

土壤和番茄中氯虫苯甲酰胺的 残留检测与消解动态研究

秦冬梅¹, 秦旭², 徐应明², 孙扬², 梁学峰², 戴晓华²

(1.农业部农药检定所残留室, 北京 100125; 2.农业部环境保护科研监测所污染防治研究室, 农业部/天津市产地环境与农产品安全重点开放实验室, 天津 300191)

摘要 研究和建立了氯虫苯甲酰胺在土壤和番茄中的液相色谱检测方法, 并采用田间试验方法研究了氯虫苯甲酰胺在土壤和番茄中的残留消解动态规律。结果表明, 采用甲醇溶液浸泡提取, 减压浓缩后用二氯甲烷萃取, 浓缩后用二氯甲烷定容, 液相色谱仪带二极管阵列检测器(DAD)测定, 外标法定量。在 0.05~0.5 mg·kg⁻¹ 添加水平范围内, 土壤和番茄中氯虫苯甲酰胺的添加平均回收率为 91.43%~100.91%, 变异系数为 3.53%~9.71%; 土壤和番茄中氯虫苯甲酰胺的最小检出量均为 1.0×10⁻⁷ g, 最低检出质量分数为 0.005 mg·kg⁻¹。田间残留试验表明, 氯虫苯甲酰胺在土壤和番茄中残留消解动态规律符合方程 $C_t = C_0 e^{-kt}$; 150 g·L⁻¹ 高效氯氟氰菊酯·氯虫苯甲酰胺微囊悬浮-悬浮剂在土壤和番茄中的消解半衰期分别为 6.55~11.49 d 和 3.82~10.70 d。最终残留试验研究表明, 在番茄上手动喷雾施药 150 g·L⁻¹ 高效氯氟氰菊酯·氯虫苯甲酰胺微囊悬浮-悬浮剂, 按推荐剂量和 1.5 倍推荐剂量施药, 兑水喷雾处理 2~3 次, 施药间隔为 7 d, 最后一次施药距采收间隔 7 d 时, 氯虫苯甲酰胺在番茄中最高残留量均小于 0.3 mg·kg⁻¹。参照欧盟等规定的氯虫苯甲酰胺在番茄中最大残留限量标准, 按照推荐剂量和 1.5 倍推荐剂量施药 2~3 次, 距最后一次施药 7 d 时, 氯虫苯甲酰胺在番茄上残留是安全的。

关键词 氯虫苯甲酰胺; 番茄; 土壤; 残留; 液相色谱

中图分类号: X592 文献标志码: A 文章编号: 1672-2043(2010)05-0858-06

Residue Determination and Degradation of Chlorantraniliprole in Soil and Tomato

QIN Dong-mei¹, QIN Xu², XU Ying-ming², SUN Yang², LIANG Xue-feng², DAI Xiao-hua²

(1. Institute for the Control of Agrochemicals, Ministry of Agriculture, Beijing 100125, China; 2. Department of Pollution Control, Institute of Agro-environmental Protection, Ministry of Agriculture, Tianjin 300191, China)

Abstract An analytical method of liquid chromatography (HPLC) was established for determining chlorantraniliprole residue in soil and tomato, and the residue and degradation of chlorantraniliprole in tomato and soil were investigated. Chlorantraniliprole residue was extracted by methanol, then extracted by dichloromethane, and determined by HPLC equipped with a DAD detector. The experimental results showed that the average recoveries of chlorantraniliprole stood with a range of 91.43%~100.91% at three spiking levels from 0.1 mg·kg⁻¹ to 1.0 mg·kg⁻¹ with their relative standard deviations of 3.53%~9.71% in tomato and soil. Limit of detection was 1.0×10⁻⁷ g and the lowest concentrations detected were 0.005 mg·kg⁻¹ in soil and tomato. An control and contrast trial experiments in Tianjin municipal, Shandong Province and Zhejiang Province were done. The degradation of chlorantraniliprole in tomato and soil could be described with equation $C_t = C_0 e^{-kt}$. The half-life of chlorantraniliprole turned to be 6.55~11.49 d in soil 3.82~10.70 d in tomato, respectively. The pesticide of chlorantraniliprole was applied as foliage spray according to the recommended dosage and the 1.5 times recommended dosage for twice and three times at an interval of 7 d. The final residue of chlorantraniliprole was low than 0.3 mg·kg⁻¹ in tomato. According to the results, we recommend that 150 g·L⁻¹ lambda-cyhalothrin & chlorantraniliprole WP were applied as foliage spray for twice and three times at 1.5 times recommended dosage for tomato with a safe interval of 7 days from harvest.

