

氟啶虫胺胍在棉花和土壤中的检测方法 与残留动态研究

秦旭¹, 徐应明^{1*}, 孙扬¹, 赵立杰¹, 刘烨潼²

(1.农业部环境保护科研监测所, 农业部产地环境质量重点实验室/天津市农业环境与农产品安全重点实验室, 天津 300191;
2.天津市农业质量标准与检测技术研究所, 天津 300381)

摘要:研究和建立了氟啶虫胺胍在土壤、棉籽和棉叶中的高效液相色谱检测方法,并在天津和杭州两地开展了氟啶虫胺胍在棉花中的田间残留试验研究。样品采用乙腈提取,正己烷萃取,氟罗里硅土柱层析净化,正己烷/丙酮(体积比6:4)混合液洗脱,减压浓缩至干,甲醇定容,高效液相色谱配可变波长紫外检测器进行检测。当分别在空白土壤、棉籽和棉叶样品中添加浓度为0.05~2.5 mg·kg⁻¹的氟啶虫胺胍标准品时,其平均添加回收率在76.81%~94.43%之间,相对标准偏差(RSD)在0.54%~7.20%之间;氟啶虫胺胍的最小检出量为1 ng,在所有样品中的最低检出浓度均为0.05 mg·kg⁻¹。田间残留试验结果表明,氟啶虫胺胍在土壤和棉叶中的消解规律符合一级动力学模型 $C_t=C_0e^{-kt}$,消解半衰期分别为1.36~5.10 d和6.13~9.37 d。最终残留试验结果表明,在棉花田手动喷雾施用50%氟啶虫胺胍水分散粒剂,按推荐剂量和1.5倍推荐剂量施药,兑水喷雾处理2~3次,每次施药间隔7 d,在距最后1次施药7、14 d和21 d时,氟啶虫胺胍在棉籽和土壤中的残留量均小于方法最低检出浓度0.05 mg·kg⁻¹。

关键词: 氟啶虫胺胍;检测;棉花;土壤;残留;消解动态

中图分类号:X592 文献标志码:A 文章编号:2095-6819(2014)04-0381-07 doi: 10.13254/j.jare.2014.0064

Residue Determination and Degradation of Sulfoxaflor in Cotton and Soil

QIN Xu¹, XU Ying-ming^{1*}, SUN Yang¹, ZHAO Li-jie¹, LIU Ye-tong²

(1. Agro-Environmental Protection Institute, Ministry of Agriculture, Key Laboratory of Original Agro-environmental Quality of Ministry of Agriculture / Tianjin Key Laboratory of Agro-Environment & Agro-Product Safety, Tianjin 300191, China; 2. Tianjin Institute of Agricultural Quality Standard and Testing Technology Research, Tianjin 300381, China)

Abstract: An analytical method with high performance liquid chromatography (HPLC) was established for determining sulfoxaflor residue in soil, cotton seeds and cotton leaves. The field residue decline study and final residue trials of sulfoxaflor in cotton in Tianjin City and Hangzhou City, were designed. The samples were extracted with acetonitrile, partitioned by n-hexane, purified using Florisil column, and determined by HPLC equipped with a variable wavelength detector (VWD). The results showed that when the spiked levels were 0.05 mg·kg⁻¹ to 2.5 mg·kg⁻¹, the average recovery of sulfoxaflor ranged from 76.81% to 94.43% with relative standard deviation (RSD) of 0.54% to 7.20%; the limit of detection (LOD) of sulfoxaflor was 1 ng, and the limit of quantification (LOQ) was 0.05 mg·kg⁻¹ in soil, cotton seeds and cotton leaves. The degradation of sulfoxaflor in soil and cotton leaves could be described with an equation: $C_t=C_0e^{-kt}$. The half-life of sulfoxaflor were 1.36~5.10 d and 6.13~9.37 d in soil and cotton leaves, respectively. The wheat was sprayed with 50% water dispersible granule (WDG) at dosage 0.6~0.9 g·30 m⁻² (2~3 times) at full-bloom stage, the interval period was 7 d, the final residues of sulfoxaflor were lower than LOQ in soil and cotton seeds.

