

· 研究论文 ·

# 加速溶剂萃取-液相色谱-串联质谱法同步检测白菜中的丁硫克百威及其代谢物残留

赵桦林, 邱静\*, 王敏, 杨曙明, 柴婷婷, 叶小兰

(中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所/农产品质量与食品安全重点实验室/  
农业部农产品质量安全重点实验室, 北京 100081)

**摘要:**建立了白菜中丁硫克百威及其代谢物克百威、3-羟基克百威和3-酮基克百威的同步检测方法。白菜样品匀浆后用硅藻土混合分散,经加速溶剂萃取仪(ASE)用二氯甲烷萃取,固相萃取柱净化,在液相色谱-串联质谱(LC-MS/MS)仪上采用正电离方式以多反应监测模式(MRM)检测,内标法定量。丁硫克百威及其3种代谢物在白菜中的平均回收率在85%~122%之间,相对标准偏差为2.3%~12.5%,检出限为0.002~0.01 mg/kg,定量限为0.005~0.02 mg/kg。采用该方法测定的消解动态结果表明:丁硫克百威在白菜中的消解半衰期为0.9 d,代谢物克百威在施药当天即达到最大值,并在1 d内消解70%以上,而3-羟基克百威与3-酮基克百威的浓度则在1 d时达到最大值,然后呈现快速降低的趋势。

**关键词:**丁硫克百威;代谢物;加速溶剂萃取;液相色谱-串联质谱;消解动态

**DOI:**10.3969/j.issn.1008-7303.2013.02.13

中图分类号:O657.72 文献标志码:A 文章编号:1008-7303(2013)02-0204-07

## Simultaneous determination of carbosulfan and its metabolites in Chinese cabbage by ASE-LC-MS/MS

ZHAO Hualin, QIU Jing\*, WANG Min, YANG Shuming,  
CHAI Tingting, YE Xiaolan(Institute of Quality Standard & Testing Technology for Agro-Products, Key Laboratory of Agro-product Quality and Safety,  
Chinese Academy of Agricultural Sciences; Key Laboratory of Agri-Food Quality and Safety,  
Ministry of Agriculture, Beijing 100081, China)

**Abstract:** An analytical method was developed for simultaneous determination of carbosulfan and other metabolites in Chinese cabbage. The analytes were extracted from the dispersed samples with diatomite by accelerated solvent extraction (ASE) using methylene chloride as solvent, purified with solid phase extraction column (SPE), analyzed by liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS) in positive electro-spray ionization (ESI<sup>+</sup>) with multi-reaction monitoring (MRM) mode, and quantified by matrix internal standard method. The recoveries ranged from 85% to 122% with relative standard deviations (RSD) varying between 2.3% and 12.5%. The limits of detection (LOD) were from 0.002 to 0.01 mg/kg and the limits of quantification (LOQ) from 0.005 to 0.02 mg/kg. The

收稿日期:2012-10-09;修回日期:2013-01-26.

作者简介:赵桦林,女,硕士研究生,E-mail:zhao3362699@126.com;\*邱静,通信作者(Author for correspondence),男,博士,副研究员,主要研究方向为农药、兽药残留分析及安全性评价,E-mail:qiuqing@caas.cn

基金项目:国家科技支撑计划课题(2009BADB7B03).

developed method was successfully applied to study dissipation of carbosulfan in Chinese cabbage, the short half-life of 0.9 d showed that carbosulfan can be quickly degraded to its three metabolites. The maximum residue of carbofuran was exhibited in the day of application, and dissipated about 70% in 1 d. However, the maximum residues of 3-hydroxycarbofuran and 3-keto-carbofuran were exhibited 1 d after application, and were quickly dissipated in Chinese cabbage.

**Key words:** carbosulfan; metabolite; accelerated solvent extraction; liquid chromatography-tandem mass spectrometry; dissipation