Keywords chlorantraniliprole; tomato; soil; residues; liquid chromatography

收稿日期 2009-10-12

基金项目 国家农业部农药残留课题(2008F317)

作者简介 秦冬梅, 高级工程师, 从事农药登记管理及农药残留分析研究工作。E-mail: qindongmei@agri.gov.cn

氯虫苯甲酰胺是第一个具有新型邻酰胺基苯甲酰胺类化学结构的广谱杀虫剂,由美国杜邦(DuPont)公司开发,有关其理化特性和环境暴露风险等,美国国家环保局(EPA)对其有详尽的描述^[1]。该杀虫剂具有高效、低毒、广谱、环境亲和,对水稻、甘蓝、棉花等多种作物的几乎所有重要的鳞翅目害虫和部分其他害虫具有较好的防治效果。氯虫苯甲酰胺具有迅速阻止害虫进食、高效滞留活性和优良的耐雨水冲刷性能^[2-5]。药效试验表明,将二者混配制成的 150 g·L⁻¹ 高效氯氟氰菊酯·氯虫苯甲酰胺微囊悬浮-悬浮剂,可扩大其杀虫范围,降低成本,具有很好的市场潜力和广泛的应用前景。

氯虫苯甲酰胺对作物害虫具有新颖的作用方式,可有效防治对其他杀虫剂产生抗性的害虫。其对非靶标节肢动物具有良好的选择性,从而保护天然寄生蜂、天敌和传粉昆虫。其作用机理是激活兰尼碱受体,释放平滑肌和横纹肌细胞内贮存的钙,引起肌肉调节衰弱、麻痹,直至害虫死亡。作用方式为胃毒和接触毒性,其中胃毒为其主要作用方式。氯虫苯甲酰胺可经茎、叶表面渗透至植物体内,还可通过根部吸收和在木质部移动^[1,6]。

目前国内外有关氯虫苯甲酰胺的主要测定方法为高效液相色谱法^[7-9]和液相色谱-质谱法^[10],但有关氯虫苯甲酰胺在农作物和土壤中的残留分析方法研究国内外尚未见有公开报道,也未见有关氯虫苯甲酰胺在农作物和土壤上的残留动态研究报道。本文采用甲醇液浸泡提取,减压浓缩后使用二氯甲烷萃取,浓缩后用二氯甲烷定容,液相色谱仪带二极管阵列检测器(DAD)进行定量测定,并研究了氯虫苯甲酰胺在番茄上的残留消解动态和最终残留量。该方法具有简便、快速、准确、灵敏度高、重复性好的特点,所使用仪器为通用型液相色谱仪,可为农业环境与农产品中氯虫苯甲酰胺的残留检测提供重要的方法参考,此外通过研究获得了氯虫苯甲酰胺在土壤和番茄中残留消解动态规律和最终残留量,对评价氯虫苯甲酰胺及其制剂在番茄上使用后的生态环境效应和环境及农产品安全性可提供重要科学依据。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

Aglient 1200 型高效液相色谱仪(美国安捷伦科技公司),带二极管阵列(DAD)检测器;Agilent Extend-C18 反相色谱柱(25 cm×4.6 mm×5 μm);Hei-

dolph LABOROTA 4000 型旋转蒸发仪(德国海道尔夫公司);ZHWY-2102C 型调速多用振荡器(上海智诚分析仪器制造有限公司);T-25 basic ULTRA-TUR-RAX 高速植物组织捣碎机(德国 IKA 公司);MILLI-Q 超纯水仪(美国 Millipore 公司);SL-302 电子天平(上海民桥精密科学仪器有限公司);SHZ-D(III)循环水式真空泵(巩义市予华仪器有限公司)。

二氯甲烷、氯化钠、无水硫酸钠均为分析纯;甲醇、分析纯和色谱纯;水为超纯水;氯虫苯甲酰胺标准品,纯度≥99.8%。

1.2 田间试验设计

试验农药 150 g·L⁻¹ 高效氯氟氰菊酯·氯虫苯甲酰胺微囊悬浮-悬浮剂;供试作物番茄;试验地点天津、济南和杭州,三地试验田土壤类型分别属于粘壤土、棕壤土和潮土。试验地每小区 20 m²,重复 3 次,小区按照浓度由低到高排列,小区之间设保护行,并设清水对照。施药方式为兑水手动均匀喷雾。