Keywords: sulfoxaflor; determination; cotton; soil; residue; degradation

氟啶虫胺胍(sulfoxaflor)是由陶氏农业科学(Dow AgroSciences)在2010年公开报道的一种防治吸汁害

虫的新型杀虫剂。其化学名称为[1-[6-(三氟甲基)吡啶-3-基]乙基]- λ^4 -巯基氨胍;分子式:C₁₀H₁₀F₃N₃OS;分子量:277.27;CAS:[946 578-00-3];CIPAC No.:820;结构式见图1^[1]。

氟啶虫胺胍的制剂规格为水分散粒剂,外观为白色颗粒状固体,有轻微的味道,pH值为5~9,悬浮率和分散性 $\geq 60\%$,湿筛试验(通过75 μm 试验筛) $\geq 80\%$,

收稿日期:2014-03-24

基金项目:农业部农药残留试验项目

作者简介:秦旭(1982—),男,硕士,助理研究员,从事农药分析技术与残留污染行为研究。E-mail: qinxu621@163.com

*通信作者:徐应明 E-mail: ymxu1999@126.com

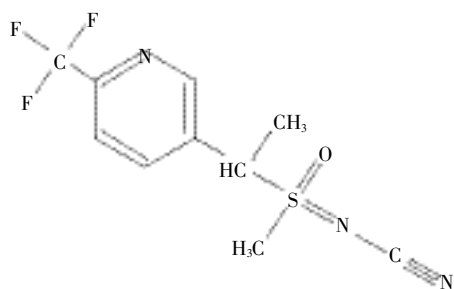


图 1 氟啉虫胺腈的结构式

Figure 1 Structural formula of sulfoxaflor

54 ℃、14 d 热贮稳定^[2]。氟啉虫胺腈是磺酰亚胺杀虫剂,作用于昆虫的神经系统,即作用于胆碱受体内独特的结合位点而发挥杀虫功能^[3]。可经叶、茎和根吸收进入植物体。适用于防治棉花田盲蝽^[4]、叶蝉^[5]、蚜虫、飞虱^[6]等害虫,对非靶标节肢动物毒性低,是害虫综合防治的优选药剂^[7]。氟啉虫胺腈具有高效、广谱活性和使用量低等特点,且与其他化学类别的杀虫剂无交互抗性,所以同已上市的产品相比具有优越性^[8-12]。

目前国内外对于氟啉虫胺腈残留检测方法的研究较少,陈九星等^[13]应用高效液相色谱-质谱(HPLC-MS)和气相色谱-电子捕获检测器(GC-ECD)研究了氟啉虫胺腈在不同光源下和不同溶剂中的降解趋势及代谢产物,黄庆等^[14]应用 GC-ECD 建立了氟啉虫胺腈在柑橘和土壤中的残留检测方法。但有关氟啉虫胺腈在棉花田中的检测方法及其残留趋势研究则尚未见到报道。GC-ECD 灵敏度较高,但在稳定性方面不如液相色谱^[15];HPLC-MS 选择性较好,但价格昂贵且后期维护和保养费用较高,难以普遍推广。笔者采用高效液相色谱-紫外检测器(HPLC-VWD)建立了一套稳定、灵敏、通用性强的方法用于检测棉花中的氟啉虫胺腈的残留量,并通过田间试验测定了其在棉花田中的消解动态情况及在收获期的最终残留情况,为以后指导此农药更为科学合理的使用和建立相关的 MRL 值提供依据。

1 材料与方法

1.1 药剂及仪器

纯度为 99.7% 的氟啉虫胺腈(sulfoxaflor)标准品和 50% 氟啉虫胺腈水分散粒剂,均由陶氏化学(中国)投资有限公司提供。乙腈为分析纯和色谱纯,正己烷、丙酮、氟罗里硅土和无水硫酸钠均为分析纯,甲醇为色谱纯,自制超纯水(作流动相)。

UltiMate 3000 型高效液相色谱仪,可变波长紫外

检测器(VWD)(美国戴安公司)。Heidolph LABORO-TA 4000 型旋转蒸发仪(德国海道尔夫公司);ZHWHY-2102C 型调速多用振荡器(中国上海智诚分析仪器制造有限公司);T-25 basic ULTRA-TURRAX 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(中国上海民桥精密科学仪器有限公司);SHZ-D(III)循环水式真空泵(中国河南巩义市予华仪器有限公司)及抽滤装置等。

1.2 田间试验

参照《农药残留试验准则》(NY/T 788—2004)的相关要求,2010 年 8 月—10 月和 2011 年 8 月—9 月分别在天津市和浙江省杭州市进行了 50% 氟啉虫胺腈 WDG 在棉花上的残留消解动态试验和最终残留试验。

