

螺虫乙酯及其代谢产物在猕猴桃中的残留消解动态

黄玉南^{1,2}, 乔成奎¹, 庞涛¹, 罗静¹, 庞荣丽¹, 郭琳琳¹, 李君¹, 王瑞萍¹, 谢汉忠¹

(1. 中国农业科学院郑州果树研究所, 农业部果品质量安全风险评估实验室(郑州), 河南郑州 450009)

(2. 中检溯源江苏技术服务有限公司, 江苏南京 211215)

摘要: 研究建立了螺虫乙酯及其4种主要代谢物在猕猴桃及土壤中的残留分析方法。样品用乙腈提取后, 经PSA净化, 高效液相色谱质谱联用仪检测, 外标法定量。结果表明: 在0.01~2.00 mg/kg的添加水平下, 螺虫乙酯及代谢产物在猕猴桃和土壤中的回收率为73.97%~110.52%, 相对标准偏差分别为1.96%~7.91%。采用所建方法, 测定螺虫乙酯及代谢产物在猕猴桃和土壤中的残留及消解动态。螺虫乙酯被施用到猕猴桃和土壤中后均迅速降解为B-enol、B-keto。在猕猴桃中螺虫乙酯、B-enol呈逐渐降低的趋势, 而B-keto和B-mono呈逐渐升高的趋势; 在土壤中螺虫乙酯、B-enol、B-keto均呈逐渐降低趋势, B-mono和B-glu在样品中均没有检出。螺虫乙酯和B-enol在土壤中的降解速度(1.42 d、1.99 d)快于在猕猴桃上的降解速度(4.08 d和6.39 d)。以3000倍液稀释液喷施2次, 28 d后, 猕猴桃中螺虫乙酯母体的残留量为0.06 mg/kg, 高于我国制定的0.02 mg/kg的最大残留限量值, 在猕猴桃上的安全使用剂量还需要进一步研究。

关键词: 螺虫乙酯; 猕猴桃; 土壤; 残留; 消解动态

文章编号: 1673-9078(2018)12-221-227

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2018.12.033

Residue and Dissipation of Spirotetramat and Its Metabolites in Kiwifruits and Soil

HUANG Yu-nan^{1,2}, QIAO Cheng-kui¹, PANG Tao¹, LUO Jing¹, PANG Rong-li¹, GUO Lin-lin¹, LI Jun¹,
WANG Rui-ping¹, XIE Han-zhong¹

(1. Institute of Zhengzhou Pomology, CAAS/ Laboratory of Quality & Safety Risk Assessment for Fruit (Zhengzhou),
Ministry of Agriculture, Zhengzhou 450009, China)

(2. CCIC Traceability Jiangsu Technology Service Co., Ltd, Nanjing 211215, China)

Abstract: This paper developed a rapid method for analyzing the spirotetramat and its four major metabolites residues in kiwifruits and soil. Samples were extracted with acetonitrile, cleaned up by Solid Phase Extraction PSA and detected by using high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry. Average recoveries of spirotetramat and its four major metabolites fortified at 0.01~2.00 mg/kg in kiwifruits and soil ranged from 73.97%~110.52% with the relative standard deviations (RSD) of 1.96%~7.91%, respectively. Using the above method, residue dissipation of spirotetramat and its metabolites in kiwifruits and soil were detected. After spirotetramat is applied to the soil and kiwi, it was rapidly degraded as B-enol, B-keto. In the kiwifruit, the spirotetramat and B-enol gradually decreased, while the B-keto and B-mono showed a gradual increase. In the soil, spirotetramat, B-enol and B-keto showed a decreasing trend, and B-mono and B-glu were not detected in the samples. The degradation rates of spirotetramat and B-enol in soil (1.42 d and 1.99 d, respectively) were faster than those on kiwifruit (4.08 d and 6.39 d, respectively). Sprayed twice with 3000 times liquid dilution, after 28 days, the residual amount of spirotetramat in kiwifruit was 0.06 mg/kg, which was higher than the maximum residue limit of 0.02 mg/kg formulated in China, the safe use of kiwifruit requires further study.