1.2.1 消解动态试验

设 3 个重复小区,每小区面积 20 m²。在番茄果实生长到约成熟个体 1/3 大小时手动喷雾施药,施药剂量为 0.90 mL 制剂·20 m⁻²,施药后 1 h、1 d、3 d、7 d、14 d、21 d 和 30 d,每小区随机采集番茄 2 kg,切碎混匀后按四分法留样 200 g。所有样品用塑料袋封装、编号,-20℃冰柜低温保存待测。

1.2.2 最终残留试验

设两个施药剂量,分别为低剂量 0.60 mL 制剂·20 m⁻² 和高剂量 0.90 mL 制剂·20 m⁻²,在番茄生长到成熟个体 1/2 大小时开始第一次施药,施药次数 2~3 次,两次施药间隔为 7 d,小区面积 20 m²,各 3 个重复。距最后一次施药间隔 1 d、3 d 和 7 d 时,每小区随机采集番茄 2 kg,切碎,按四分法留样 200 g;每小区随机采集 0~15 cm 深土壤 2 kg,去除杂物后按四分法留样 200 g。所有样品用塑料袋封装、编号,-20℃冰柜低温保存待测。

1.2.3 空白对照小区

选取未施药的番茄地,采集土壤和番茄样品作为对照,样品处理同 1.2.2。

1.3 分析方法

1.3.1 提取

番茄样品:称取 20 g 样品于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 甲醇,用高速植物组织捣碎机捣碎 2~3 min 后抽滤,用 50 mL 甲醇清洗滤渣。合并甲醇于圆底烧瓶中,减压浓缩至约 20 mL,倒入分液漏斗中,加入

100 mL 2%NaCl 溶液,用二氯甲烷萃取 3 次,每次 50 mL,合并二氯甲烷相过无水硫酸钠脱水,浓缩至干,用二氯甲烷定容,待测。

土壤样品 称取 30 g 样品于 250 mL 带塞磨口三角烧瓶中,加入 100 mL 甲醇,振荡 30 min 后抽滤,用 50 mL 甲醇清洗滤渣。合并甲醇于圆底烧瓶中,减压浓缩至约 20 mL,倒入分液漏斗中,加入 100 mL 2% NaCl 溶液,用二氯甲烷萃取 3 次,每次 50 mL。合并二氯甲烷相过无水硫酸钠脱水,浓缩至干,用二氯甲烷定容,待测。

1.3.2 色谱条件

Agilent 1200 型高效液相色谱仪,带二极管阵列(DAD)检测器;Agilent Extend-C18 反相色谱柱(25 cm×4.6 mm×5 μm)。柱温 30 ℃;流动相(甲醇:水=7:3);流速 1 mL·min⁻¹;进样量 10 μL。在上述色谱操作条件下,氯虫苯甲酰胺在土壤和番茄中的保留时间均为 4.8 min。

1.3.3 添加回收率

番茄 将空白番茄样品切碎,高速植物组织捣碎机捣碎,称取 20 g 样品于 250 mL 带塞磨口三角烧瓶中,向其中分别添加氯虫苯甲酰胺标准溶液,使番茄中最终添加浓度分别为 0.1、0.5 和 1.0 mg·kg⁻¹,并按上述分析方法测定回收率。

土壤 称取 20 g 样品于 250 mL 带塞磨口三角烧瓶中,向其中分别添加氯虫苯甲酰胺标准溶液,使土壤中最终添加浓度分别为 0.1、0.5 和 1.0 mg·kg⁻¹,并按上述分析方法测定其添加回收率。

1.3.4 计算

$$R = \frac{Q \times S_1 \times V_Z}{S_2 \times W}$$

式中:R 为样品中农药残留浓度,mg·kg⁻¹;Q 为标准样品的浓度,mg·L⁻¹;S₁ 为样本溶液的峰面积;S₂ 为标准样品的峰面积;V_Z 为样品的定容体积,μL;W 为样品的质量,g。

2 结果与讨论

2.1 检测方法的确定

分别用甲醇配制不同浓度的氯虫苯甲酰胺标准溶液 0.05、0.1、0.5、1.0 和 2.0 μg·mL⁻¹,按上述色谱条件进行测定。根据峰面积与相应的进样量绘制标准曲线,得到回归方程为

$$y = 14.779x + 0.331 \text{ 相关系数 } R = 0.9996$$

表明氯虫苯甲酰胺在 0.05~2.0 μg·mL⁻¹ 浓度范

围内与峰面积呈较为良好的线性关系,能够满足外标法定量检测的要求。氯虫苯甲酰胺标准品色谱图见图 1,标准曲线见图 2。

DAD1 A, Sig=254,8 Ref=360,60 (D:\DATA\? &? \090409000002.D)

