

◆ 残留与环境 ◆

超高效液相色谱-串联质谱法同时快速检测水体中14种除草剂残留

黄兰淇¹,方朝阳²,马琳¹,陈秀¹,陈建波¹,李新新¹,张颂函¹,赵莉^{1*}

(1. 上海市农业技术推广服务中心,上海 201103 2. 上海市松江区新浜镇农业农村服务中心,上海 201605)

摘要:建立一种超高效液相色谱-串联质谱(UPLC-MS/MS)检测方法,同时快速检测水体中14种除草剂残留。通过对色谱条件、前处理方法优化,14种除草剂采用乙腈涡旋提取,无需净化浓缩,直接过膜检测。以乙腈+0.1%甲酸水溶液为流动相进行梯度洗脱,电喷雾正离子(ESI⁺)模式电离,多反应监测(MRM)模式检测,外标法定量。在0.000 1~0.05 mg/L范围内,西草净等14种农药线性关系良好,相关系数≥0.999。在3个加标水平(0.5、1.0、10.0 μg/kg)下,14种农药平均回收率为76.8%~118.8%,相对标准偏差为0.6%~13.8%。该方法操作简单、快速、准确,满足农药残留检测要求,可用于水体中常见除草剂残留的测定。

关键词:除草剂;超高效液相色谱-串联质谱;水体;残留检测

中图分类号:TQ 450.2⁺⁶ 文献标志码:A doi:10.3969/j.issn.1671-5284.2025.06.013

Rapid and simultaneous determination of 14 herbicide residues in water by UPLC-MS/MS

HUANG Lanqi¹, FANG Zhaoyang², MA Lin¹, CHEN Xiu¹, CHEN Jianbo¹, LI Xinxin¹, ZHANG Songhan¹, ZHAO Li^{1*}

(1. Agriculture Technology Extension Service Center of Shanghai, Shanghai 201103, China; 2. Agricultural and Rural Service Center of Xinbang Town, Songjiang District, Shanghai 201605, China)

Abstract: A method was established for the residue determination of fourteen herbicides in water by ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS). By optimizing the chromatographic conditions and pretreatments, fourteen herbicides were extracted with acetonitrile by vortexing. The analytes were separated with the mobile phases of 0.1% formic acid solution and acetonitrile, detected by MS/MS with positive electrospray ionization (ESI⁺) in multiple reaction monitoring (MRM) mode, and quantified by external standard method. At the concentration of 0.000 1-0.05 mg/L, The linear relationships of the fourteen herbicides were good, the correlation coefficients were more than 0.999. The average recoveries of 14 herbicides in water were 76.8%-118.8%, with the relative standard deviations of 0.6%-13.8% at 3 spiked levels of 0.5, 1, 10 μg/kg in water. The method was easy, fast and accurate, and met the requirements of pesticide residue determination. It could be applied to the determination of typical herbicides in water.

Key words: herbicide; UPLC-MS/MS; water; residue detection

目前,我国除草剂登记数量较多,居于第2位,仅次于杀虫剂^[1]。除草剂在有效防治杂草、保障粮食产量方面发挥着重要作用^[2]。常见的除草剂主要包括磺酰脲类(如甲嘧磺隆)、酰胺类(如乙草胺)和三嗪类(如西草净)等。然而,这些除草剂在使用过程中也

存在一定的环境与健康风险。磺酰脲类除草剂(如甲嘧磺隆)水溶性强,具有淋溶特性,易随地表径流等进入水环境,造成水体污染^[3-4];酰胺类除草剂(如乙草胺)被证实对水生生物等具有生殖毒性^[5-6];三嗪类除草剂(如莠去津)也表现出一定的生殖毒性^[7]。

收稿日期:2025-04-07

基金项目:上海市农田灌溉水中典型除草剂精准速测体系的构建及示范应用(2023-02-08-00-12-F04599)