1.2.1 试验地点信息

天津试验点选在天津市西青区辛口镇王家村,土壤为粘壤土,pH 值 7.18,有机质含量 2.03%,阳离子代换量:18.01 cmol·kg⁻¹。棉花品种为国欣棉 8 号。

杭州试验点选在浙江省杭州市萧山区十三工段,土壤为沙壤土,pH 值 6.9,有机质含量 1.85%,阳离子代换量:17.76 cmol·kg⁻¹。棉花品种为中棉所 59。

1.2.2 棉花植株上的消解动态试验

设 3 个重复小区,每小区面积 30 m²。在棉花生长至约 0.3 m 高时手动喷雾施药,施药制剂量为 0.9 g·30 m⁻²。施药后 2 h、1、3、7、14、21 d 和 28 d 采样,每个小区间均设隔离区,另设清水空白对照。棉花植株样本的采集:采用五点法在每个试验小区随机采集 2 kg 生长正常、无病害、半成熟或成熟的棉花植株,切碎、混匀后采用四分法留样 500 g,装入样本容器中,粘好标签,贮存于-20 ℃冰柜中保存。

1.2.3 土壤中的消解动态试验

在试验地块附近选一块 10 m² 表面平整、墒情适中且不种植任何植物的地块做土壤消解动态试验,与棉花上消解动态试验同时喷雾施药,施药制剂量为 0.3 g·10 m⁻²。施药后 2 h、1、3、7、14、21 d 和 28 d 采样,另设清水空白对照。土壤样本的采集:用五点法随机用土钻采集 0~10 cm 的土壤 1~2 kg,除去土壤中的碎石、杂草和植物根茎等杂物,混匀后采用四分法留样 500 g,装入样本容器中。粘好标签,贮存于-20 ℃冰柜中保存。

1.2.4 最终残留试验

2 个施药剂量,分别为低剂量 0.6 g·30 m⁻² 和高

剂量 $0.9 \text{ g} \cdot 30 \text{ m}^{-2}$, 在棉花盛花期开始首次施药, 各设3次和2次施药, 小区面积 30 m^2 , 重复3个小区, 2次施药间隔为7 d。距最后1次施药7、14 d和21 d每小区采用五点法随机采集棉籽2 kg, 磨碎、混匀后按四分法留样250 g; 每小区五点法随机采集土壤(0~15 cm)2 kg, 土壤样品去除杂物后充分混匀, 按四分法各留样250 g, 所有样品用塑料袋封装、编号, $-20 \text{ }^\circ\text{C}$ 以下低温冰柜保存待测。

1.2.5 空白对照试验

在试验点附近选取未施药的棉花田, 采集土壤、棉叶和棉籽作为空白对照。

1.3 分析方法

1.3.1 样品提取

棉叶样品: 称取20 g切碎的样品置于250 mL烧杯中, 加入80 mL乙腈, 在组织捣碎机上匀浆提取2 min。抽滤, 用50 mL乙腈清洗滤渣。全部乙腈倒入分液漏斗内, 用正己烷萃取2次, 每次50 mL, 弃去正己烷相。乙腈用无水硫酸钠脱水并置于平底烧瓶中, 旋转蒸发至干, 平底烧瓶先用0.5 mL丙酮充分润洗, 再加入10 mL正己烷, 待柱净化。层析柱内依次装入2 g无水硫酸钠、2 g弗罗里硅土和2 g无水硫酸钠。先用5 mL丙酮和10 mL正己烷混合溶液预淋, 弃去淋出液。上样, 待柱内溶液流尽时用10 mL正己烷/丙酮(20:1, V/V)混合溶液润洗圆底烧瓶, 倒入柱内, 待流尽后使用相同的淋洗液再重复1次, 弃去淋洗液。最后用20 mL正己烷/丙酮(6:4, V/V)混合溶液淋洗, 收集淋洗液, 旋转蒸发至干, 5 mL甲醇定容待测。

棉籽和土壤样品: 称取20 g土壤或粉碎的棉籽样品置于250 mL磨口带塞三角烧瓶中, 加入80 mL乙腈, 震荡提取30 min。抽滤, 用50 mL乙腈清洗滤渣。以下步骤同棉叶样品。