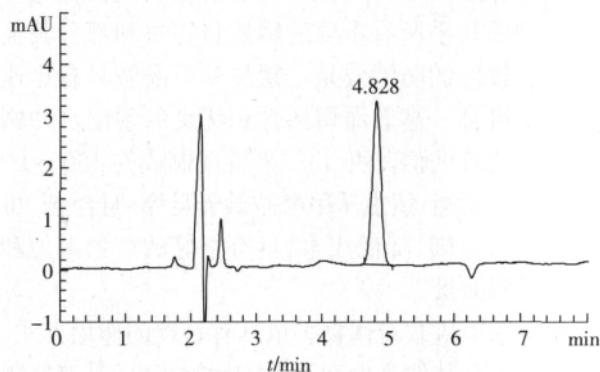


图 1 氯虫苯甲酰胺标准品色谱图

Figure 1 Liquid chromatogram of chlorantraniliprole standard

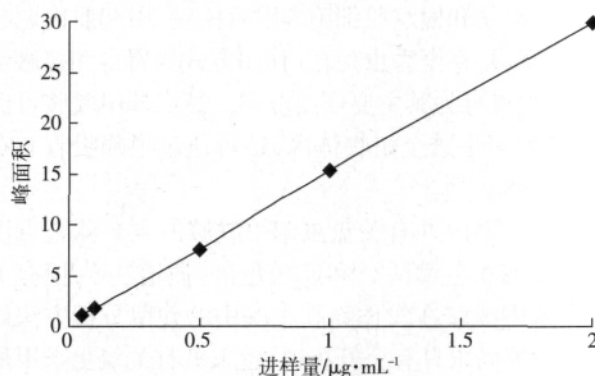


图 2 氯虫苯甲酰胺标准曲线

Figure 2 Standard curve of chlorantraniliprole

2.2 方法的回收率、精密度和最低检测浓度

分别在土壤和番茄中添加氯虫苯甲酰胺标准溶液进行添加回收率试验,使其添加浓度分别为 0.1、0.5 和 1.0 mg·kg⁻¹,每个浓度设 5 个平行试验,并按上述分析方法测定回收率。结果表明,对于 5 种平行样本,番茄中氯虫苯甲酰胺的添加回收率为 91.43%~100.91%,变异系数为 4.36%~5.55%;土壤中氯虫苯甲酰胺的添加回收率为 93.94%~94.93%,变异系数为 3.53%~9.71%(见表 1),色谱图见图 3、图 4。

本试验得出氯虫苯甲酰胺在土壤和番茄中最小检出量均为 1.0×10⁻⁷ g,最低检出浓度均为 0.005 mg·kg⁻¹,符合我国农业部农药残留最低检出浓度的要求。

2.3 150 g·L⁻¹ 高效氯氟氰菊酯·氯虫苯甲酰胺微囊悬浮-悬浮剂在土壤和番茄中的消解动态

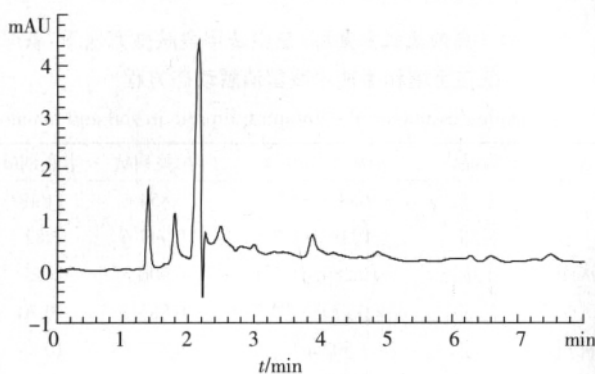
氯虫苯甲酰胺在土壤和番茄中的残留消解动态

表 1 氯虫苯甲酰胺在土壤和番茄中的添加回收率及变异系数

Table 1 Recoveries and relative standard deviations of chlorantraniliprole in soil and tomato

项目	添加浓度/ mg·kg ⁻¹	回收率/%					平均值/ 变异系 %/ 数/%	
		1	2	3	4	5	%	数/%
土壤	0.1	109.76	85.37	95.12	92.68	90.24	94.63	9.71
	0.5	90.55	94.53	99.00	98.01	92.54	94.93	3.77
	1.0	89.55	95.12	91.64	97.91	95.47	93.94	3.53
番茄	0.1	92.86	97.62	90.48	88.10	88.10	91.43	4.36
	0.5	97.14	91.43	103.57	98.57	92.86	96.71	5.00
	1.0	110.07	101.04	99.31	99.65	94.79	100.91	5.55