Key words: spirotetramat; kiwifruit; soil; residue; dissipation

螺虫乙酯(Spirotetramat)是2008年由拜耳作物

收稿日期: 2018-08-13

基金项目: 中国农业科学院创新工程科技经费项目资助(CAAS-ASTIP-2018-ZFRI); 国家农产品质量安全风险评估专项(GJFP2018003)

作者简介: 黄玉南(1979-), 女, 硕士, 助理研究员, 果品质量安全与风险评估

通讯作者: 谢汉忠(1965-), 男, 硕士, 副研究员, 果品质量安全控制

科学公司开发的一种新型季酮酸衍生物类杀虫剂, 是迄今发现的唯一双向内吸性广谱杀虫剂^[1], 通过抑制昆虫脂质的合成, 使昆虫中毒死亡^[1,2]。螺虫乙酯为低毒性杀虫剂, 在土壤中易降解, 可有效防治木虱、粉虱、介壳虫、棉盲蝽等害虫, 且持效期长, 可提供长达8周的有效防治^[3-6]。螺虫乙酯一旦进入植物体内被代谢4种主要代谢产物, 主要有螺虫乙酯烯醇

(B-enol)、螺虫乙酯羟基 (B-mono)、螺虫乙酯醇酮 (B-keto) 和螺虫乙酯烯醇糖苷 (B-glu)^[7]。文献研究表明从螺虫乙酯代谢物的生物活性研究来看,螺虫乙酯烯醇的活性在 4 个代谢物中表现最好,是螺虫乙酯在生物体内起主要作用的活性分子。代谢后产

生的螺虫乙酯烯醇是一种弱酸,由于这种弱酸有着较小的油水分配系数^[8],使得它可以由木质部和韧皮部,甚至对隐匿的害虫及新出的牙叶进行有效的预防保护^[6]。

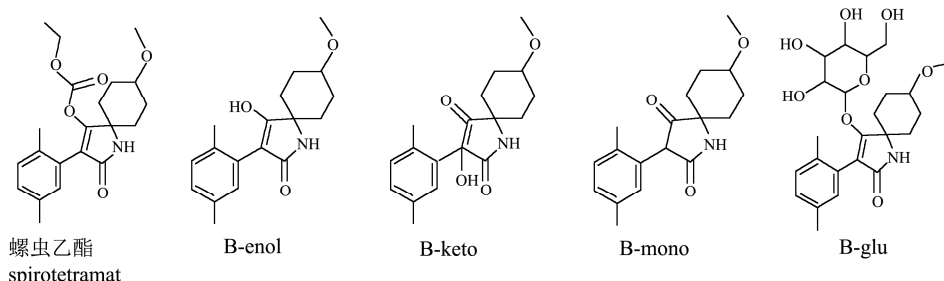


图 1 螺虫乙酯及其 4 种代谢物的结构式

Fig.1 Structural formulas of spirotetramat and its four metabolites

目前,国内关于螺虫乙酯降解的研究已有报道,主要关注螺虫乙酯本体的变化规律,如杜芳^[9]、王珏^[10]、吴育佳^[11]、吴文铸^[12]等分别做了螺虫乙酯在大豆、番茄、黄瓜、柑橘和土壤中降解研究。但是对螺虫乙酯代谢产物的研究较少, Li^[13]、Biju^[14]和 Chahil^[15]研究了螺虫乙酯和 3 种代谢产物 B-keto、B-glu、B-enol 在辣椒中的变化规律, Chen Xiaojun^[16]等研究了 4 种物质在菠菜分布规律及代谢残留水平。对于螺虫乙酯及代谢产物在猕猴桃上的代谢均没有研究。本研究通过采用 QuEChERS 及固相萃取法,建立了猕猴桃中螺虫乙酯及 4 种代谢产物的 LC-MSMS 检测方法,对螺虫乙酯及代谢产物在桃上的消解动态和残留规律进行实验研究,研究结果为该农药使用后果品的安全性评价,制定猕猴桃上的合理使用浓度、保障果品安全提供科学依据。