1.3.2 色谱条件

色谱柱: Agilent ZORBAX SB-C18柱(25 cm \times 4.6 mm \times 5 μm), 柱温: $30 \text{ }^\circ\text{C}$; 流动相: 乙腈:水=25:75(V/V); 检测波长: 260 nm; 流速: $1 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$; 进样量: $10 \mu\text{L}$ 。在此条件下, 氟啶虫胺胍的2个手性异构体的保留时间分别为16.3 min和17.8 min。定量时采用2个色谱峰面积之和来计算。

2 结果与讨论

2.1 仪器条件及前处理方法的选择

2.1.1 检测波长的选择

通过紫外全波长扫描发现(图2), 氟啶虫胺胍在

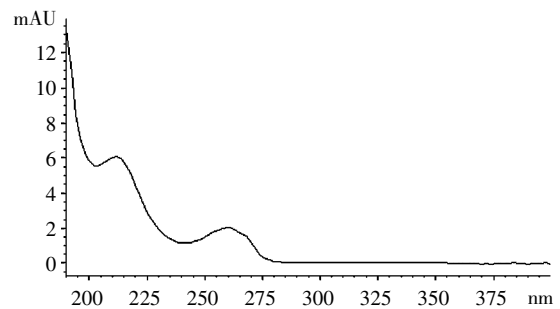


图2 氟啶虫胺胍紫外吸收光谱图

Figure 2 UV absorption spectra of sulfoxaflo

213 nm处有较大的吸收峰, 但其他杂质在此波长处也有较大吸收, 会对氟啶虫胺胍的分析产生干扰。而在260 nm处氟啶虫胺胍的吸收峰也较大, 杂质的干扰则相对较小, 故选择260 nm作为检测波长。

2.1.2 提取和萃取溶液的选择

分别使用甲醇、乙腈和丙酮3种常见的提取试剂进行提取实验, 由于丙酮和萃取剂正己烷互溶, 而甲醇则对油脂和色素等杂质也有较强的提取效果, 故选用对油脂和色素提取效果较弱的乙腈作为提取剂。

经实验发现, 氟啶虫胺胍几乎不溶于正己烷, 所以本实验采用正己烷来初步去除样品中的色素和油脂等杂质。用正己烷萃取2次, 每次50 mL所取得的效果最为理想, 既保证了杂质的去除效果, 又不会影响方法的回收率且不浪费试剂。

2.1.3 柱净化条件的选择

由于棉叶和棉籽的杂质含有较多的油脂和色素等杂质, 而氟啶虫胺胍几乎不溶于正己烷, 所以在柱净化步骤中先用含有大比例正己烷的混合溶液(正己烷:丙酮=20:1, V/V)淋洗去除杂质, 再用正己烷比例较低的混合溶液洗脱目标化合物。通过对不同比例的正己烷/丙酮混合淋洗溶液进行对比实验, 发现当丙酮的比例大于等于40%时, 方法的回收率较为理想, 但随着丙酮的比例升高, 淋出液的颜色会随之加深, 说明洗脱出来的色素和杂质也随之增多, 所以当正己烷/丙酮为6:4(V/V)时方法的回收率和净化效果均较为理想(表1)。分别使用硅胶、中性氧化铝和氟罗里

表1 正己烷和丙酮在不同比例下方方法的添加回收率

Table 1 Effect of different solvents on the recovery of sulfoxaflo in samples

正己烷/丙酮(V/V)	9:1	8:2	7:3	6:4	5:5	4:6
回收率/%	5	22	73	92	95	96

硅土作为层析柱的填料进行相同淋洗条件下的对比试验,发现使用 3 种填料后的添加回收率均很理想,但氟罗里硅土的净化效果最好,与上述淋洗步骤和仪器条件配合使用,氟啶虫胺胍在色谱图上的双峰完全分离且无杂质干扰,灵敏度和回收率都能满足农药残留分析试验的要求。

2.2 方法学评价

2.2.1 线性范围

用甲醇分别配制浓度为 0.1、0.2、0.5、2.0 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 和 10 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的氟啶虫胺胍标准溶液,在 1.3.2 的液相色谱条件下进行测定,求出线性回归方程为 $y=0.0226x+0.0018$,相关系数 $r=1.000$,可见氟啶虫胺胍在此浓度区间内有良好的线性关系。