DAD1 A, Sig=254,8 Ref=360,60 (D:\DATA\? &? \090409000003.D)



a. 土壤空白色谱图

DAD1 A, Sig=254,8 Ref=360,60 (D:\DATA\? &? \090409000004.D)

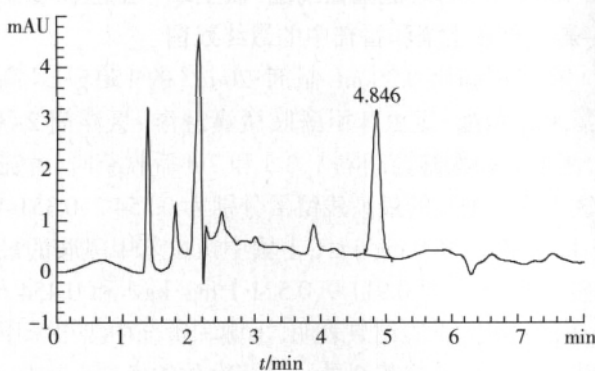
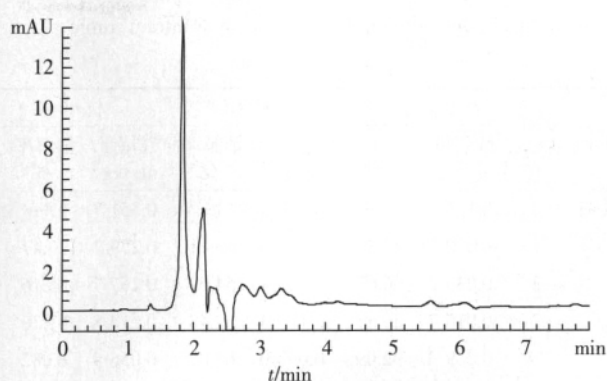
b. 土壤添加色谱图(0.5 mg·kg⁻¹)

图 3 土壤样品色谱图

Figure 3 Liquid chromatogram of soil samples

田间试验结果见表 2。样品实测色谱图见图 5。在番茄果实生长到约至成熟个体 1/3 大小时,按施药剂量 0.90 mL 制剂·20 m⁻² 手动喷雾施药 1 次,氯虫苯甲酰胺在土壤和番茄中的原始沉积量分别为 0.905 1 和 0.117 6 mg·kg⁻¹(天津)、0.460 1 和 0.270 0 mg·kg⁻¹(济南)和 2.837 5 和 0.351 7 mg·kg⁻¹(杭州)。施药 21 d 后,氯虫苯甲酰胺在天津、济南和杭州三地番茄中降解率分别达 100%、84.85%和 92.49%,土壤中降解率

DAD1 A, Sig=254,8 Ref=360,60 (D:\DATA\? &? \090409100001.D)



a. 番茄空白色谱图

DAD1 A, Sig=254,8 Ref=360,60 (D:\DATA\? &? \090409100002.D)

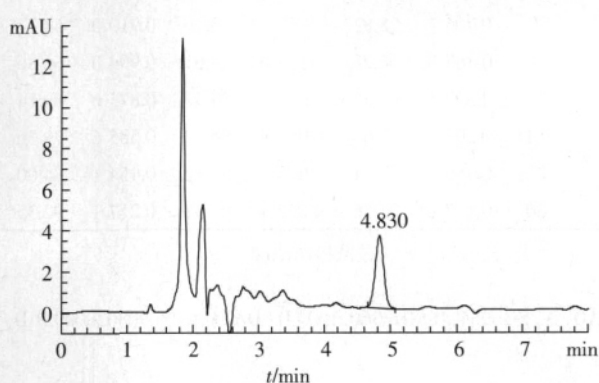
b. 番茄添加色谱图(0.5 mg·kg⁻¹)

图 4 番茄样品色谱图

Figure 4 Liquid chromatogram of tomato samples

分别为 93.31%、92.32%和 84.00%。由于三地田间试验情况复杂,氯虫苯甲酰胺在土壤和番茄中消解速率与试验期间天气状况和土壤类型等密切相关,天津地区试验为 5—7 月,正值雨季,施药后受到雨水冲刷,导致农药在土壤和番茄中残留量降低较快。

一般认为,农药在土壤中的残留和降解还主要与土壤中有机质含量、pH、湿度、温度和植物根系分泌物等多种因素有关,同时与农药本身的理化性质有关。研究发现^[12],在一定的土壤持水量范围内,随着水分含量的增高,农药降解速度加快;同时随着环境温度逐渐接近于微生物生长的最适温度,微生物酶活性大大提高,从而促进了农药的较快降解。山东试验地土壤为棕壤土,试验期间雨水适中,环境温度为 25~35℃,这可能是导致氯虫苯甲酰胺在山东试验地土壤中降解速率较快的主要原因。

