茚嗪氟草胺及其代谢物在柑橘和土壤中的残留及消解动态

刘金胜[2#]， 湛 优[1#]， 蔡志敏[2]， 李治军[2]， 刘祥英[1*]

（1. 湖南农业大学植物保护学院，长沙 410128；2. 湖南容成农业科技有限公司，长沙 410016）

摘要 为明确茚嗪氟草胺及其代谢物 indaziflam-diaminotriazine（IND-D），indaziflam-carboxylic acid（IND-C），indaziflam-triazine-indanone（IND-T），indaziflam-hydroxyethyl（IND-H），indaziflam-olefin（IND-O）在柑橘和土壤中的残留消解动态及最终残留，样品采用乙腈提取，二氯甲烷净化，液相色谱-串联质谱法（LC-MS/MS）检测。茚嗪氟草胺，IND-C，IND-T，IND-H 和 IND-O 在柑橘（果皮、果肉、全果）和土壤中的最低检测浓度（LOQ）为 0.01 mg/kg，IND-D 的 LOQ 为 0.02 mg/kg。残留消解动态试验结果表明，茚嗪氟草胺在柑橘园土壤中的半衰期为 15.07～16.12 d，在柑橘中的残留量低于 LOQ，其代谢物在柑橘和土壤中的残留量皆低于 LOQ。最终残留试验结果表明，500 g/L 茚嗪氟草胺悬浮剂分别按有效成分用量 100 g/hm^2 和 150 g/hm^2 于杂草出苗前定向封闭施药 1 次，柑橘收获期（药后 86 d）茚嗪氟草胺及其代谢物在柑橘和土壤中的残留量皆低于 LOQ。

关键词 茚嗪氟草胺； 残留； 消解动态； 柑橘

中图分类号： S 481.8 **文献标识码：** A **DOI：** 10.16688/j.zwbh.2019540

Residues and dissipation dynamic of indaziflam and its metabolites in orange and soil

LIU Jinsheng[2#]， ZHAN You[1#]， CAI Zhimin[2]， LI Zhijun[2]， LIU Xiangying[1*]

（1. *College of Plant Protection*，*Hunan Agricultural University*，*Changsha* 410128，*China*；
2. *Hunan Rongcheng Agricultural Technology Co. LTD*，*Changsha* 410016，*China*）

Abstract In order to determine the dissipation dynamic and final residues of indaziflam 500 g/L SC and its metabolites，including indaziflam-diaminotriazine（IND-D），indaziflam-carboxylic acid（IND-C），indaziflam-triazine-indanone（IND-T），indaziflam-hydroxyethyl（IND-H）and indaziflam-olefin（IND-O），in orange（peel，flesh，whole fruit）and soil，the samples were extracted by acetonitrile，purified by dichloromethane，and detected by liquid chromatography-mass spectrometry（LC-MS/MS）. The limits of quantitation（LOQs）of indaziflam，IND-C，IND-T，IND-H and IND-O in the peel，flesh，whole fruit of orange and soil were 0.01 mg/kg and that of IND-D was 0.02 mg/kg. Digestion dynamic analysis showed that the half-life of indaziflam in soil was 15.07－16.12 d. However，the residues of indaziflam's metabolites in the peel，flesh，whole fruit and soil were below their corresponding LOQs. Under the application of indaziflam at 100 g/hm^2 and 150 g/hm^2 in the soil at the weed pre-emergence period，the final residues of indaziflam and its metabolites in orange and soil were below their corresponding LOQs when the orange was ripe and harvested（86 d after treatment）.