1 材料与方法

1.1 试剂与仪器

1290-6460 超高效液相串联质谱仪,美国 Agilent 公司; Oasis MAX 固相萃取柱 (150 mg/6 mL), 美国 waters 公司; 台式高速冷冻离心机 (H2050R), 湖南湘仪实验室仪器开发有限公司; 氮气吹干仪 (BF2000), 北京八方世纪科技有限公司; 电热板 (EH20B), 美国莱伯泰科仪器公司。

螺虫乙酯 (Spirotetramat)、螺虫乙酯烯醇 (B-enol)、螺虫乙酯羟基 (B-mono)、螺虫乙酯醇酮 (B-keto)、螺虫乙酯烯醇糖苷 (B-glu) 标准品,均购自德国 Dr.E 公司; PSA, 北京艾杰尔科技有限公司; 乙腈、甲醇 (均为 HPLC 级), 购自美国 Fisher 公司; 乙酸 (分析纯), 莱阳市双双化工有限公司; 甲酸

(HPLC 级), 德国 CNW 公司; 氨水 (分析纯), 开封开化 (集团) 有限公司, 实验用水为屈臣氏蒸馏水。

施药药剂: 22.4% 螺虫乙酯悬浮剂, 拜耳股份公司 (推荐在苹果上的使用剂量 3000 倍~4000 倍稀释液, 安全间隔期为 21 d)。

1.2 田间试验

1.2.1 猕猴桃消解动态试验

以螺虫乙酯试验药剂, 以猕猴桃为试验对象, 以推荐高剂量的 1.5 倍 (2000 倍液) 为施药浓度, 在施药后 0 (2 h)、1、2、3、5、7、9、16、23、30、37 d 采集样品, 研究施药后螺虫乙酯及其降解产物在猕猴桃中的降解变化规律。

1.2.2 土壤消解动态试验

选一块 30 m² 样地, 单独施药, 施药浓度为 2000 倍液。设置 3 个重复小区。喷雾后分别于 0 (2 h)、1、2、5、7、9、16、23、30、37 d 随机取点 5~10 个, 采用土钻采集 0~15 cm 深度土壤 1~2 kg, 除去土壤中的碎石、杂草和植物根茎等杂物, 过 40 目筛后保存于 -20 °C 待测。

1.2.3 最终残留试验

最终残留试验施药浓度为最高推荐使用量的常量组 (3000 倍液) 和高量组 (2000 倍液), 喷雾量为 3000 L/hm²。于果实长到一半大小时开始第 1 次施药, 各施药 2 和 3 次, 每个处理设 3 个重复小区, 每个小区 2 株猕猴桃树, 施药间隔为 10 d, 处理间设保护带。猕猴桃样本的采样时间为距离最后 1 次施药后的 7、14 和 21 d。

1.3 样品前处理

准确称取样品 10.0 g (精确到 0.01 g) 于 50 mL

离心管中,加入 10 mL 乙腈,涡旋 10 min,加入 3~4 g NaCl (140 °C, 烘烤 4 h), 涡旋 1 min, 在 5000 r/min 下离心 5 min; 取上清液 1.5 mL, 加入 30 mg PSA 和 50 mg 无水硫酸镁, 振荡 1 min, 10000 r/min 下离心 5 min; 取上清液过 0.22 μm 有机滤膜, 待测。

1.4 检测条件

色谱条件: Agilent-Pcrosshell 120 EC-C18 色谱柱

(100 mm×2.1 mm, 2.7 μm), 柱温 35 °C; A 为含 0.1% 甲酸水溶液, B 为乙腈; 梯度洗脱程序: 0~8 min、30%~90% B, 8~9 min、90%~30% B, 9~10 min、30% B; 流速 0.3 mL/min; 进样量 5 μL。