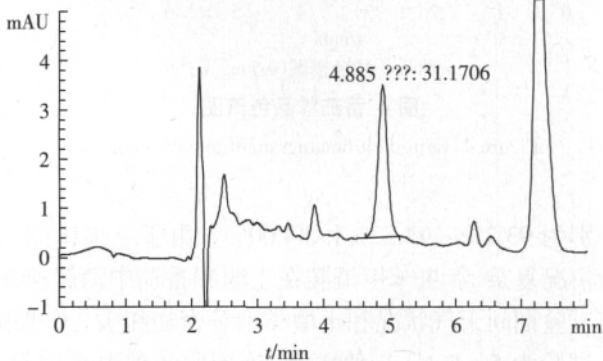
虽然适当水分能增加农药在土壤中的移动性,有利于农药的光解。但湿度也可以影响农药的微生物活动,当土壤持水量较高,特别是超过田间饱和持水量、

表 2 氯虫苯甲酰胺在土壤和番茄中的残留消解动态
Table 2 Degradation dynamics of chlorantraniliprole
in soil and tomato

样品	采样 时间/d	天津		济南		杭州	
		残留量/ mg·kg ⁻¹	消解率/ %	残留量/ mg·kg ⁻¹	消解率/ %	残留量/ mg·kg ⁻¹	消解率/ %
番茄	0	0.117 6	—	0.270 0	—	0.351 7	—
	1	0.090 2	23.30	0.126 6	53.11	0.279 7	20.47
	3	0.039 2	66.67	0.122 4	54.67	0.157 7	55.16
	7	0.015 7	86.65	0.101 3	62.48	0.114 8	67.36
	14	0.009 3	92.09	0.097 0	64.07	0.056 9	83.82
	21	ND	100.00	0.040 9	84.85	0.026 4	92.49
	30	ND	—	ND	—	ND	—
土壤	0	0.905 1	—	0.460 1	—	2.837 5	—
	1	0.705 7	28.83	0.350 8	23.76	0.910 0	64.77
	3	0.387 0	66.28	0.107 6	76.61	0.904 0	66.86
	7	0.377 1	67.45	0.092 2	79.97	0.875 6	69.14
	14	0.205 0	87.66	0.063 9	86.12	0.585 6	79.36
	21	0.156 9	93.31	0.035 3	92.32	0.454 1	84.00
	30	0.137 8	95.56	0.012 1	97.38	0.217 1	92.35

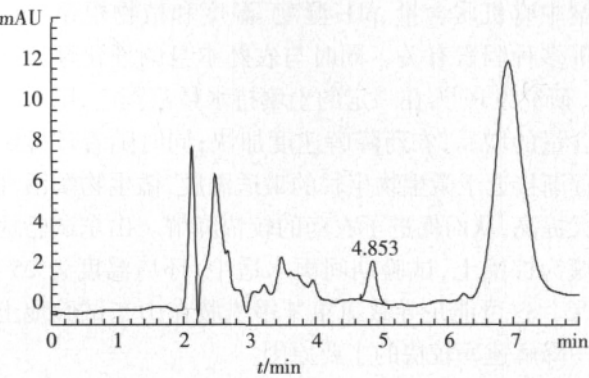
注：“ND”表示低于方法最低检出浓度。

DAD1 A, Sig=254, 16 Ref=360, 100 (D:\DATA\? &? \090802000051.D)



a.土壤实测色谱图

DAD1 A, Sig=254, 16 Ref=360, 100 (D:\DATA\? &? \0907310000049.D)



b.番茄实测色谱图

图 5 样品实测色谱图

Figure 5 Liquid chromatogram of soil and tomato

呈淹水状态后, 农药在土壤中的降解速率将迅速放缓, 此时的土壤含水量已不适合微生物生长。由于杭州试验地土壤为潮土, 相对湿度较大, 这可能是导致杭州试验地土壤中氯虫苯甲酰胺残留消解速率较慢的主要原因。

对氯虫苯甲酰胺在土壤和番茄中的残留消解数据进行回归处理, 结果见表 3。由表 3 可见, 氯虫苯甲酰胺在土壤和番茄中的消解动态符合一级动力学反应模型。在番茄中施用 150 g·L⁻¹ 高效氯氟氰菊酯·氯虫苯甲酰胺微囊悬浮-悬浮剂, 氯虫苯甲酰胺在土壤和番茄中的半衰期分别为 6.55~11.49 d 和 3.82~10.70 d。