2.2.2 方法的准确度、精密度和灵敏度

分别称取空白棉叶、土壤和棉籽样品,向其中分别添加适量的氟啶虫胺胍标准溶液,使其在样品中的添加浓度为 0.05、0.5 $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 和 2.5 $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$,每个浓度设 5 个平行试验,测定其添加回收率。分析结果表明(表 2),对于 5 种平行实验样本,氟啶虫胺胍的平均添加回收率在 76.81%~94.43%之间,相对标准偏差(RSD)在 0.54%~7.20%之间;按照信噪比(S/N)为 3 确定仪器对氟啶虫胺胍的最小检出量(LOD)为 1 ng;通过向空白样品中添加不同浓度的氟啶虫胺胍标准品,确定棉叶、棉籽和土壤中氟啶虫胺胍的最低检出浓度(LOQ)均为 0.05 $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 。

从棉籽和棉叶的色谱图中可以看到(图 3),在氟啶虫胺胍的出峰位置基线不呈水平状态,基质干扰效应较为明显,这会影响到样品添加回收率和最低检出浓度的制定,如表 2 中所示在低添加浓度时样品的回收率会高于中、高浓度的添加回收率。

2.3 消解动态试验结果

氟啶虫胺胍在天津和杭州两地棉叶和土壤中的消解动态情况见图 4、图 5 和表 3。

表 3 氟啶虫胺胍在棉叶和土壤中消解动态试验结果

Table 3 Degradation equations of sulfoxaflor in cotton leaves and soil

样品类型	地点	消解动态方程	相关系数	半衰期/d
棉叶	天津	$C_t=0.1991e^{-0.074t}$	0.6564	9.37
	杭州	$C_t=1.1957e^{-0.113t}$	0.8293	6.13
土壤	天津	$C_t=0.1273e^{-0.136t}$	0.8547	5.10
	杭州	$C_t=0.4173e^{-0.511t}$	0.9838	1.36

从表 3 中可以看出,氟啶虫胺胍在棉叶和土壤中均属于易降解农药。在棉叶中的消解速率要比在土壤中慢,这可能是由于土壤中的微生物对氟啶虫胺胍的降解作用加快了其在土壤中的消解速率^[16];氟啶虫胺胍在天津试验点的消解速率要慢于杭州试验点,这可能是两地气候差异所致,天津试验点的消解动态试验时间在 2011 年夏季,同期天津的降水量为 419.6 mm,平均气温为 25.6 $^{\circ}\text{C}$,日照时数为 627 h;杭州的消解动态试验时间在 2010 年夏季,同期杭州的降水量为 612.1 mm,平均气温为 27.3 $^{\circ}\text{C}$,日照时数为 674 h。所以地处南方的杭州与北方的天津相比拥有更丰沛的雨水、更大的湿度、更高的温度和更长的日照时间,这几个因素是导致氟啶虫胺胍在杭州消解更快的原因^[17]。