丁硫克百威(carbosulfan)是由美国富美实(FMC)公司开发的一种氨基甲酸酯类杀虫剂,是剧毒农药克百威的衍生化替代品,具有渗透力强、作用迅速、残留低、使用安全等优点,在防治水果、蔬菜、玉米、棉花、水稻、甘蔗等多种经济作物虫害中发挥了很大作用,在我国应用广泛<sup>[1]</sup>。丁硫克百威在环境中可通过羟基化和氧化反应代谢为克百威(carbofuran),继而转变为代谢物3-羟基克百威(3-hydroxycarbofuran)和3-酮基克百威(3-ketocarbofuran)<sup>[2]</sup>,而3种代谢物的毒性远高于丁硫克百威。因此研究丁硫克百威在蔬菜、水果等农产品中的残留时,应将其与代谢物同时研究才有意义。农药残留联席会议(JMPR)已将丁硫克百威的残留定义为丁硫克百威及其代谢物克百威、3-羟基克百威的残留总和<sup>[3]</sup>;日本肯定列表(The Japanese Positive List System)同时规定在未检测到丁硫克百威母体时则使用克百威(包括3-羟基克百威,以克百威表示)的残留限量判定<sup>[4]</sup>;而中国最新发布的安全国家标准(GB2763—2012)则与欧盟一样,规定丁硫克百威的残留物为其自身,不包含代谢物,但同时也制定了克百威的残留限量<sup>[5]</sup>。已有研究表明,丁硫克百威在柑橘、稻米等作物中除了会代谢为克百威和3-羟基克百威外,也会进一步代谢成具有较高毒性的3-酮基克百威<sup>[2]</sup>,因此若只检测克百威和3-羟基克百威对部分农产品而言则可能低估其残留风险。

目前常用于丁硫克百威及其代谢物提取的方法主要是液液萃取法(LLE)<sup>[6-7]</sup>,但此法存在费时、溶剂用量大及易出现乳化现象等缺点。相关的仪器分析方法已有较多报道:如采用气相色谱法检测韭菜与土壤<sup>[8]</sup>、气相色谱-质谱法检测辣椒<sup>[6]</sup>中的丁硫克百威及其代谢物残留,采用液相色谱法测定丁硫克百威<sup>[9]</sup>、液相色谱-质谱法检测柑橘中的丁硫克百威及其7种代谢物残留<sup>[10]</sup>等。徐应明<sup>[8]</sup>、黄土忠<sup>[11]</sup>等在研究丁硫克百威在韭菜与苹果中的残留动态时,单独提取了3-羟基克百威,然后通过衍生化将

其转化成3-乙氧基克百威后再进行检测,操作复杂、耗时长。为了实现丁硫克百威及其代谢物的同步检测,笔者采用提取能力强、萃取时间短、回收率高的加速溶剂萃取法(Accelerated solvent extraction, ASE)<sup>[12]</sup>提取,固相萃取(SPE)净化,液相色谱-串联质谱(LC-MS/MS)检测,内标法定量,研究建立了白菜中丁硫克百威及其3种代谢物克百威、3-羟基克百威和3-酮基克百威的同步检测方法。

## 1 材料与方法

### 1.1 仪器与试剂

Agilent 1200 series 液相色谱仪(美国 Agilent 公司); API 2000 质谱仪(AB Sciex 公司); Lux Cellulose-1(150 mm×2.00 mm,粒径 3 μm)色谱柱(美国 Phenomenex 公司); ASE-300 型加速溶剂萃取仪(美国 Dionex 公司),配有 34 mL 萃取池; NE-1101V 型旋转蒸发仪(东京理化株式会社); PL602-L 型电子天平(梅特勒-托利多仪器上海有限公司); Grindomix GM 200 型研磨机(德国 Retsch 公司)。

丁硫克百威(Carbosulfan, 96%)、克百威(Carbofuran, 98%)、3-羟基克百威(98.5%)、3-酮基克百威(96%)、氘代克百威(99%)标准品(德国 Dr. Ehrenstorfer 公司);二氯甲烷、甲醇、乙腈等试剂为色谱纯;Hydromatrix 硅藻土及 Carbon/NH<sub>2</sub> 固相萃取小柱(500 mg/6 mL)(美国 Agilent 公司);0.22 μm 有机微孔滤膜。200 g/L 丁硫克百威乳油,购自天津市绿亨化工有限公司。

新鲜白菜样品购自超市,使用前切成小块,用研磨机粉碎均匀,冻存于-20℃冰箱中。

取适量丁硫克百威、克百威、3-羟基克百威、3-酮基克百威和内标氘代克百威标准品,分别用甲醇配制成约 1 000 mg/L 的标准母液。各取适量母液及内标溶液,用甲醇和空白基质溶液分别配制成丁硫克百威及其代谢物质量浓度分别为 0.02、0.05、0.1、0.5、1.0、2.0 和 5.0 mg/L,内标为 0.5 mg/L 的混合系列标准工作溶液,置于 4℃ 冰箱中保存,现