质谱条件: 电喷雾离子源 (ESI); 扫描模式: 正离子模式; 检测方式: 多反应监测 (MRM); 干燥气温度 350 °C; 干燥气流速 8 L/min; 鞘流气温度 350 °C, 流速 12 L/min; 毛细管电压: 4000 V。

表 1 螺虫乙酯及 4 种代谢产物的质谱条件

Table 1 Mass spectra of spirotetramat and its four metabolites

分析物	母离子/(m/z)	子离子/(m/z)	碎裂电压/V	碰撞电压/eV	保留时间/min
螺虫乙酯	374.3	216.1*	120	40	4.66
		330.2		10	
B-enol	302.3	216.1*	80	25	2.60
		270.1		20	
B-mono	304.3	131.0	100	30	2.19
		254.1*		20	
B-keto	318.2	300.2*	80	15	2.99
		268.2		20	
B-glu	464.3	270.2	80	35	0.85
		302.2*		20	

注: “*”定量离子 Quantitative ion。

1.5 标准溶液的配制及基质标准曲线绘制

分别准确称取 0.0100 g (精确至 0.0001 g) 螺虫乙酯和 4 种代谢产物标准品, 用乙腈溶解并定容至 100.00 mL, 分别配制成 100 mg/L 的标准品储备液, 于 -20 °C 下避光保存。分别移取各标准储备液 2.5 mL 至 10 mL 容量瓶中, 用乙腈定容, 配成 25.00 mg/L 标准工作液, 即用即配。

用空白猕猴桃和土壤样品的提取液稀释标准工作液, 用乙腈稀释, 配置成系列浓度的螺虫乙酯和 4 种代谢产物的混合基质标准溶液, 其中螺虫乙酯和 B-enol 的质量浓度为 0.005、0.01、0.05、0.10、0.50、1.0、2.0 mg/kg, B-glu、B-keto 和 B-mono 的质量浓度为 0.005、0.01、0.05、0.10、0.50 mg/kg。按 1.4 节条件进行检测。分别以标准物质的质量浓度为横坐标, 相应的峰面积为纵坐标绘制标准曲线。

1.6 添加回收实验

分别向空白猕猴桃和土壤样品中添加 4 个水平的

螺虫乙酯及其 4 种代谢产物的混合标准溶液, 添加水平分别为 0.05、1.0 和 2.0 mg/kg。按 1.3 节方法进行前处理, 按 1.4 节条件检测, 计算添加回收率及相对标准偏差 (RSD)。

1.7 数据统计分析

实验数据处理及作图采用 Sigma Plot 12.0 和 Excel 2016 处理分析。

2 结果与分析

2.1 方法的线性范围、准确度及精密度

从表 2 可知, 在 0.01、0.5 和 2.0 mg/kg 的添加水平下, 螺虫乙酯和 B-enol 在猕猴桃和土壤中的回收率为 75.49%~105.54%, 相对标准偏差为 1.96%~7.91%; 在 0.01、0.05、0.10 mg/kg 的添加水平下, B-glu、B-keto 和 B-mono 在猕猴桃和土壤中的回收率为 73.97%~110.52%, 相对标准偏差为 2.32%~7.65%。结果符合农药残留检测要求。

表 2 螺虫乙酯及代谢产物在猕猴桃和土壤中的添加回收率及相对标准偏差

Table 2 Average recoveries and relative standard deviation (RSD) for spirotetramat and its metabolites in kiwifruit and soil (n=6)

基质	添加水平 (mg/kg)	平均回收率+相对标准偏差/(%+RSD/%)		添加水平 (mg/kg)	平均回收率+相对标准偏差/(%+RSD/%)		
		螺虫乙酯	B-enol		B-glu	B-keto	B-mono
猕猴桃	0.01	102.12±3.65	79.44±5.83	0.01	85.13±8.38	99.21±4.95	110.52±4.92
	0.50	105.54±7.23	80.57±6.27	0.05	80.16±5.44	98.55±2.63	96.43±6.54
	2.00	101.42±3.81	84.82±4.42	0.10	86.22±2.42	102.57±3.75	105.56±4.29
土壤	0.01	92.26±6.86	75.49±3.55	0.01	73.97±4.65	88.74±5.45	91.33±7.65
	0.50	94.77±2.42	80.54±1.96	0.05	79.43±3.53	95.47±2.32	94.53±3.46
	2.00	96.38±5.78	81.36±7.91	0.10	80.13±2.55	98.34±4.67	101.12±5.48