作者简介:黄兰淇,女,农艺师,主要从事农药残留分析研究。E-mail: huanglanqi0208@126.com

通信作者:赵莉,女,研究员,主要从事农产品质量安全研究。E-mail: zhaoli5741@aliyun.com

由于除草剂在耕地和非耕地中广泛使用,其残留物易进入水体,对生态环境和人类健康构成潜在威胁。因此,建立一种能够同时检测水体中多种除草剂的分析方法具有重要意义。

磺酰脲类、酰胺类和三嗪类除草剂的常用仪器分析方法包括气相色谱法(GC)^[8-9]、高效液相色谱法(HPLC)^[10]、气相色谱-质谱联用法(GC-MS)^[11-12]以及液相色谱-质谱联用法(LC-MS)等^[13-17]。前处理法则主要涉及固相萃取(SPE)^[15-16]和液液萃取(LLE)^[12]等。其中,液相色谱-质谱联用技术因其高选择性和高灵敏度,被广泛应用于除草剂残留检测。陈奕如等^[18]基于QuEChERS技术,采用液相色谱-质谱联用方法测定了水体和土壤中莠去津、乙草胺等9种除草剂的残留。石莹等^[19]通过C₁₈固相萃取小柱富集浓缩水样,利用超高效液相色谱-串联质谱(UPLC-MS/MS)方法建立了稻田水中苯噻酰草胺等8种除草剂的残留检测方法。何红梅等^[20]则通过乙腈振荡提取和C₁₈固相萃取小柱净化,测定了水体中苯嘧磺草胺等3种农药的残留量。本文采用超高效液相色谱-质谱联用技术,建立了一种快速、同时检测水体中14种常见除草剂的分析方法。与文献[18-20]的前处理方法相比,本文建立的方法无需净化浓缩步骤,显著减少了样品处理时间和洗脱溶剂的使用量。同时,与文献[3]中的振荡提取方式相比,本研究采用涡旋提取技术,进一步缩短了操作时间。此外,本文所建立的方法未见相关文献报道,与文献[18-19]相比,苯噻酰草胺、丙草胺、丁草胺以及苄嘧磺隆等农药的定量限更低,能够满足农药残

留痕量分析的要求,可为检测人员快速筛查水体中除草剂提供技术支持。

1 材料与方法

1.1 仪器设备与试剂

Agilent 6460三重四级杆液相色谱-质谱联用仪(美国Aglient公司);RML-80Pro长轴混匀仪(群安实验仪器有限公司);TYXH- 旋涡混合器(上海比朗仪器有限公司)。甲嘧磺隆、苄嘧磺隆、苯磺隆、莠去津、特丁净、扑草净、莠灭净、西草净、异丙甲草胺、乙草胺、丙草胺、丁草胺、苯噻酰草胺、噁唑酰草胺标样(质量分数均≥98%,中国百灵威科技有限公司);甲醇、乙腈(色谱纯)、氯化钠(分析纯)。Milli-Q超纯水仪(美国Millipore公司)。试验水样采集自上海郊县。

1.2 实验方法

1.2.1 液相色谱条件

色谱柱为Agilent Proshell120 EC-C₁₈柱(150 mm×4.6 mm 2.7 μm),柱温为40℃,进样体积为2.0 μL,流速为0.4 mL/min。流动相A相为0.1%甲酸水溶液,B相为乙腈;梯度洗脱程序:0~1 min,40%~70% B;1~2 min,70%~90% B;2~5 min,90%~95% B;5~10 min,95% B。

1.2.2 质谱条件

多反应监测模式(MRM);正离子扫描,进样体积为2 μL,气体温度为300℃,气体流量为7 mL/min;压力为2.76×10⁵ Pa,鞘气温度为350℃,鞘气流量为11 mL/min。其他质谱参数见表1。