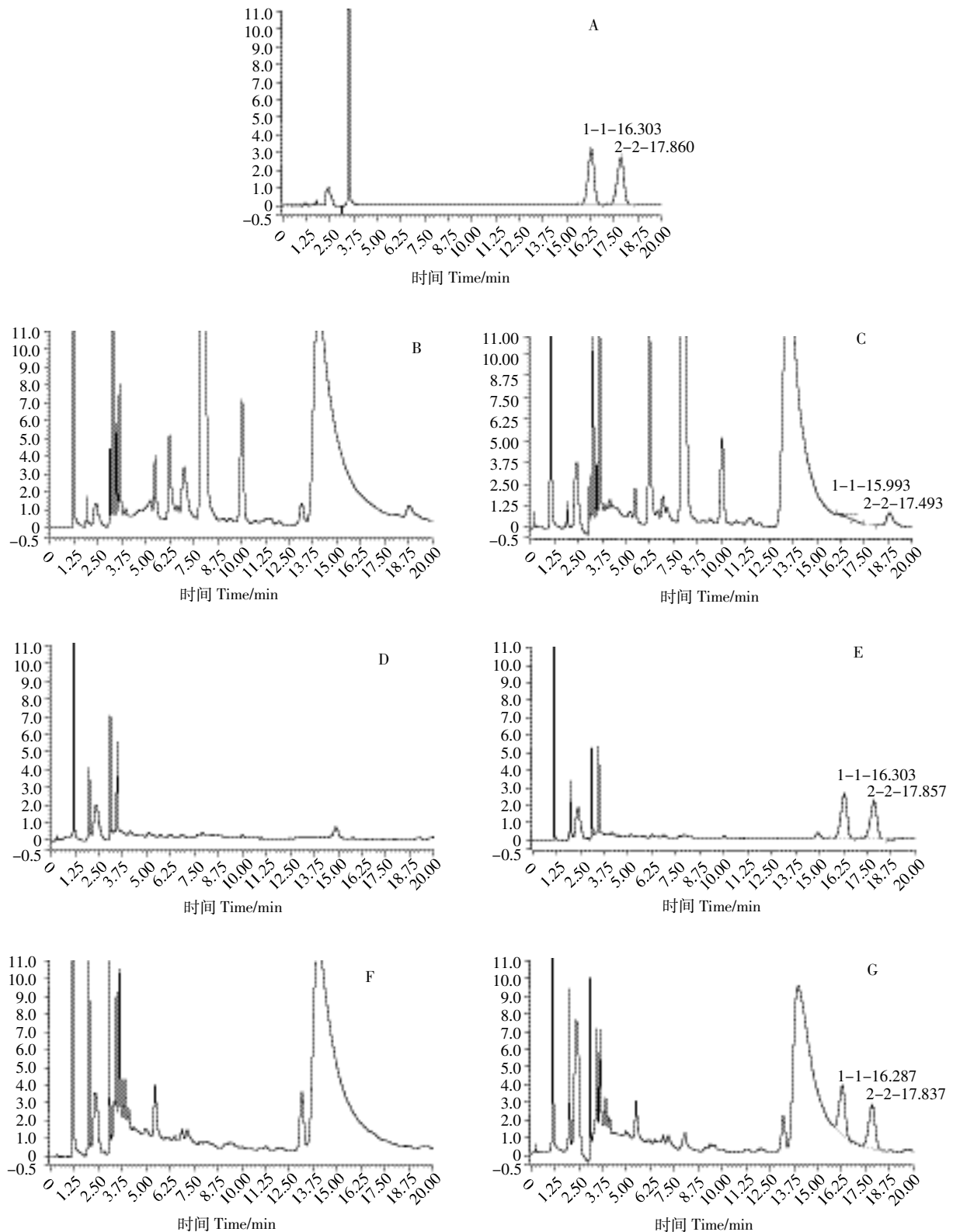
2.4 最终残留试验结果

2010—2011 年施用 50%氟啶虫胺胍水分散粒剂按低剂量 0.6 $\text{g}\cdot 30\text{m}^{-2}$ 和高剂量 0.9 $\text{g}\cdot 30\text{m}^{-2}$,在棉花盛花期开始首次施药,各设 3 次和 2 次施药,2 次施药间隔为 7 d。在距最后 1 次施药 7、14 d 和 21 d 时氟

表 2 方法的添加回收率和相对标准偏差

Table 2 Recoveries and relative standard deviation (RSD) of sulfoxaflor in various samples

样品	添加浓度/ $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$	回收率/%					平均回收率/%	RSD/%
		1	2	3	4	5		
土壤	2.5	80.84	80.34	80.35	80.64	82.33	80.90	1.02
	0.5	94.10	93.57	90.77	94.26	99.47	94.43	3.33
	0.05	93.71	86.82	94.93	91.48	92.49	91.89	3.39
棉叶	2.5	83.05	83.00	84.02	83.41	83.98	83.49	0.59
	0.5	81.42	81.20	81.33	83.38	81.22	81.71	1.15
	0.05	101.00	86.41	93.10	93.71	84.38	91.72	7.20
棉籽	2.5	86.39	87.19	86.99	86.61	87.58	86.95	0.54
	0.5	77.10	75.26	77.41	77.17	77.13	76.81	1.15
	0.05	92.90	98.38	98.99	88.03	86.61	92.98	6.14



A—氟啶虫胺胍标准品 Sulfoxaflor standard ($10 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$); B—棉籽空白 Blank cotton seeds; C—棉籽中添加氟啶虫胺胍 Cotton seeds fortified with sulfoxaflor ($0.05 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$); D—土壤空白 Blank soil; E—土壤中添加氟啶虫胺胍 Soil fortified with sulfoxaflor ($2.5 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$); F—棉叶空白 Blank cotton leaves; G—棉叶中添加氟啶虫胺胍 Cotton leaves fortified with sulfoxaflor ($2.5 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)