Key words indaziflam； residue； dissipation dynamics； orange

茚嗪氟草胺（indaziflam）又名三嗪茚草胺（结构式见图 1），是德国拜尔公司开发的一种新型灭生性芽前除草剂，其作用机理是通过抑制纤维素的生物合成，并作用于分生细胞生长来有效防除杂草[1-2]。该除草剂具有防治谱广、药效高、持效期长、用量低等优点，广泛用于草坪、水果（如柑橘、葡萄、梨等）、

收稿日期： 2019－10－09 **修订日期：** 2020－01－07
基金项目： 国家自然科学基金（31672043）；湖南省自然科学基金（2018JJ2165）
* 通信作者 E-mail：zhmy525525@163.com
# 为并列第一作者

甘蔗等作物田防除一年生禾本科杂草与阔叶杂草[3-4]。茚嗪氟草胺常见的代谢物有 indaziflam-diaminotriazine (IND-D), indaziflam-carboxylic acid (IND-C), indaziflam-triazine-indanone (IND-T), indaziflam-hydroxyethyl (IND-H)和 indaziflam-olefin (IND-O),在土壤、蔬菜和水果中常被检出[5-6],对生态环境和食品安全存在潜在的风险[7]。该除草剂及其代谢物常用的残留分析方法有液相色谱-串联质谱法(LC-MS/MS),超高效液相串联质谱(UPLC-MS/MS),高效液相色谱(HPLC)等[5-6]。本研究通过田间施用 500 g/L 茚嗪氟草胺悬浮剂,采用 LC-MS/MS 法研究其在柑橘园土壤及柑橘果实中的残留消解和最终残留水平,旨在为该除草剂的合理使用和残留监管提供科学依据。

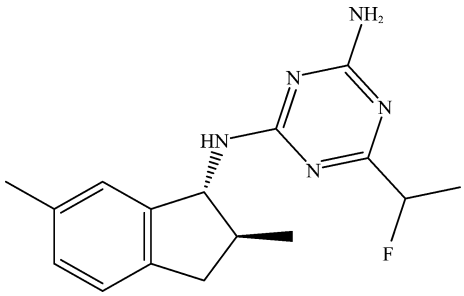

图 1　茚嗪氟草胺化学结构式

Fig. 1　The structural formula of indaziflam

1　材料与方法

1.1　仪器与试剂

1290 液相色谱-6460 三重四极杆质谱联用仪,美国安捷伦公司;N-1100 型旋转蒸发仪,东京理化器械株式会社;IKA-T25 匀浆机,德国 IKA 公司;VORTEX-5 旋涡混合器,海门市其林贝尔仪器制造有限公司;BSA124S 电子天平,赛多利斯科学仪器有限公司;SHZ-B 型调速多用振荡器,上海博讯实业医疗设备厂。

茚嗪氟草胺(纯度 99.3%)及其代谢物 IND-D(纯度 92.5%)、IND-C(纯度 96.3%)、IND-T(纯度 97.5%)、IND-H(纯度 98.6%)、IND-O(纯度 94.8%)和 500 g/L 茚嗪氟草胺悬浮剂(推荐有效剂量为 50～100 g/hm^2)均为德国拜耳作物科学公司产品;甲醇(色谱纯),美国 Tedia 有限公司;乙腈、氯化钠、二氯甲烷、无水硫酸钠均为分析纯,国药集团化学试剂有限公司;试验用水均为二次去离子水。

1.2　田间试验

试验在湖南省长沙县棚梨镇柑橘园进行,柑橘品种为'早熟宫川',试验地土壤为红土,pH 5.4,有机质含量 2.2%。按照《农作物中农药残留试验准则》[8]和《农药登记残留田间试验标准操作规程》[9]中要求设计消解动态试验区、低剂量处理区、高剂量处理区和空白对照区。

1.2.1　消解动态试验

将 500 g/L 茚嗪氟草胺悬浮剂于杂草出苗前定向封闭喷雾处理 1 次,施药有效剂量为 150 g/hm^2(推荐剂量上限的 1.5 倍),每处理重复 3 次,小区面积 50 m^2,每小区不少于 2 株果树。另设清水空白对照,处理间设保护间隔区。分别于施药后 2 h、1、3、7、14、21、30、45 d 采集柑橘样品,施药后 2 h、1、3、7、14、21、30、45、60 d 采集土壤样品。柑橘果实样品:在小区内按随机取样方法在每株柑橘的不同方向(东、南、西、北、中)及上、中、下、里、外等不同部位采集2 kg以上生长正常、无病害的柑橘果实,将果实切成 4～8 瓣,取不相邻的 2～4 瓣,匀浆后装入自封塑料袋中,于－20℃冰柜中保存待测。土壤样品:采用专用取土工具分别在试验小区中随机选择 12 个采集点,取土深度 0～10 cm,每小区采样量不少于2 kg,在不锈钢盆中除去杂物后混合均匀,用四分法取 500 g 装入自封塑料袋中,于－20℃冰柜中保存待测。