配现用。

## 1.2 提取

准确称取 10 g 粉碎后的白菜样品于陶瓷坩埚中,加入 5 g 硅藻土,用研棒研磨混合,装入 34 mL 的 ASE 萃取池中。以二氯甲烷为萃取溶剂,在压力 10 342.5 kPa、温度 100 °C 下,预加热平衡 5 min,静态萃取 5 min,用 60% 萃取池体积的二氯甲烷快速冲洗样品,氮气吹扫 90 s,2 次循环,收集全部萃取液。加入约 15 g 无水硫酸钠干燥,上清液转入 100 mL 鸡心瓶中,用 10 mL 乙酸乙酯洗涤后合并于鸡心瓶中,加入 100 μL 含有 1% 甘油的乙酸乙酯作保护剂,35 °C 水浴减压旋蒸至 2 mL 左右,待净化。

## 1.3 净化

先用 10 mL  $V(\text{乙腈}):V(\text{二氯甲烷})=3:1$  的混合溶剂活化 Carbon/ $\text{NH}_2$  小柱,然后将鸡心瓶中溶液转入小柱,用上述混合溶剂涮洗鸡心瓶后一并过柱,最后用 40 mL 上述溶液洗脱。收集所有流出液,于 40 °C 水浴下减压旋蒸至干,用 2 mL 甲醇定容,过 0.22 μm 滤膜,待 LC 测定。

## 1.4 分析测定

1.4.1 液相色谱条件 流动相 A 为 5 mmol/L 的乙酸铵水溶液(含体积分数为 0.1% 的甲酸);B 为乙腈;C 为甲醇。采用梯度洗脱(见表 1)。流速 300 μL/min;进样体积 10 μL。

表 1 液相色谱梯度洗脱程序

Table 1 Gradient elution program

时间 Time/min	体积分数 Volume Fraction (V/V) %		
	A	B	C
0	90	10	0
1	90	10	0
2	0	0	100
7	0	10	90
7.1	90	10	0
16	90	10	0

1.4.2 质谱条件 离子源扫描方式为( $\text{ESI}^+$ );气帘气 CUR:103 kPa;碰撞气 CAD:21 kPa;离子源温度 TEM 为 450 °C;电离电压 IS:5500 V;雾化气 Gas1:241 kPa;干燥气 Gas2:207 kPa;质谱扫描方式为多反应监测(MRM);丁硫克百威及其代谢物的质谱检测参数见表 2。

## 1.5 消解动态试验

于 2011 年在北京市海淀区选取露地种植的白菜 *Brassica rapa pekinensis*,每处理小区面积 20 m<sup>2</sup>,重复 3 次,同时设空白对照区,小区间设保护行。当白菜长到成熟个体一半大小时,用 200 g/L 的丁硫克百威乳油以有效成分 180 g/hm<sup>2</sup> 的剂量喷雾施药 1 次,分别于施药后 2 h 和 1、3、5、7、10、14、21、30、40 d 随机在各小区内采集白菜 1~2 kg,切碎,经四分法缩分后保留约 200 g,于 -20 °C 冰柜中储存,待测。

表 2 丁硫克百威及其代谢物的质谱参数

Table 2 MRM working parameters for carbosulfan and its metabolites

农药 Pesticide	保留时间 Retention time/min	母离子 Q1 (m/z)	子离子 Q3 (m/z)	解簇电压 DP/V	碰撞能 CE/eV
丁硫克百威 carbosulfan	9.4	381.4	118.0*	50	20
克百威 carbofuran	7.45	222.2	165.1*	20	20
3-羟基克百威 3-hydroxycarbofuran	6.67	222.2	123.3	40	30
3-酮基克百威 3-ketocarbofuran	7.25	238.2	163.4*	40	20
氟代克百威 D3-carbosulfan	7.45	238.2	181.2	50	15
		236.4	179.1*	50	15
		236.4	161.3	30	20
		225.2	165.3*	53	16
		225.2	123.0	50	30

\* 为定量离子。\* Quantification ion.