表1 质谱采集离子信息

农药名称	定性离子(<i>m/z</i>)	定量离子(<i>m/z</i>)	碎裂电压/V	碰撞能量/eV
西草净(simetryn)	214.1>144.0 214.1>124.0	214.1>124.0	120	20 ;20
甲嘧磺隆(sulfometuron-methyl)	365.2>150.0 β365.2>107.0	365.2>150.0	120	15 ;15
苄嘧磺隆(bensulfuron-methyl)	411.0>182.0 β411.0>149.0	411.0>149.0	100	20 ;20
莠灭净(ametryn)	228.1>186.1 228.1>96.1	228.1>186.1	120	20 ;25
苯磺隆(tribenuron-methyl)	396.1>181.0 β396.1>155.1	396.1>155.1	140	20 ;20
莠去津(atrazine)	216.2>174.1 216.2>96.1	216.2>174.1	100	15 ;20
扑草净(prometryn)	242.2>200.2 242.2>158.1	242.2>158.1	110	20 ;20
特丁净(terbutryn)	242.1>186.0 242.1>71.0	242.1>186.0	120	15 ;20
苯噻酰草胺(mefenacet)	299.2>148.0 299.2>120.0	299.2>120.0	80	25 ;25
乙草胺(acetochlor)	270.1>224.0 270.1>148.0	270.1>224.0	120	10 ;10
异丙甲草胺(metolachlor)	284.0>252.0 284.0>176.0	284.0>252.0	120	10 ;5
噁唑酰草胺(metamifop)	441.1>288.0 β441.1>123.0	441.1>288.0	120	25 ;30
丙草胺(pretilachlor)	312.0>252.0 β312.0>176.0	312.0>252.0	100	15 ;30
丁草胺(butachlor)	312.0>238.0 β312.0>162.0	312.0>238.0	80	15 ;10

1.2.3 样品前处理

准确量取经过滤后的水样10 mL于50 mL离心管中,加入10 mL乙腈,涡旋1 min,再加入2~4 g氯化钠,涡旋1 min,于3 000 r/min离心3 min,静置。取上清液1 mL过0.22 μm有机滤膜,待测。