图3 氟啶虫胺胍的高效液相色谱图

Figure 3 HPLC chromatogram of sulfoxaflor

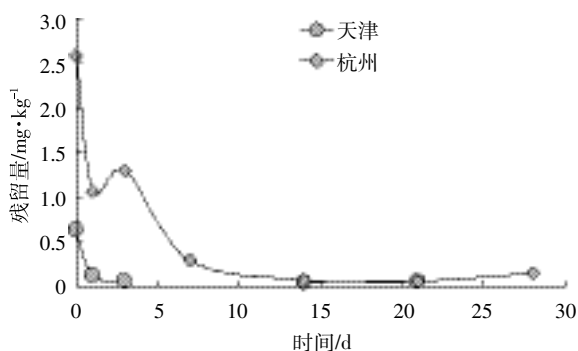


图 4 氟啶虫胺胍在棉叶中的消解动态曲线

Figure 4 Degradation curve of sulfoxaflor in cotton leaves

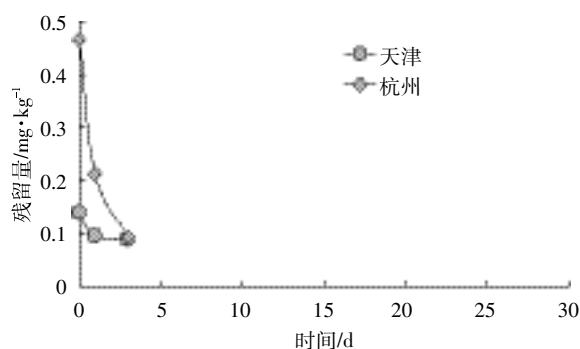


图 5 氟啶虫胺胍在土壤中的消解动态曲线

Figure 5 Degradation curve of sulfoxaflor in soil

啶虫胺胍在棉籽和土壤中的最终残留量均低于方法最低检出浓度,视为未检出。

3 结论

建立了一套氟啶虫胺胍在棉花中的提取和检测的方法,样品采用乙腈提取,正己烷萃取除杂,氟罗里硅土柱层析净化,正己烷/丙酮(体积比 6:4)混合液洗脱,甲醇定容,高效液相色谱进行检测。方法稳定、可靠,准确性、灵敏度和精确性均完全满足棉花这种富含色素和油脂的农作物的农药登记残留试验要求。

田间消解动态试验结果表明,氟啶虫胺胍在供试两地棉叶和土壤中的半衰期均小于 10 d,按照《化学农药环境安全评价试验准则》^[18]的评价标准,氟啶虫胺胍在棉叶和土壤中均属于易降解农药。

2010—2011 年南北两地最终残留试验结果表明:分别设置低剂量 $0.6 \text{ g} \cdot 30 \text{ m}^2$ 和高剂量 $0.9 \text{ g} \cdot 30 \text{ m}^2$,在棉花盛花期开始首次施药,各设 3 次和 2 次施药,2 次施药间隔为 7 d,在棉花收获期时氟啶虫胺胍在距最后 1 次施药的 7、14 d 和 21 d 的棉籽中的最终残留量均低于方法最低检出浓度 $0.05 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$,由于世界

各国均未制定氟啶虫胺胍在棉花中的最大残留限量值,所以本试验的研究结果将为各国制定此项标准提供依据。

参考文献:

- [1] 石小丽. 2010 年世界农药会议新品种——氟啶虫胺胍[J]. 农药研究与应用, 2010(6): 42–43.
SHI Xiao-li. New pesticide at 2010 world congress—sulfoxaflor[J]. *Agrochemicals Research & Application*, 2010(6): 42–43. (in Chinese)
- [2] 崔元英. 50%氟啶虫胺胍 WDG 对棉花盲蝽蟥和烟粉虱的防治效果研究[J]. 农业灾害研究, 2012, 2(2): 14–16.
CUI Yuan-ying. The study of 50% sulfoxaflor water dispersible granule to control blind stinkbugs and *Bemisia tabaci* of cotton[J]. *Journal of Agricultural Catastrophology*, 2012, 2(2): 14–16. (in Chinese)
- [3] Rasoulpour R J, Ellis-hutchings R G, Terry C, et al. A novel mode-of-action mediated by the fetal muscle nicotinic acetylcholine receptor resulting in developmental toxicity in rats[J]. *Toxicological Sciences*, 2012, 127(2): 522–534.
- [4] Siebert M W, Thomas J D, Steve P N, et al. Field evaluations of sulfoxaflor, a novel insecticide, against tarnished plant bug (Hemiptera: miridae) in cotton[J]. *The Journal of Cotton Science*, 2012, 16: 129–143.
- [5] Lysandrou M, Ahmad M, Longhurst C. Comparative efficacy of sulfoxaflor against cotton leafhopper, *amrasca devastans* (distant) (Cicadellidae: homoptera) under field conditions of Punjab and Sindh[J]. *J Agric Res*, 2010, 48(4): 517–524.
- [6] 林仁魁, 邹华娇, 吴德飞. 氟啶虫胺胍对褐飞虱的田间防治效果[J]. 农药, 2012, 51(8): 619–620.
LIN Ren-kui, ZOU Hua-jiao, WU De-fei. Field efficacy of sulfoxaflor 240 g/L SC against *Nilaparvata lugens* (Stål)[J]. *Agrochemicals*, 2012, 51(8): 619–620. (in Chinese)
- [7] Oliveira E E, Schleicher S, Büschges A, et al. Desensitization of nicotinic acetylcholine receptors in central nervous system neurons of the stick insect (*Carausius morosus*) by imidacloprid and sulfoximine insecticides [J]. *Insect Biochemistry and Molecular Biology*, 2011, 41: 872–880.
- [8] Sparks T C, Deboer G J, Wang N X, et al. Differential metabolism of sulfoximine and neonicotinoid insecticides by drosophila melanogaster monooxygenase CYP6G1[J]. *Pesticide Biochemistry and Physiology*, 2012, 103: 159–165.
- [9] Perry T, Chan J Q, Batterham P, et al. Effects of mutations in drosophila nicotinic acetylcholine receptor subunits on sensitivity to insecticides targeting nicotinic acetylcholine receptors[J]. *Pesticide Biochemistry and Physiology*, 2012, 102: 56–60.
- [10] Watson G B, Loso M R, Babcock J M, et al. Novel nicotinic action of the sulfoximine insecticide sulfoxaflor[J]. *Insect Biochemistry and Molecular Biology*, 2011, 41(7): 432–439.
- [11] Babcock J M, Gerwick C B, Jim X H, et al. Biological characterization of sulfoxaflor, a novel insecticide[J]. *Pest Manag Sci*, 2011, 67: 328–334.
- [12] Zhu Y M, Loso M R, Watson G B, et al. Discovery and characterization of sulfoxaflor, a novel insecticide targeting sap-feeding pests[J]. *J Agric Food Chem*, 2011, 59, 2950–2957.

- [13] 陈九星, 付启明, 陈力华, 等. 氟啶虫胺胍在不同有机溶剂中的光化学降解[J]. 环境科学学报, 2012, 32(12): 3015-3020.
CHEN Jiu-xing, FU Qi-ming, CHEN Li-hua, et al. Photodegradation of sulfoxaflor in various organic solvents[J]. *Acta Scientiae Circumstantiae*, 2012, 32(12): 3015-3020. (in Chinese)
- [14] 黄庆, 欧晓明, 陈力华, 等. 气相色谱法测定柑橘与土壤中氟啶虫胺胍的残留量[J]. 光谱实验室, 2013, 30(2): 985-990.
HUANG Qing, OU Xiao-ming, CHEN Li-hua, et al. Determination of sulfoxaflor residue in citrus fruits and soil by gas chromatography with electron capture detector[J]. *Chinese Journal of Spectroscopy Laboratory*, 2013, 30(2): 985-990. (in Chinese)
- [15] 孙建琴. 色谱技术的分析比较及其新发展趋势[J]. 凯里学院学报, 2009, 27(6): 42-43.
SUN Jian-qin. Comparison of chromatographic technique and its new trend of development[J]. *Journal of Kaili University*, 2009, 27(6): 42-43. (in Chinese)
- [16] 郭荣君, 李世东, 章力建, 等. 土壤农药污染与生物修复研究进展[J]. 中国生物防治, 2005, 21(3): 129-135.
GUO Rong-jun, LI Shi-dong, ZHANG Li-jian, et al. Soil contamination by chemical pesticides and its bioremediation[J]. *Chinese Journal of Biological Control*, 2005, 21(3): 129-135. (in Chinese)
- [17] 李晓亮, 秦智伟, 候利园, 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. (in Chinese)
- [18] 国家环保局. 化学农药环境安全评价试验准则[J]. 农药科学与管理, 1990(4): 4-9.
State Environmental Protection Administration. Test guidelines of chemical pesticide environmental safety evaluation[J]. *Pesticide Science and Administration*, 1990(4): 4-9. (in Chinese)