表 3 150 g·L⁻¹ 高效氯氟氰菊酯·氯虫苯甲酰胺微囊悬浮-悬浮剂在土壤和番茄中残留消解动态方程

地点	样品	消解动态方程	相关系数	半衰期/d
天津	土壤	$y=0.6037e^{-0.0603x}$	0.854 6	11.49
	番茄	$y=0.0893e^{-0.1816x}$	0.947 6	3.82
济南	土壤	$y=0.2805e^{-0.1059x}$	0.900 3	6.55
	番茄	$y=0.1792e^{-0.0648x}$	0.885 7	10.70
杭州	土壤	$y=1.5029e^{-0.0639x}$	0.832 9	10.85
	番茄	$y=0.2881e^{-0.1166x}$	0.968 4	5.94

2.4 150 g·L⁻¹ 高效氯氟氰菊酯·氯虫苯甲酰胺微囊悬浮-悬浮剂在土壤和番茄中的最终残留

在田间施用 0.90 mL 制剂·20 m⁻² 的 150 g·L⁻¹ 高效氯氟氰菊酯·氯虫苯甲酰胺微囊悬浮-悬浮剂 2~3 次, 距最后一次施药间隔 1、3 d 和 7 d 后收获时, 番茄中氯虫苯甲酰胺的最高残留量分别为 0.554 2、0.351 4 mg·kg⁻¹ 和 0.236 9 mg·kg⁻¹, 土壤中氯虫苯甲酰胺的最高残留量分别为 0.911 9、0.521 1 mg·kg⁻¹ 和 0.454 6 mg·kg⁻¹。田间试验结果表明, 土壤和番茄中氯虫苯甲酰胺的残留量随施药剂量、施药次数的增加而增加, 随采样间隔时间的延长而逐渐降低。

3 结论

本文建立了氯虫苯甲酰胺在土壤和番茄中的残留分析方法, 研究了其残留消解动态和最终残留状况。该方法重现性好、准确度高、简便、快速, 添加回收率及检出限均能满足农药残留分析的要求。田间试验结果表明, 150 g·L⁻¹ 高效氯氟氰菊酯·氯虫苯甲酰胺微囊悬浮-悬浮剂按照 1.5 倍推荐剂量 0.90 mL 制剂·20 m⁻² 在番茄生长至成熟个体 1/3 大小时, 喷雾施药 1 次, 氯虫苯甲酰胺在土壤和番茄中的原始沉积量分

别为 $0.905\ 1\ \text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 和 $0.117\ 6\ \text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ (天津)、 $0.460\ 1\ \text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 和 $0.270\ 0\ \text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ (山东济南)、 $2.837\ 5\ \text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 和 $0.351\ 7\ \text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ (浙江杭州)。氯虫苯甲酰胺在土壤和番茄中残留消解动态规律符合方程 $C_t = C_0 e^{-kt}$, 消解速率较快, $150\ \text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 高效氯氟氰菊酯·氯虫苯甲酰胺微囊悬浮-悬浮剂在土壤和番茄中的消解半衰期分别为 $6.55\sim 11.49\ \text{d}$ 和 $3.82\sim 10.70\ \text{d}$ 。最终残留试验研究表明, 在番茄上手动喷雾施药 $150\ \text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 高效氯氟氰菊酯·氯虫苯甲酰胺微囊悬浮-悬浮剂, 施药剂量为 $0.90\ \text{mL}$ 制剂· $20\ \text{m}^{-2}$, 兑水喷雾处理 2~3 次, 施药间隔为 7 d, 最后一次施药距采收间隔 7 d, 番茄中氯虫苯甲酰胺最高残留量均低于 $0.3\ \text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 。

据检索, 氯虫苯甲酰胺在番茄中的 MRL 值美国、墨西哥和加拿大均规定为 $0.7\ \text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, 国际食品法典委员会(CAC)标准规定为 $0.60\ \text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, 欧盟和澳大利亚规定为 $0.3\ \text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 。我国尚未制订氯虫苯甲酰胺在番茄中的 MRL 值。因此, 参考欧盟和澳大利亚规定的氯虫苯甲酰胺在番茄中的 MRL 值 $0.3\ \text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, 在番茄上手动喷雾施药 $150\ \text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 高效氯氟氰菊酯·氯虫苯甲酰胺微囊悬浮-悬浮剂, 施药剂量为 $0.90\ \text{mL}$ 制剂· $20\ \text{m}^{-2}$, 兑水喷雾处理 2~3 次, 最后一次施药距采收期间隔 7 d 时, 氯虫苯甲酰胺在番茄中的残留是安全的。本研究为评价氯虫苯甲酰胺及其制剂在番茄上使用后的生态环境效应和环境及农产品安全性提供重要依据, 并为指导 $150\ \text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 高效氯氟氰菊酯·氯虫苯甲酰胺微囊悬浮-悬浮剂在番茄上的科学合理使用及残留准则等的制定积累了重要的基础资料, 也为其他环境样品和农作物中氯虫苯甲酰胺的分析提供了重要的方法参考。