## 2 结果与讨论

### 2.1 样品萃取条件的优化

对 ASE 的萃取溶剂[二氯甲烷、 $V(\text{二氯甲烷}):V(\text{丙酮})=1:1$  和  $V(\text{正己烷}):V(\text{丙酮})=1:1$ ]、温度(60, 80 和 100 °C)、萃取时间(5, 10 min)及萃取循环次数(1, 2)等条件进行了优化。结果表明:以

二氯甲烷作萃取溶剂时,丁硫克百威及其代谢物的回收率最好;温度对克百威萃取的影响不大,但当萃取温度为 100 °C 时,丁硫克百威及 3-酮基克百威的回收率较高;采用 2 次循环萃取的结果明显好于 1 次的,此时萃取 5 min 即可达到要求,与萃取 10 min 的相差不大。因此,ASE 萃取的最终条件确定为:以二氯甲烷为萃取剂,萃取温度 100 °C,时间

5 min,循环萃取2次。

## 2.2 样品净化条件的优化

白菜样品经过 ASE 萃取后,溶液颜色较深,杂质较多,采用 QuEChERS 方法常用的 PSA 和  $C_{18}$  等材料净化效果不佳,不能将大量色素去除。Carbon/ $NH_2$  小柱可有效去除叶绿素等色素干扰物质,且石墨化炭黑对分子中含有平面芳香环的化合物吸附作用最强<sup>[13]</sup>,可以起到较好的净化效果。通过比较  $V$ (乙腈): $V$ (二氯甲烷) = 3:1、 $V$ (乙腈): $V$ (乙酸乙酯) = 1:1 和  $V$ (乙腈): $V$ (乙酸乙酯) = 1:3 共 3 种混合溶剂对目标物的洗脱能力,发现用  $V$ (乙腈): $V$ (二氯甲烷) = 3:1 洗脱时,丁硫克百威及其 3 种代谢物的回收率均符合要求。不同洗脱液体积(20, 30, 40 mL)的对比结果显示,克百威与 3-羟基克百威较易被洗脱,随着洗脱体积的增加,丁硫克百威与 3-酮基克百威的回收率也随之增加,当洗脱体积为 40 mL 时,丁硫克百威的回收率可达 90% 以上。因此本研究选定洗脱液为  $V$ (乙腈): $V$ (二氯甲烷) = 3:1, 体积为 40 mL。

## 2.3 丁硫克百威的稳定性

由于丁硫克百威存在不稳定的问题,因此本研究对丁硫克百威标准品及其在前处理过程中的稳定性进行了考察。在样品前处理过程中,采取不同阶段添加丁硫克百威单一标准溶液的方法,将处理后的样品进行 LC-MS/MS 测定,发现不同阶段添加丁

硫克百威标准溶液的样品回收率均在 90% 左右,且其与克百威的比例无明显变化,说明克百威含量并未增加,而且也未检出 3-羟基克百威和 3-酮基克百威,说明丁硫克百威在本研究的样品前处理过程中未发生明显降解,检测出的代谢物是样品自有的产物,而非前处理过程中产生的。

## 2.4 基质效应

基质常常会对分析过程产生显著的干扰,影响分析结果的准确性。影响基质效应的因素有很多,包括待测农药本身的性质、样品基质的性质、农药和样品基质之间的比例等<sup>[14]</sup>。采用溶剂和基质空白溶液分别配制一系列丁硫克百威及其代谢物的混合标准工作溶液,加入氘代克百威为内标物后进行 LC-MS/MS 测定,以峰面积比为纵坐标、质量浓度(mg/L)为横坐标绘制标准曲线。经最小二乘法拟合得到 2 条曲线,比较两者的斜率以确定基质效应的强弱(见表 3)。结果发现,丁硫克百威、克百威和 3-羟基克百威均存在不同程度的基质增强效应。为了消除基质效应的影响,采用基质标准工作曲线进行定量计算。

## 2.5 方法的回收率和精密度

在空白白菜样品中添加混合标准工作溶液,对 4 种目标物进行了 3 个水平的添加回收试验,每个水平重复 5 次,采用内标法定量,结果见表 4。相关谱图分别见图 1 和图 2。如图 1 中所示,克百威与

表 3 标准工作曲线及基质效应评价

Table 3 Calibration curves and evaluation of matrix effects

农药 Pesticide	溶剂校正曲线 Calibration curve in solvent	相关系数 $r$	基质校正曲线 Calibration curve in matrix	相关系数 $r$	斜率:基质/溶剂 Slope: matrix/solvent
丁硫克百威 carbosulfan	$y = 7.41 \times 10^{-4}x + 0.0339$	0.9994	$y = 4.43 \times 10^{-3}x + 0.567$	0.9968	5.98
克百威 carbofuran	$y = 2.84 \times 10^{-3}x + 0.160$	0.9993	$y = 3.68 \times 10^{-3}x + 0.197$	0.9989	1.30
3-羟基克百威 3-hydroxycarbofuran	$y = 3.83 \times 10^{-4}x + 0.00218$	0.9987	$y = 5.24 \times 10^{-4}x + 0.0177$	0.9988	1.37
3-酮基克百威 3-ketocarbofuran	$y = 7.71 \times 10^{-5}x + 0.00175$	0.9995	$y = 7.53 \times 10^{-5}x + 0.0122$	0.9969	0.98