1.2.4 标样储备液制备和标准曲线的绘制

准确称取西草净等14种农药标样各10 mg(精确至0.01 mg),用乙腈溶解并定容至10 mL,配制成质量浓度1 000 mg/L的标样母液。

取适量标样母液,用乙腈稀释成0.000 1~0.05

mg/L系列不同质量浓度标样溶液。上机检测,以测得的峰面积为纵坐标,对应农药标样溶液的质量浓度为横坐标,绘制标准曲线。

2 结果与分析

2.1 流动相选择

考察了0.1%甲酸水溶液+甲醇、0.1%甲酸水溶液+乙腈2种流动相体系对14种目标农药(质量分数0.01 mg/kg)的分离效果和灵敏度响应。结果如图1。

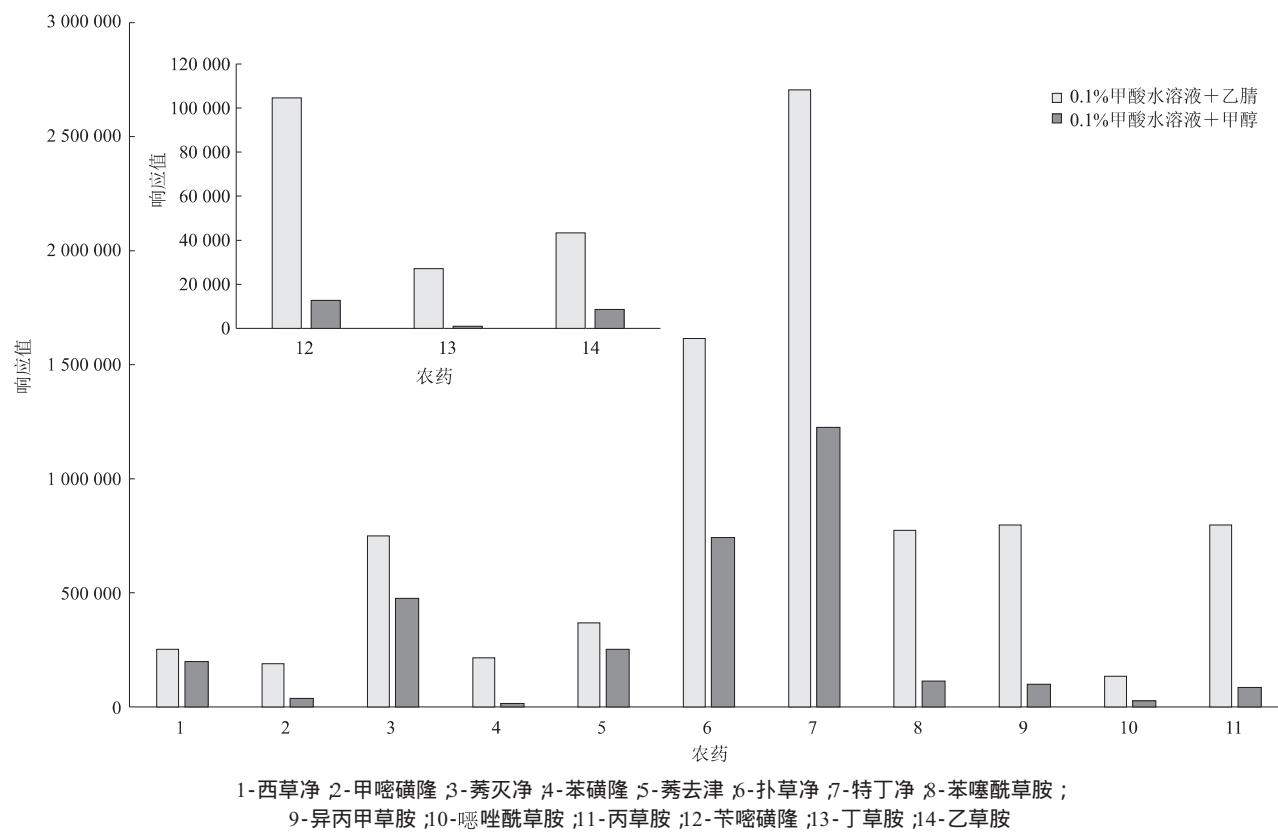


图1 2种不同流动相下14种目标农药的响应值(0.01 mg/kg)

由图1可以看出,以0.1%甲酸水溶液+乙腈为流动相,西草净等14种农药仪器响应值高于以0.1%甲酸水溶液+甲醇为流动相的仪器响应值,甲嘧磺隆、苄嘧磺隆、苯磺隆、异丙甲草胺、丙草胺和丁草胺等农药的响应尤为明显。因此,选择0.1%甲酸水溶液+乙腈作为流动相,用于分离14种目标化合物。

2.2 样品提取及净化方式

本研究比较了涡旋1 min和旋转振荡10 min等2种前处理提取方法。2种提取方法的添加回收率(添加水平为0.01 mg/kg)结果如表2所示。

由表2可以看出,2种前处理提取方式下,14种农药的添加回收率均能满足《农作物中农药残留试验准则》要求。

验准则》(NY/T788—2018)^[21]要求。从节省时间、提高工作效率考虑,优先选择涡旋提取方式。

试验比较了未净化直接过膜和QuEChERS 2种方式下14种农药的添加回收率(添加水平为0.01 mg/kg)结果见表2。

从表2可以看出,采用QuEChERS方式净化,14种农药中,甲嘧磺隆的平均回收率为90.4%,略高于未净化直接过膜方式的平均回收率81.5%;未净化直接过膜方式下,14种农药的平均回收率均在80%~120%之间,14种农药的回收率均能满足《农作物中农药残留试验准则》要求。因此,本试验最终选择不净化直接过膜方式。