参考文献:

- [1] United States Environmental Protection Agency, Office of Prevention, Pesticides and Toxic Substances (7505P). Chlorantraniliprole[R]//. Pesticide Fact Sheet, April 2008.
- [2] 徐尚成, 俞幼芬, 王晓军, 等. 新杀虫剂氯虫苯甲酰胺及其研究开发进展[J]. 现代农药, 2008, 7(5): 8-11.
XU Shang-cheng, YU You-fen, WANG Xiao-jun, et al. Rynaxypyr, a new insecticide and its research & development in application[J]. *Modern Agrochemicals*, 2008, 7(5): 8-11.
- [3] DuPont. Rynaxypyr Technical Bulletin[R]. 2007-12-27.
- [4] 张武军, 张辉, 张伟, 等. 18.5% 氯虫苯甲酰胺悬浮剂防治水稻二化螟药效试验[J]. 农药, 2009, 48(3): 230-232.
ZHANG Wu-jun, ZHANG Hui, ZHANG Wei, et al. Control effect of chlorantraniliprole 18.5% SC against *Chilo suppressalis* Waleker[J]. *Agrochemicals*, 2009, 48(3): 230-232.
- [5] 陈再廖, 周学杰, 林济忠, 等. 20% 氯虫苯甲酰胺悬浮剂防治稻纵卷叶螟的效果及施药适期探讨[J]. 安徽农业科学, 2009, 37(6): 2604-2605.
CHEN Zai-liao, ZHOU Xue-jie, LIN Ji-zhong, et al. Study on control efficiency and optimum spraying stage of 20% chlorantraniliprole suspending agent against *Cnaphalocrocis medinalis* Guenee[J]. *Journal of Anhui Agri Sci*, 2009, 37(6): 2604-2605.
- [6] Tohnishi M, Nakao H, Furuya T, et al. Flubendiamide, a new insecticide characterized by its novel chemistry and biology[J]. *J Pestic Sci*, 2005, 30: 354-360.
- [7] 王广成, 吴春先, 高立明, 等. 氯虫苯甲酰胺悬浮剂的高效液相色谱分析[J]. 农药, 2009, 48(4): 267-269.
WANG Guang-cheng, WU Chun-xian, GAO Li-ming, et al. Analyzed chlorantraniliprole SC by HPLC[J]. *Agrochemicals*, 2009, 48(4): 267-269.
- [8] 徐妍, 战瑞, 马超, 等. 30% 噻虫嗪·氯虫苯甲酰胺悬浮剂高效液相色谱分析[J]. 农药, 2009, 48(7): 494-495, 503.
XU Yan, ZHAN Rui, MA Chao, et al. Analysis of thiamethoxam and chlorantraniliprole 30%SC by HPLC[J]. *Agrochemicals*, 2009, 48(7): 494-495, 503.
- [9] 步海燕, 欧晓明, 马俊凯, 等. 高效液相色谱法测定水体中的氯虫酰胺残留量[J]. 光谱实验室, 2008, 25(6): 1230-1234.
BU Hai-yan, OU Xiao-ming, MA Jun-kai, et al. Determination of chlorantraniliprole residue in environmental aquatic samples by high performance liquid chromatography[J]. *Chinese Journal of Spectroscopy Laboratory*, 2008, 25(6): 1230-1234.
- [10] Pierluigi Caboni, Giorgia Sarais, Alberto Angioni, et al. Liquid chromatography-tandem mass spectrometric ion-switching determination of chlorantraniliprole and flubendiamide in fruits and vegetables[J]. *J Agric Food Chem*, 2008, 56: 7696-7699.
- [11] 李晓亮, 秦智伟, 侯利园, 等. 土壤环境因素对残留农药降解的影响[J]. 东北农业大学学报, 2009, 40(4): 132-135.
LI Xiao-liang, QIN Zhi-wei, HOU Li-yuan, et al. Influence of environmental factors on degradation of residual pesticide in soil[J]. *Journal of Northeast Agricultural University*, 2009, 40(4): 132-135.