2.2 螺虫乙酯及代谢产物在猕猴桃果实上的消解动态

表 3 螺虫乙酯和 B-enol 在猕猴桃中的消解动态

Table 3 Dissipation dynamics of spirotetramat and B-enol in kiwifruit

化合物	原始沉积量	消解方程	相关系数 R ²	半衰期 t _{1/2} /d
螺虫乙酯	0.54	ct=0.562e ^{-0.170x}	0.84	4.08
B-enol	1.71	ct=1.689e ^{-0.108x}	0.58	6.39

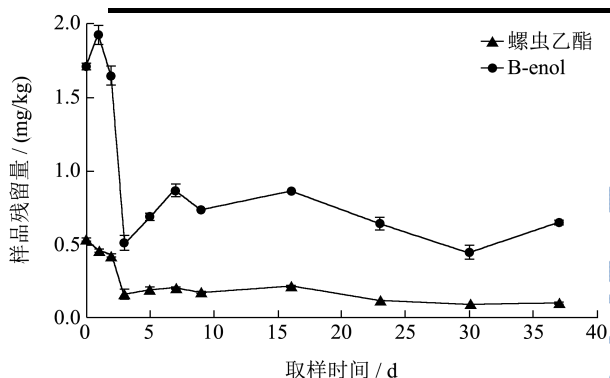


图 2 螺虫乙酯和 B-enol 在猕猴桃中的动态变化

Fig.2 Dynamic curve of spirotetramat and B-enol residue in kiwifruits

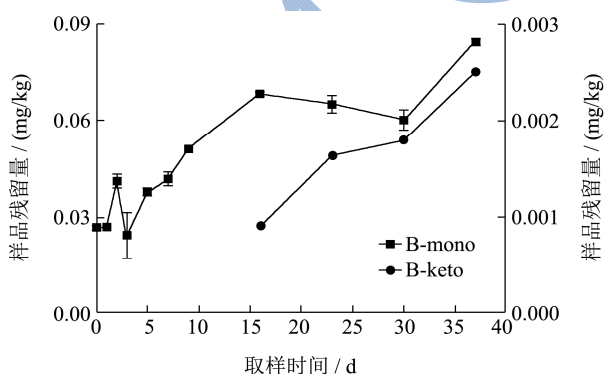


图 3 B-mono 和 B-keto 在猕猴桃中的动态变化

Fig.3 Dynamic curve of B-mono and B-keto residue in kiwifruits

螺虫乙酯在施药 2 h 内降解为 B-enol、B-keto。之后随着时间的延长，螺虫乙酯、B-enol 的含量呈降低趋势，而 B-keto 的含量呈增高趋势；在施药后 16 d

后代谢产生 B-mono，含量为 0.001 mg/kg，在随后的 16 d 到 37 d 的时间里，B-mono 在猕猴桃中的含量呈逐渐增高的状态。螺虫乙酯的代谢产物 B-glu 几乎未检出。

施药后 2 h，螺虫乙酯、B-enol 的原始沉积量分别为 0.54 mg/kg、1.71 mg/kg。以施药后时间、残留量绘制螺虫乙酯、B-enol 在猕猴桃果实上的残留消解动态曲线。消解动态符合一级动力学模型，消解方程分别为 $ct=0.562e^{-0.170x}$ ($r=0.836$) 和 $ct=1.689e^{-0.108x}$ ($r=0.584$)，消解半衰期分别为 4.08 d 和 6.39 d。施药后螺虫乙酯、B-enol 23 d 转化率分别为 78.38% 和 62.35%。