表2 提取及净化方式下的回收率结果

农药名称	提取方式				净化方式			
	涡旋模式		旋转振荡模式		未净化直接过膜		QuEChERS	
	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%
西草净	116.4	1.0	114.0	1.6	116.4	1.0	118.3	0.4
甲嘧磺隆	81.5	4.2	81.0	3.4	81.5	4.2	90.4	2.0
苄嘧磺隆	107.0	5.1	113.4	4.9	107.0	5.1	103.5	1.8
莠灭净	115.6	0.8	115.1	1.4	115.6	0.8	116.2	0.4
苯磺隆	97.2	6.0	117.1	4.1	97.2	6.0	114.6	15.3
莠去津	118.2	0.9	120.3	2.1	118.2	0.9	118.2	3.7
扑草净	116.1	0.7	109.9	5.3	116.1	0.7	116.0	0.7
特丁净	117.6	0.9	109.4	7.9	117.6	0.9	117.0	0.2
苯噻酰草胺	116.3	0.7	106.7	9.2	116.3	0.7	116.1	1.0
乙草胺	112.8	1.7	115.0	4.4	112.8	1.7	114.0	1.6
异丙甲草胺	118.2	2.8	128.9	2.2	118.2	2.8	118.1	1.3
噁唑酰草胺	114.5	1.4	108.6	3.9	114.5	1.4	115.4	0.8
丙草胺	115.2	0.9	112.6	3.5	115.2	0.9	110.7	1.4
丁草胺	110.8	1.4	110.0	4.4	110.8	1.4	105.8	1.8

2.3 标准曲线绘制

在0.000 1~0.05 mg/L质量浓度范围内 ,西草净

等14种农药的峰面积与质量浓度呈良好线性关系 ,如表3所示。

表3 14种农药的线性方程和相关系数

农药名称	线性方程	相关系数	农药名称	线性方程	相关系数
西草净	$y=3 \times 10^7x - 4266.0$	0.999 9	特丁净	$y=3 \times 10^8x - 43008.0$	0.999 9
甲嘧磺隆	$y=2 \times 10^7x - 5900.4$	0.999 6	苯噻酰草胺	$y=7 \times 10^7x + 17567.0$	0.999 6
苄嘧磺隆	$y=1 \times 10^7x + 869.8$	1.000 0	乙草胺	$y=4 \times 10^6x - 787.7$	0.999 9
莠灭净	$y=8 \times 10^7x - 11218.0$	0.999 9	异丙甲草胺	$y=8 \times 10^7x - 2254.6$	1.000 0
苯磺隆	$y=2 \times 10^7x + 4297.3$	0.999 7	噁唑酰草胺	$y=1 \times 10^7x - 1641.3$	1.000 0
莠去津	$y=3 \times 10^7x + 3024.3$	0.999 9	丙草胺	$y=9 \times 10^7x - 17771.0$	0.999 9
扑草净	$y=2 \times 10^8x - 18124.0$	1.000 0	丁草胺	$y=3 \times 10^6x - 703.1$	0.999 9

2.4 基质效应

制备空白基质溶液 ,分别用纯溶剂和空白基质溶液配制农药浓度相同的2种标准工作溶液 ,在完全相同的色谱条件下检测 ,计算14种农药在水中的基质效应(M_i) ,结果见表4。 $|M_i|<20\%$ 为弱基质效应 ,可忽略 ,无需采取补偿措施 $20\% \leq |M_i| \leq 50\%$ 为中等程度基质效应 ; $|M_i|>50\%$ 为强基质效应 ,须

采取措施补偿基质效应。当基质效应在中等程度以上 ,影响结果定量时 ,就需要对基质效应进行校正 ,通常采用的方法有基质匹配标准溶液校正法和样品稀释法。

由表4可知 ,14种目标农药的基质效应为 $-19.2\% \sim 14.0\%$ 。 $|M_i|<20\%$ 为弱基质效应 ,无需采取补偿措施。因此 本试验采用标样溶液定量。

