸异辛酯、硝磺草酮和烟嘧磺隆的含量[J]. 贵州科学, 2018, 36(3): 77-80.
- [10] 王硕, 侯志广, 刘亚娟, 等. 氯氟吡氧乙酸异辛酯和氯氟吡氧乙酸在玉米植株及土壤上的残留分析方法[J]. 农药, 2017, 56(7): 502-505.
- [11] 郭明程, 郑尊涛, 聂东兴, 等. 气相色谱法测定噻虫嗪在稻田中的残留[J]. 现代农药, 2019, 18(6): 31-34.
- [12] LI S, YU P, ZHOU C, et al. Analysis of pesticide residues in commercially available chenpi using a modified QuEChERS method and GC-MS/MS determination[J]. Journal of Pharmaceutical Analysis, 2020, 10(1): 60-69.
- [13] 乔禹欣, 陈国峰, 马诚义, 等. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法测定麦田环境中的磺酰胺类残留[J]. 食品工业科技, 2017, 38(23): 221-231.
- [14] WILKOWSKA A, BIZIUK M. Determination of pesticide residues in food matrices using the QuEChERS methodology[J]. Food Chemistry, 2011, 125(3): 803-812.

(责任编辑:高蕾)

注意! 目前销售的丙硫克百威制剂产品均为假农药

近期发现, 市场上有单位违规推广销售丙硫克百威制剂产品。农业执法人员提醒, 其均为假农药。

截至2021年1月底, 我国共批准3个丙硫克百威产品正式登记并处于有效状态, 均为94%含量的原药, 暂无制剂产品。我国曾批准登记过20%丙硫克百威乳油(用于防治棉花、烟草、苹果树蚜虫)和5%丙硫克百威颗粒剂(用于防治棉花蚜虫和水稻二化螟)等少数几个制剂产品, 但其登记证均早已过期很久。

因此, 目前凡是在我国境内正式推广销售的丙硫克百威制剂产品, 均没有取得农药登记证, 均应按照假农药处理。

丙硫克百威为中等毒性杀虫剂。大、小鼠急性经口LD₅₀值为138 mg/kg、175 mg/kg, 狗急性经口LD₅₀值为300 mg/kg, 小鼠急性经皮LD₅₀值大于288 mg/kg, 大鼠急性经皮LD₅₀值大于2 000 mg/kg。其对皮肤和眼睛无刺激作用, 对鱼高毒。使用方法如下:

土壤处理。每亩用5%颗粒剂800~1 200 g或10%乳油400~600 g作土壤处理, 防治玉米害虫、甜菜及蔬菜上的跳甲、马铃薯甲虫、金针虫、小菜蛾及蚜虫等。

种子处理。每100 kg种子用0.4~2 kg 20%丙硫克百威拌种。

(来源: 农药市场信息综合整理)