2.3 螺虫乙酯及代谢产物在土中的消解动态

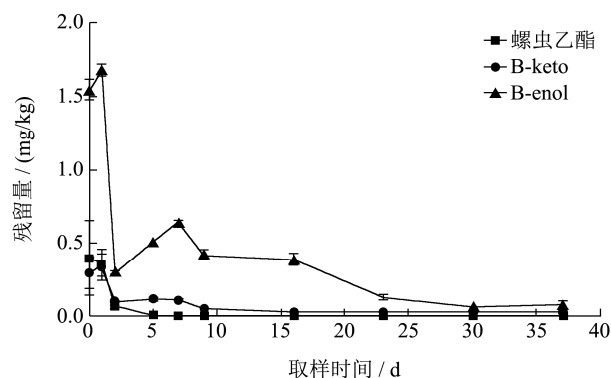


图 4 螺虫乙酯、B-enol 和 B-keto 在土壤中的消解动态

Fig.4 Dynamic curve of spirotetramat, B-enol and B-keto residue in soils

在螺虫乙酯施入土壤后的 2 h 内，迅速降解为 B-enol 和 B-keto。螺虫乙酯、B-enol 和 B-keto 的原始

沉积量分别为 0.40 mg/kg、1.53 mg/kg、0.28 mg/kg，之后随着时间的延长螺虫乙酯、B-enol 和 B-keto 的含量逐渐降低。以施药后时间、残留量绘制螺虫乙酯、B-enol 和 B-keto 在土中的残留消解动态曲线。消解动态符合一级动力学模型，消解方程分别为

$ct=0.285e^{-0.487x}$ 、 $ct=2.275e^{-0.348x}$ 、 $ct=0.408e^{-0.323x}$ ，半衰期分别为 1.42 d、1.99 d 和 2.14d。施药 23 d 后螺虫乙酯、B-enol 和 B-keto 的转化率分别为 98.48%、91.34% 和 92.13%。而螺虫乙酯的代谢产物 B-mono 和 B-glu 在样品中均没有检出。

表 4 螺虫乙酯、B-enol 和 B-keto 在土壤中的消解动态

Table 4 Dissipation dynamics of spirotetramat, B-enol and B-keto in soils

化合物	原始沉积量	消解方程	相关系数 R ²	半衰期 t _{1/2} /d
螺虫乙酯	0.40	$ct=0.285e^{-0.487x}$	0.47	1.42
B-enol	1.53	$ct=2.275e^{-0.348x}$	0.78	1.99
B-keto	0.28	$ct=0.408e^{-0.323x}$	0.83	2.14

2.4 螺虫乙酯及代谢产物在猕猴桃中的最终残留

螺虫乙酯分别按照 2000 倍和 3000 倍稀释液喷施 2 次和 3 次，距末次施药后 7 d、14 d、21 d 和 28 d 采样测定，螺虫乙酯在猕猴桃中的含量为 0.06~0.52 mg/kg。

猕猴桃中 B-enol 的含量为 0.58~3.44 mg/kg，

B-mono 的含量为 0~0.02 mg/kg，B-keto 的含量为 0.09~0.35 mg/kg，B-glu 在样品中没有检出。

2.5 螺虫乙酯及代谢产物在土中的最终残留

螺虫乙酯分别按照有效成分 2000 倍和 3000 倍剂量喷施 2~3 次，距末次施药后 7 d、14 d 和 28 d 采样测定，样品中没有螺虫乙酯、B-mono、B-glu 检出，B-enol 的含量为 0~0.04 mg/kg，B-keto 的含量为 0~0.04 mg/kg。

表 5 螺虫乙酯及 4 种代谢产物在猕猴桃中的最终残留量

Table 5 The final residues of spirotetramat and its four metabolites in kiwifruits