1.2.2　最终残留试验

设低剂量 100 g/hm^2(推荐剂量上限)和高剂量 150 g/hm^2(推荐剂量上限的 1.5 倍)两个施药剂量,每个剂量于杂草出苗前定向封闭喷雾处理 1 次,每处理重复 3 次,小区面积 50 m^2,每小区不少于 2 株果树。另设清水空白对照,处理间设保护间隔区,于柑橘成熟期(施药后 86 d)随机采集柑橘果实及土壤样品,保存于－20℃冰柜中待测,样品的采集和处理方法按 1.2.1 进行。

1.3　分析方法

1.3.1　样品的提取与净化

采用乙腈提取,二氯甲烷净化,液相色谱-串联质谱法(LC-MS/MS)检测残留量,外标法定量。具体步骤为:分别称取 10 g 果皮或果肉或全果或土壤样品,置于 250 mL 的离心瓶中,加入 50 mL 乙腈,振荡 30 min,取上清液 2 mL 于 125 mL 分液漏斗中,加 40 mL 5% NaCl 水溶液,用 50 mL 二氯甲烷萃取 2 次,有机相通过无水硫酸钠收集到 250 mL 圆底烧瓶中,于 45℃水浴真空除去溶剂,2 mL 甲醇定容,过0.22 μm有机相滤膜至进样瓶中,待 LC-MS/MS 检测。

1.3.2　LC-MS/MS 检测条件

液相色谱条件:不锈钢色谱柱 Agilent SB-C18

(50 mm×2.1 mm,1.8 μm);柱温 35℃,进样量 10 μL;流速 0.3 mL/min;流动相为水和 100%甲醇,采用梯度洗脱,条件见表 1。

表 1 液相色谱梯度洗脱条件

Table 1 Gradient elution in liquid chromatography

时间/min Time	水/% Water	甲醇/% Methanol
0.00	30	70
3.50	30	70
3.51	10	90
6.00	10	90
6.01	30	70
8.00	30	70

质谱条件:电喷雾电离(electron spray ionization,ESI)离子源,正离子扫描,监测方式为多反应监测模式,离子喷雾电压为 3 500 V,雾化气压力为 40 psi,干燥气温度为 350℃,干燥气流速为 9 L/min,根据茚嗪氟草胺及其 5 个代谢物的相对分子质量,确定其母离子,进行母离子全扫描。每个母离子选择 2 个子离子进行定性,一个响应较强的子离子进行定量。每种目标化合物选择 2 个响应信号较稳定的子离子,子离子响应信号最强时的碰撞能量作为质谱条件。茚嗪氟草胺及代谢物的 LC-MS/MS 检测参数见表 2,典型色谱图见图 2。