表4 河道水对14种目标农药的基质效应

农药名称	西草净	甲嘧磺隆	苄嘧磺隆	莠灭净	苯磺隆	莠去津	扑草净	%
基质效应	2.6	14.0	1.1	2.1	-19.2	2.8	-2.5	
农药名称	特丁净	苯噻酰草胺	乙草胺	异丙甲草胺	噁唑酰草胺	丙草胺	丁草胺	
基质效应	1.5	4.5	2.0	5.8	-2.1	9.7	8.1	

2.5 添加回收率与精密度

采用空白水样添加标样溶液方法 ,向水中添加

一定体积的西草净等14种农药标样溶液 ,设计低、中、高3个添加水平 ,使其质量分数分别为0.5、1、10

$\mu\text{g}/\text{kg}$,每个添加水平5次重复,结果见表5。

由表5可以看出,在0.5、1、10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 等3个添加水平,西草净等14种农药的平均回收率为76.8%~

118.8%,相对标准偏差(RSD)为0.6%~13.8%。说明本方法能满足水体中14种目标除草剂残留量的测定需要。

表5 水体中14种目标农药添加回收率及相对标准偏差

农药名称	添加水平/ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	添加回收率/%					平均回收率/%	RSD/%
		1	2	3	4	5		
西草净	0.5	105.4	109.4	114.0	112.6	113.8	111.1	3.3
	1.0	112.8	110.6	110.3	114.3	109.7	111.5	1.7
	10.0	114.6	116.4	116.2	117.9	117.0	116.4	1.0
甲嘧磺隆	0.5	89.4	86.2	86.5	101.8	85.4	89.8	7.6
	1.0	75.0	77.2	77.4	76.9	77.3	76.8	1.3
	10.0	76.1	80.4	84.8	83.7	82.6	81.5	4.2
苄嘧磺隆	0.5	78.6	74.2	73.2	88.7	74.4	77.8	8.3
	1.0	95.6	111.9	107.3	109.9	110.9	107.1	6.2
	10.0	98.1	110.5	111.6	109.3	105.5	107.0	5.1
莠灭净	0.5	107.6	108.3	112.2	114.2	113.6	111.2	2.7
	1.0	114.6	114.2	112.3	114.0	116.3	114.3	1.2
	10.0	114.7	115.2	115.2	115.9	117.0	115.6	0.8
苯磺隆	0.5	103.0	80.4	97.4	86.4	88.5	91.1	9.9
	1.0	108.7	95.5	121.6	95.6	119.0	111.8	8.5
	10.0	99.3	98.0	103.0	87.4	98.2	97.2	6.0
莠去津	0.5	118.7	108.6	122.4	110.9	112.5	114.6	5.0
	1.0	114.3	113.3	120.2	113.8	117.6	115.8	2.6
	10.0	116.5	118.4	118.3	119.2	118.7	118.2	0.9
扑草净	0.5	112.4	118.4	116.6	120.8	113.2	116.3	3.1
	1.0	113.3	113.9	112.8	116.5	115.9	114.5	1.4
	10.0	115.4	115.3	116.3	116.8	117.1	116.2	0.7
特丁净	0.5	109.7	108.5	111.1	113.1	112.3	110.9	1.7
	1.0	111.7	112.3	111.6	111.1	112.8	111.9	0.6
	10.0	116.6	116.7	117.5	117.6	119.4	117.6	0.9
苯噻酰草胺	0.5	115.9	110.4	114.1	114.8	118.9	114.8	2.7
	1.0	114.5	115.2	112.8	110.2	113.2	113.2	1.7
	10.0	116.8	116.0	116.2	115.4	117.4	116.4	0.7
乙草胺	0.5	120.0	115.7	105.6	116.6	136.3	118.8	9.4
	1.0	113.9	104.3	104.8	104.6	109.9	107.5	4.0
	10.0	110.8	112.7	111.2	113.6	115.7	112.8	1.7
异丙甲草胺	0.5	122.5	110.0	121.5	113.4	123.5	118.2	5.1
	1.0	122.8	113.5	118.5	111.1	124.5	118.1	4.9
	10.0	120.3	118.4	119.2	112.5	120.4	118.2	2.8
噁唑酰草胺	0.5	111.4	100.2	111.6	117.3	118.3	111.7	6.4
	1.0	112.0	107.8	111.8	109.4	116.6	111.5	3.0
	10.0	115.9	114.9	112.9	112.8	116.1	114.5	1.4
丙草胺	0.5	103.8	99.4	98.9	109.7	107.4	103.9	4.6
	1.0	110.5	111.0	107.8	110.1	113.7	110.6	1.9
	10.0	113.5	115.4	115.0	115.4	116.5	115.2	0.9
丁草胺	0.5	90.4	99.5	112.3	129.3	103.4	107.0	13.8
	1.0	117.8	116.4	110.2	105.4	119.5	113.9	5.2
	10.0	109.7	108.7	112.5	111.4	111.5	110.8	1.4