化合物	施药剂量/(g/m)	施药次数	残留量/(mg/kg)			
			7 d	14 d	21 d	28 d
螺虫乙酯	低剂量	2	0.17	0.09	0.06	0.06
		3	0.12	0.10	0.15	0.07
	高剂量	2	0.33	0.26	0.26	0.21
		3	0.52	0.27	0.29	0.20
B-enol	低剂量	2	1.24	0.98	0.77	0.58
		3	1.31	1.20	1.63	0.95
	高剂量	2	1.96	2.00	2.09	1.86
		3	3.44	1.91	2.13	2.16
B-mono	低剂量	2	-	0.01	0.01	0.01
		3	-	0.01	0.01	0.01
	高剂量	2	-	0.01	0.01	0.01
		3	-	-	0.01	0.02
B-keto	低剂量	2	0.10	0.09	0.11	0.09
		3	0.12	0.15	0.24	0.18
	高剂量	2	0.13	0.21	0.25	0.27
		3	0.34	0.27	0.31	0.35

表6 B-enol 和 B-keto 在土壤中的最终残留量

Table 6 The final residues of B-enol and B-keto

化合物	施药剂量/(g/m)	施药次数	残留量/(mg/kg)		
			7 d	14 d	28 d
B-enol	低剂量	2	-	-	-
		3	0.01	0.01	-
	高剂量	2	-	0.01	-
		3	0.04	0.01	-
B-keto	低剂量	2	-	-	-
		3	0.02	-	0.01
	高剂量	2	0.01	-	-
		3	0.03	-	-

3 结论

3.1 本文建立了螺虫乙酯及其代谢产物在猕猴桃和土壤中的残留检测方法, 准确度和精密度较好, 方法简单便捷, 能满足对目标物的快速检测需求。

3.2 本研究测得螺虫乙酯被施用到猕猴桃和土壤后迅速降解为 B-enol、B-keto, 在猕猴桃中螺虫乙酯、B-enol 呈逐渐降低的趋势, 而 B-keto 和 B-mono 呈逐渐升高的趋势; 在土壤中螺虫乙酯、B-enol、B-keto 均呈逐渐降低趋势, B-mono 和 B-glu 在样品中均没有检出。螺虫乙酯和 B-enol 在土壤中的降解速度(1.42 d、1.99 d)快于在猕猴桃上的降解速度(4.08 d 和 6.39 d)。

3.3 目前螺虫乙酯在苹果树、梨树、柑橘树和番茄上进行了登记, 在在猕猴桃上没有进行登记。推荐在苹果树上的施药方式为 3000~4000 倍液喷施, 在梨树和柑橘树上的推荐剂量为 4000~5000 倍液, 安全间隔期分别为 21 d、21 d 和 20 d; 最多施用次数均为 2 次。本实验以 3000 倍液稀释液喷施 2 次, 28 d 后, 猕猴桃中螺虫乙酯母体的残留量为 0.06 mg/kg, 远高于我国制定的 0.02 mg/kg 的最大残留限量值。因此螺虫乙酯在猕猴桃中施用合适剂量还有待进一步研究。

参考文献

- [1] 叶萱. 具新颖作用机制杀虫杀螨剂—螺虫乙酯[J]. 世界农药, 2011, 33(5): 54-55
YE Xuan. A novel insecticidal acaricide: Spirotetramat [J]. World Pestic, 2011, 33(5): 54-55
- [2] 张庆宽. 双向内吸性新杀虫剂螺虫乙酯的开发[J]. 农药, 2009, 48(6): 445-447
ZHANG Qing-kuan. Discovery, synthesis and development of a new ambimobile insecticide spirotetramat [J]. Agrochemicals, 2009, 48(6): 445-447