表 4 丁硫克百威及其 3 种代谢物的检出限、定量限、回收率及相对标准偏差( $n = 5$ )

Table 4 LOD, LOQ, recovery and RSD of the developed method( $n = 5$ )

农药 Pesticide	添加浓度 Spiking level/(mg/kg)						检出限 LOD/ (mg/kg)	定量限 LOQ/ (mg/kg)
	0.02		0.1		0.5			
	回收率 Recovery/ %	相对标准偏差 RSD/%	回收率 Recovery/ %	相对标准偏差 RSD/%	回收率 Recovery/ %	相对标准偏差 RSD/%		
丁硫克百威 carbosulfan	87 ~ 99	6.62	93 ~ 101	3.5	94 ~ 103	3.8	0.002	0.005
克百威 carbofuran	113 ~ 122	3.83	100 ~ 106	2.5	97 ~ 103	2.6	0.002	0.005
3-羟基克百威 3-hydroxycarbofuran	87 ~ 106	9.83	102 ~ 110	3.4	103 ~ 108	2.3	0.005	0.010
3-酮基克百威 3-ketocarbofuran	89 ~ 112	12.5	85 ~ 91	2.9	86 ~ 96	5.1	0.010	0.020

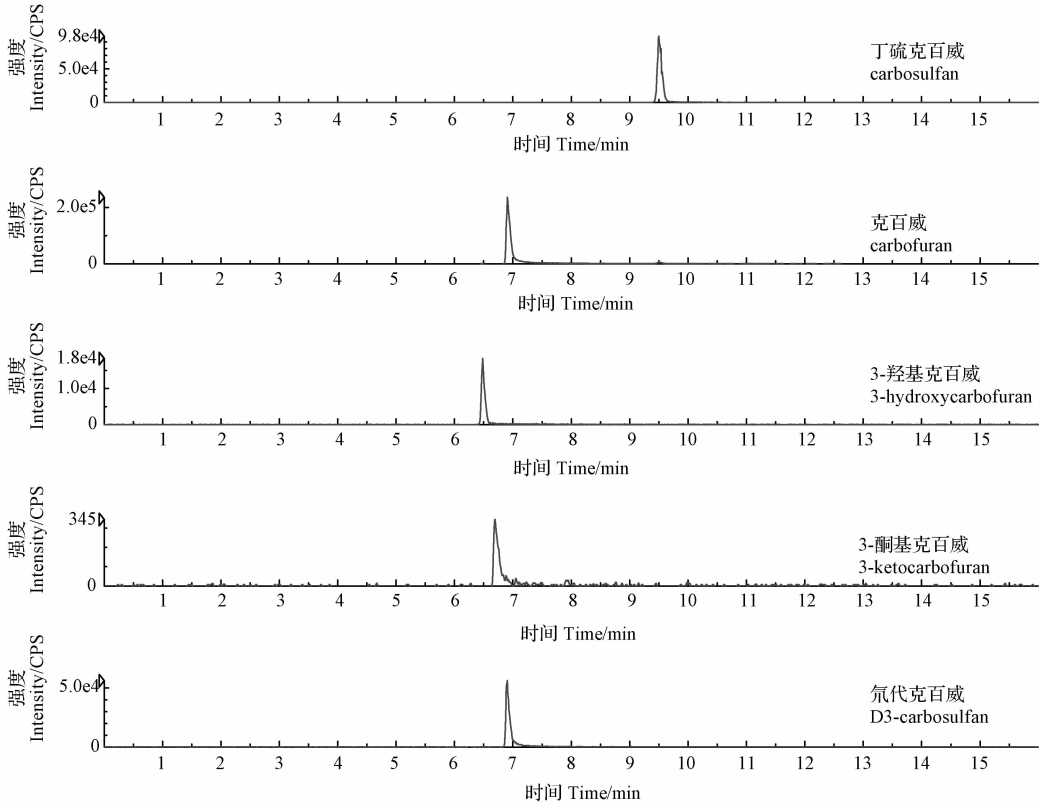


图 1 白菜样品中添加丁硫克百威及其代谢物的色谱图(0.1 mg/kg)

Fig. 1 Chromatogram of fortified Chinese cabbage with carbosulfan and its metabolites(0.1 mg/kg)