2.6 方法实际应用

根据已建立的农药残留检测方法,对上海市郊县随机采集的20份实际河道水样进行检测,一方面评价方法的实用性,另一方面对水体中14种农药残留水平进行评估。20份水样中,共检出3种农药,分别是西草净、扑草净、异丙甲草胺。其中,检出西草净样品1份,质量分数为0.000 5 mg/kg;检出扑草净样品6份,质量分数为0.000 5~0.003 3 mg/kg;检出异丙甲草胺样品11份,质量分数为0.000 5~0.001 9 mg/kg。

3 结论

本研究建立了同时快速检测水体中西草净等14种农药残留的超高效液相色谱-串联质谱方法。水样采用乙腈为提取溶剂,采取涡旋提取1 min,无需净化,直接过膜检测。14种农药的平均回收率为76.8%~118.8%,相对标准偏差为0.6%~13.8%,加标回收率和相对标准偏差都符合农药残留试验要求。该方法无需净化浓缩步骤,具有分析速度快,操作简单,准确等优点,适用于水体中常见除草剂残留的快速检测。

参考文献

- [1] 农业农村部农药检定所. 农药登记数据[DB/OL]. [2025-02-26]. <http://www.chinapesticide.org.cn/zwb/dataCenter>.
- [2] 赵志鹏. 我国水稻田除草剂登记现状分析[J]. 杂草学报, 2024, 42(2): 9-18.
- [3] 黄兰淇, 尹纪根, 陈秀, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法快速检测农田灌溉水中甲嘧磺隆等3种农药[J]. 农药科学与管理, 2024, 45(3): 30-33.
- [4] 朱良天. 精细化工产品手册: 农药[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004: 398-399.
- [5] 杨嘉辉, 王安, 杨秀鸿. 除草剂对非靶标生物及人体的生殖毒性与遗传毒性研究进展[J]. 生态毒理学报, 2021, 16(4): 119-130.
- [6] 蒋青桃, 宋仙平, 张锋, 等. 乙草胺对雄性小鼠GC-1精原细胞的毒性和研究[J]. 职业与健康, 2020, 36(21): 2920-2926.
- [7] 白亚男, 周蓉, 刑巍巍, 等. 除草剂莠去津暴露对人类和其他哺乳动物健康影响的研究进展[J]. 职业与健康, 2024, 40(4): 547-553.
- [8] 王盛男, 王岩, 李雯雯, 等. 气相色谱法测定土壤中酰胺类除草剂[J]. 分析试验室, 2021, 40(1): 30-33.
- [9] 曲亚辉, 石秀丽, 张兆鑫, 等. 加速溶剂萃取-固相萃取-气相色谱法同时测定土壤中阿特拉津和乙草胺[J]. 分析科学学报, 2022, 38(3): 393-396.
- [10] 齐勋, 叶非. 磺酰脲类除草剂的高效液相色谱法残留检测技术的研究进展[J]. 农药科学与管理, 2009, 30(10): 42-46.
- [11] 曹忠波, 谷洋, 张媛媛, 等. 固相萃取-气相色谱-三重四极杆串联质谱法检测生活饮用水中8种酰胺类除草剂残留[J]. 化学分析计量, 2023, 32(7): 42-46.
- [12] 李旭霞. 加速溶剂萃取-气相色谱-串联质谱法同时测定种植土壤中7种常见除草剂的残留量[J]. 理化检验-化学分册, 2023, 59(5): 532-536.
- [13] 王苏宁, 吴克刚. QuEChERS前处理结合液相色谱-串联质谱法测定稻田水中的4种农药残留[J]. 现代农业科技, 2023(6): 116-119.
- [14] 陈国峰, 贾金蓉, 李雪茹, 等. 78%扑草净·乙草胺·异噁唑草酮悬浮剂在春玉米中的残留水平及膳食风险评估[J]. 现代农药, 2022, 21(2): 49-55.
- [15] 朱富强, 郭宇鹏, 潘军, 等. 增强型脂质去除固相萃取净化-超高效液相色谱-串联质谱法测定贝类中42种除草剂残留[J]. 中国食品学报, 2023, 23(1): 373-383.
- [16] 王宽, 魏龙兵, 任业双, 等. 分散固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱法同时检测大豆植株及土壤中烟嘧磺隆、莠去津及其代谢物残留[J]. 植物保护, 2023, 49(6): 231-237.