- [3] 戈大庆, 姜兴印, 王燕, 等. 螺虫乙酯对 B 型烟粉虱毒力及部分生物学参数的影响[J]. 植物保护学报, 2011, 38(4): 351-356
GE Da-qing, JIANG Xing-yin, WANG Yan, et al. Toxicity of spirotetramat to *Bemisia tabaci* biotype B and the impact on the biological parameters [J]. Journal of Plant Protection, 2011, 38(4): 351-356
- [4] 唐永清, 王朴, 王佳武, 等. 螺虫乙酯悬浮剂对苹果绵蚜防治效果[J]. 北方园艺, 2011, 13(1): 139-141
TANG Yong-qing, WANG Pu, WANG Jia-wu, et al. Effect of spirotetramat suspension on the control of apple aphid [J]. Northern Horticulture, 2011, 13(1): 139-141
- [5] 王雪丽, 卢少华, 刘明杨, 等. 螺虫乙酯及其在刺吸式害虫防治中的研究进展[J]. 华中昆虫研究, 2014, 10(12): 162-167
WANG Xue-li, LU Shao-hua, LIU Ming-yang, et al. Advance in control of piercing-sucking insect pests with the new insecticide spirotetteamat [J]. Central China Insect Research, 2014, 10(12): 162-167
- [6] Nauen R, Reckmann U, Thomzik J, et al. Biological profile of spirotetramat (movento (R))—A new two way systemic (ambimobile) insecticide against sucking pest species [J]. Bayer Crop Science Journal, 2008, 61(2): 245-278
- [7] Australian Pesticides and Veterinary Medicines Authority. Evaluation of the New Active Spirotetramat [M]. Canberra: 2009
- [8] Bruck E, Elbert A, Fischer R, et al. Movento®, an innovative ambimobile insecticide for sucking insect pest control in agriculture: Biological profile and field performance [J]. Crop Protection. 2009, 28 (10): 838-844
- [9] 杜芳. 螺虫乙酯在大豆和土壤中的消解动态及最终残留研究[D]. 沈阳: 沈阳农业大学, 2016
DU Fang. Study on degradation dynamic and residual

- behavior of spirotetramat in soybean and soil [D]. Shengyang: Shengyang Agricultural University, 2016
- [10] 王珏. 螺虫乙酯在番茄植株及土壤中的降解行为规律[D]. 临安: 浙江农林大学, 2014
- WANG Jue. Dynamic of spirotetramat degradation in tomato plants and soil [D]. Lin'an: Zhejiang A & F University, 2014
- [11] 吴育佳, 杨仁斌, 聂红英. 螺虫乙酯在黄瓜及其土壤中残留量检测方法及残留规律研究[J]. 中国农学通报, 2015, 35: 110-115
- WU Yu-jia, YANG Ren-bin, NIE Hong-ying. Study on residual detection method and residue rule of spirotetramat in cucumber and soil [J]. Chinese Agricultural Science Bulletin, 2015, 35: 110-115
- [12] 吴文铸, 李菊颖, 何健, 等. 螺虫乙酯在柑橘中的残留消减动态[J]. 生态与农村环境学报, 2016, 32(6): 1003-1007
- WU Wen-zhu, LI Ju-ying, HE Jian, et al. Degradation dynamics of spirotetramat residue in citrus [J]. Journal of Ecology and Rural Environment, 2016, 32(6): 1003-1007
- [13] LI Sha-sha, LIU Xin-gang, DONG Feng-shou, et al. Chemometric-assisted QuEChERS extraction method for the residual analysis of thiacloprid, spirotetramat and spirotetramat's four metabolites in pepper: Application of their dissipation patterns [J]. Food Chemistry, 2016, 192: 893-899
- [14] Biju M T, Naseema B S, Thomas G, et al. Persistence and dissipation of combination-mix (Spirotetramat+ Imidacloprid) on chilli (*Capsicum annum* L.) [J]. Pesticide Research Journal, 2012, 24(2): 151-154
- [15] Chahil G S, Mandal K, Sahoo S K, et al. Risk assessment of mixture formulation of spirotetramat and imidacloprid in chilli fruits [J]. Environmental Monitoring & Assessment. 2015, 187(1): 1-8
- [16] CHEN Xiao-jun, MENG Zhi-yuan, ZHANG Yan-yan, et al. Degradation kinetics and pathways of spirotetramat in different parts of spinach plant and in the soil [J]. Environmental Science & Pollution Research. 2016, 23(15): 1-10