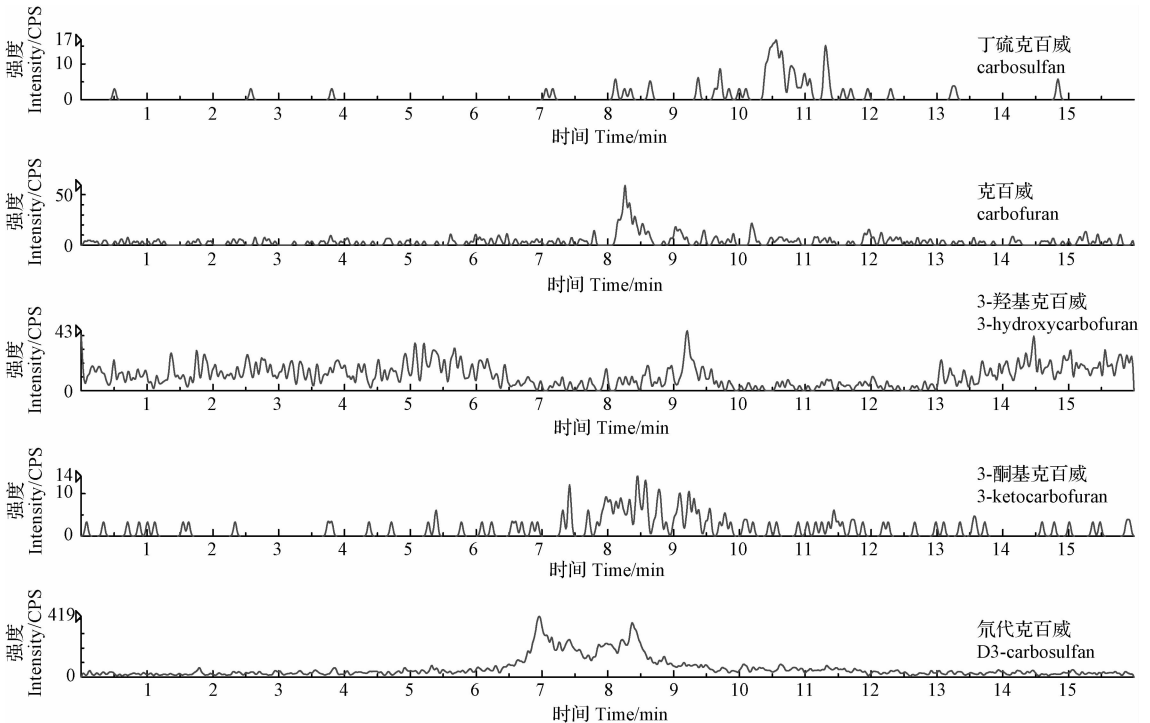


图 2 白菜样品空白谱图

Fig. 2 Chromatogram of blank Chinese cabbage sample

3-酮基克百威均在 7 min 左右出峰,其色谱峰是重叠的,但由于本研究使用 LC-MS/MS 进行检测,可以利用物质间不同离子对对其进行准确定性和定量。白菜中丁硫克百威及其代谢物的检出限(LOD)为 0.002 ~ 0.01 mg/kg,定量限(LOQ)为 0.005 ~ 0.02 mg/kg,添加回收率为 85% ~ 122%,相对标准偏差(RSD)为 2.3% ~ 12.5%,说明该方法具有良好的准确度和精密性。

## 2.6 丁硫克百威在白菜中的消解动态

消解动态结果(图 3)显示,丁硫克百威在白菜上喷施后会代谢为克百威、3-羟基克百威和 3-酮基克百威。以 200 g/L 丁硫克百威乳油按有效成分 180 g/hm<sup>2</sup> 在露地白菜上喷雾 1 次,白菜中丁硫克百威的原始沉积量为 2.37 mg/kg,消解动态回归方程为  $c_t = 1.5711e^{-0.774t}$  ( $R^2 = 0.9067$ ),消解半衰期为 0.9 d。丁硫克百威在白菜中的降解速率很快,在 1 d 时其质量分数降低至 0.17 mg/kg,消解率达到 90% 以上,3 d 即达到 95% 以上;克百威在施药后当天即达到最大值 1.76 mg/kg,1 d 内降解至 0.47 mg/kg,消解率达到 70% 以上,在 7 d 时达到 95% 以上,比丁硫克百威降解稍慢;3-羟基克百威和 3-酮基克百威的残留量则呈现先增高后降低的趋势,在 1 d 时分别达到最大值,之后不断降解,至 3 d 时达 80%,7 d 时达约 95%。施药当天,克百威在 3 个代谢物中的比例最高,达 79%,其次为 3-羟基克百威(19%),最低为 3-酮基克百威(2%),随着时间的推移,克百威会进一步降解为 3-羟基克百威和 3-酮基克百威,如 1 d 时三者所占比例即依次变为 24%、59% 和 17%。