- [17] 李莹, 韩梅, 邱世婷, 等. QuEChERS/超高效液相色谱-串联质谱法测定土壤中31种磺酰脲类除草剂残留[J]. 分析测试学报, 2020, 39(3): 343-350.
- [18] 陈弈如, 胡馨羽, 梁悦夫, 等. QuEChERS-UPLC-MS/MS测定水体与土壤中9种除草剂残留[J]. 农药, 2023, 39(3): 343-350.
- [19] 石莹, 徐漫, 康艺瑾, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定稻田水体中8种常用稻田除草剂的残留[J]. 农药, 2024, 63(4): 268-273.
- [20] 何红梅, 徐玲英, 张昌明, 等. 液相色谱-串联质谱法测定土壤、沉积物和水中3种除草剂残留[J]. 色谱, 2024, 42(3): 256-263.
- [21] 中华人民共和国农业农村部. 农作物中农药残留试验准则: NY/T 788—2018[S]. 北京: 中国农业出版社, 2018.

(编辑:顾林玲)

(上接第 52 页)

- nutrient digestion and absorption in the insect gut[J]. Cell and Tissue Research, 2019, 377(3): 397-414.
- [16] HUANG W R, GUAN R B, YANG B, et al. The goblet cells in Lepidoptera intestines possess a plant-vacuole-like organelle for ethanol detoxification[J]. Entomologia Generalis, 2025, 45(2): 577-586.
- [17] LIU Z X, XING X R, LIANG X H, et al. The role of Glutathione-S-transferases in phoxim and chlorfenapyr tolerance in a major mulberry pest, *Glyptodes pyraloides* walker (Lepidoptera: Pyralidae) [J]. Pesticide Biochemistry and Physiology, 2022, 181: e105004.
- [18] PHUGARE S S, KALYANI D C, GAIKWAD Y B, et al. Microbial degradation of imidacloprid and toxicological analysis of its

biodegradation metabolites in silkworm (*Bombyx mori*)[J]. Chemical Engineering Journal, 2013, 230: 27-35.

- [19] LI Q, ZHANG M L, ZHU J W, et al. Unveiling biodegradation mechanism of phoxim: novel metabolic pathway, functional gene, detoxification effect, and widespread distribution of phoA [J]. Environment International, 2025, 204: e109809
- [20] WINTERHALTER C, LIEBL W. Two extremely thermostable xylanases of the hyperthermophilic bacterium *Thermotoga maritima* MSB8[J]. Applied and Environmental Microbiology, 1995, 61(5): 1810-1815.
- [21] 晁红军, 宋修鹏, 孙继华, 等. 甲基营养菌的研究进展[J]. 微生物学通报, 2009, 36(11): 1727-1737.

(编辑:顾林玲)