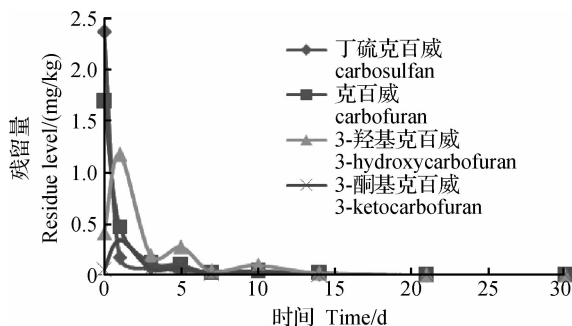


图 3 丁硫克百威及其代谢物在白菜中的消解动态曲线

Fig. 3 Degradation curves of carbosulfan and its metabolites in Chinese cabbage

## 3 结论

采用加速溶剂萃取-液相色谱-串联质谱技术,

研究建立了白菜中丁硫克百威及其 3 种代谢物残留量的同步测定方法,该方法无需衍生化,可实现对 4 种化合物进行同时定性和定量分析。采用该方法测定的消解动态结果表明:丁硫克百威在白菜中消解较快,消解半衰期为 0.9 d,与丁硫克百威在韭菜中的半衰期为 1.5 d<sup>[8]</sup>、甘蓝中约 3 ~ 5 d<sup>[15]</sup>、苹果和土壤中分别约为 2.7 ~ 3.2 d 和 3.5 ~ 4.2 d<sup>[11]</sup> 相比,丁硫克百威在白菜中降解更为快速。

## 参考文献(Reference):

- [1] 宋化稳,庄占兴,陈泽龙,等.丁硫克百威在我国的生产与应用[J].农药,1999,38(12):45-46.  
SONG Huawen, ZHUANG Zhanxing, CHEN Zelong, et al. The development of the production and usage of carbosulfan in China [J]. *Agrochemicals*, 1999, 38(12): 45-46. (in Chinese)
- [2] SOLER C, HAMILTON B, FUREY A, et al. Liquid chromatography quadrupole time-of-flight mass spectrometry analysis of carbosulfan, carbofuran, 3-hydroxycarbofuran, and other metabolites in food[J]. *Anal Chem*, 2007, 79(4): 1492-1501.
- [3] FAO and WHO. Pesticide residues in food—1984 [EB/OL]. [2013-02-20]. <http://www.inchem.org/documents/jmpr/jmpmono/v84pr10.htm>
- [4] The Japan Food Chemical Research Foundation. Positive List System for agricultural chemical residues in foods [EB/OL]. (2013-02-20) [2013-03-01]. [http://www.m5.ws001.squarestart.ne.jp/foundation/agrdtl.php?a\\_inq=17100](http://www.m5.ws001.squarestart.ne.jp/foundation/agrdtl.php?a_inq=17100)
- [5] GB 2763—2012. 食品中农药最大残留限量[S].北京:中国质检出版社,2012.  
GB 2763—2012. Maximum residue limits for pesticides in food [S]. Beijing: China Zhijian Publishing House, 2012. (in Chinese)
- [6] 杨爽,刘新刚,董丰收,等. GC-MS 方法检测辣椒中丁硫克百威及代谢产物的残留[J]. 农药,2008,47(7):515-516.  
YANG Shuang, LIU Xingang, DONG Fengshou, et al. Residue analysis of carbosulfan and metabolites in capsicum using GC-MS method [J]. *Agrochemicals*, 2008, 47(7): 515-516. (in Chinese)
- [7] 陈莉,贺敏,余平中,等. 糙米中丁硫克百威及其代谢物的残留测定[J]. 安徽农业科学,2011,39(23):14387-14388,14391.  
CHEN Li, HE Min, YU Pingzhong, et al. Determination on residues of carbosulfan and its metabolites in brown rice [J]. *J Anhui Agric Sci*, 2011, 39(23): 14387-14388, 14391. (in Chinese)
- [8] 徐应明,李军幸,李卫国,等. 丁硫克百威在韭菜和土壤中的残留动态研究[J]. 农业环境科学学报,2003,22(4):484-487.  
XU Yingming, LI Junxing, LI Weiguo, et al. Residual dynamics of carbosulfan in Chinese chives and soils [J]. *J Agro-Environ Sci*, 2003, 22(4): 484-487. (in Chinese)
- [9] 孟祥焱. 丁硫克百威的液相色谱分析[J]. 现代农药,2004,3

(3):23-24.

MENG Xiangyan. Analysis of carbosulfan in Marshal 20EC by HPLC[J]. *Mod Agrochem*,2004,3(3):23-24. (in Chinese)

[10] SOLER C, MANES J, PICO Y, *et al.* Determination of carbosulfan and its metabolites in oranges by liquid chromatography ion-trap triple-stage mass spectrometry [J]. *J Chromatogr A*,2006,1109:228-241.

[11] 黄土忠,李治祥,凌联银,等. 丁硫克百威(Marshal)在苹果和土壤中的残留动态研究[J]. *农业环境保护*,2000,19(2):88-92.

HUANG Shizhong, LI Zhixiang, LING Lianyin, *et al.* Dissipation of carbosulfan on apple tree and soil after spraying Marshal 20% EC[J]. *Agro-environ Prot*,2000,19(2):88-92. (in Chinese)

[12] EZZELL J L, RICHTER B E, FELIX W D, *et al.* A comparison of accelerated solvent extraction with conventional solvent extraction for organophosphorus pesticides and herbicides [J]. *LC/GC*,1995,13:390-399.

[13] 宋淑玲,李重九,马晓东,等. 蔬菜中残留农药的石墨化碳黑净化和气相色谱-质谱检测方法[J]. *分析化学*,2008,11(11):1526-1530.

SONG Shuling, LI Chongjiu, MA Xiaodong, *et al.* Adsorption and purification of pesticides in vegetables with graphitized carbon black and determination with gas chromatography mass spectrometry [J]. *Chin J Anal Chem*,2008,11(11):1526-1530. (in Chinese)

[14] 郭幸丽,秦冬梅,徐彦军,等. 高效液相色谱-电喷雾质谱法测定土壤中的矮壮素残留[J]. *农药学报*,2009,11(3):346-350.

GUO Xingli, QIN Dongmei, XU Yanjun, *et al.* Determination of chlormequat residues in soil by high performance liquid chromatography-electrospray mass spectrometry [J]. *Chin J Pestic Sci*,2009,11(3):346-350. (in Chinese)

[15] 秦冬梅,龚勇. 好年冬在甘蓝及土壤中残留动态[J]. *农药科学与管理*,2000,21(1):21-23,33.

QIN Dongmei, GONG Yong. Study on the residue dynamics of Marshal in the cabbage and soil [J]. *Pestic Sci Admin*,2000,21(1):21-23,33. (in Chinese)

(责任编辑:金淑惠)

· 会 讯 ·

## 《第十三届全国农药学科教学科研研讨会》通知

主题为“农药·协同·创新”的第十三届全国农药学科教学科研研讨会拟定于2013年8月16日-21日在南京农业大学召开。会议宗旨是加强全国农业高等院校、科研单位、农药企业在农药学教学、科研及成果转化中的合作与交流,不断提高农药学教学与科研水平。

会议拟编辑出版会议论文集。现广泛征集农药学科研、教学方面未公开发表的论文,论文格式及参考文献格式请参照《农药学学报》稿约要求(主页 <http://www.nyxxb.com.cn>,点击“投稿指南/稿约”),文责自负。请将投稿论文以电子邮件附件形式发送到:sjy@njau.edu.cn,邮件主题注明“会议投稿”。征文截止日期:2012年6月10日。

会务费:代表500元,研究生350元,随行人员只收取伙食费350元(两天)。住宿费自理。会议考察路线及费用:1、黄山(3日);2、苏州(2日)或杭州(2日);3、扬州(1日)。考察由当地旅行社组织,费用自理。

有意参会者请于3月1日前发送回执至邮箱 gaocongfen@njau.edu.cn。会务组将根据回执预订宾馆并发送正式通知,欢迎踊跃参加。

会务组联系人:

高聪芬:025-84395244;13813861255;邮箱:gaocongfen@njau.edu.cn

王鸣华:025-84395479;13851830278;邮箱:wangmha@njau.edu.cn

陈长军:025-84395672;13585172159;邮箱:ccj100cn@yahoo.com.cn

通信地址:江苏省南京市卫岗1号,南京农业大学植物保护学院,邮编:210095

(杨新玲 供稿)