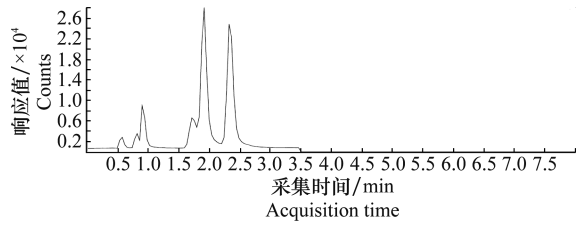

图 2 10 ng/mL 茚嗪氟草胺及其代谢物的 TIC 图

Fig. 2 The TIC spectra of 10 ng/mL indaziflam and its metabolites

表 2 茚嗪氟草胺及其代谢物的 LC-MS/MS 检测参数

Table 2 The LC-MS/MS parameters for indaziflam and its five metabolites

分析物 Analyte	保留时间/min Retention time	定量离子/ $m \cdot z$ Quantitative ion	定性离子/ $m \cdot z$ Qualitative ion	碰撞气能量/eV Collision energy
茚嗪氟草胺 indaziflam	1.88	157.8	157.8/301.8, 144.9/301.8	15
IND-D	0.56	137.9	115.8/157.9, 137.9/157.9	20
IND-C	0.86	157.8	137.9/331.8,157.8/301.8	19, 20
IND-T	0.90	157.9	137.9/315.8,157.9/315.8	21
IND-H	1.77	137.8	137.8/299.8,144.8/299.8	23
IND-O	2.39	137.8	137.8/281.8,144.9/281.8	18

1.3.3 制作标准曲线

分别称取一定量茚嗪氟草胺和 5 个代谢物的标准品,用质谱纯甲醇溶解定容配制成 500 ng/mL 的母液,再用稀释法配制成 1、5、10、50、100 ng/mL 的标准溶液,在上述色谱条件下进行测定,以峰面积-进样浓度做标准曲线。

1.3.4 添加回收率试验

分别称取柑橘全果、果肉、果皮和土壤空白样本,添加不同浓度的茚嗪氟草胺及 5 个代谢物的标准品,茚嗪氟草胺和代谢物 IND-C、IND-T、IND-H、IND-O 的添加水平为 0.01、0.05、0.50、1.00 mg/kg,代谢物 IND-D 的添加水平为 0.02、0.05、0.50、1.00 mg/kg,每个浓度重复 5 次,按上述分析方法经提取、净化和 LC-MS/MS 测定,计算添加回收率及相对标准偏差(RSD)。

2 结果与分析

2.1 检测方法的线性关系、准确度及精密度

茚嗪氟草胺和 5 个代谢物在 1~100 ng/mL 范围内,其浓度(x)与峰面积(y)呈良好的线性关系,标准曲线与相关系数见表 3。

表 3 茚嗪氟草胺及其代谢物的标准曲线方程和相关系数

Table 3 Linear equations and correlation coefficients of indaziflam and its metabolites

分析物 Analyte	标准曲线方程 Standard equation	相关系数 Correlation coefficient
茚嗪氟草胺 indaziflam	y=11 359.37x+4 028.17	0.999 6
IND-D	y=1 038.95x+515.82	0.999 6
IND-C	y=1 058.50x+688.79	0.999 7
IND-T	y=2 163.99x+1 115.21	0.999 5
IND-H	y=4 526.53x+1 159.82	0.999 5
IND-O	y=1 2075.84x+3 036.54	0.999 5

在上述色谱测定条件下,以 3 倍信噪比计,茚嗪氟草胺及其 5 个代谢物的最小检出量(LOD)均为 0.01 ng,以 10 倍信噪比计,待测物在样品中的最低含量作为定量限(LOQ),茚嗪氟草胺及代谢物 IND-C、IND-T、IND-H、IND-O 在柑橘果皮、果肉、全果和

土壤中的 LOQ 为 0.01 mg/kg;代谢物 IND-D 在柑橘果皮、果肉、全果和土壤中的 LOQ 为 0.02 mg/kg。茚嗪氟草胺及其代谢物在柑橘果皮、果肉、全果及土壤中的添加回收率及 RSD 见表 4,当添加水平在 0.01～1.00 mg/kg 时,茚嗪氟草胺及代谢物 IND-C、IND-T、IND-H、IND-O 在柑橘果皮、果肉、全果中及土壤中的回收率分别为 71.6%～102.5%、73.2%～109.0%、73.0%～108.1%、74.3%～109.0%,RSD 分别为 2.3%～10.7%、0.9%～11.8%、2.2%～9.6%、1.1%～7.8%。当添加水平在 0.02～1.00 mg/kg 时,代谢物 IND-D 在柑橘果皮、果肉、全果以及土壤中的平均回收率分别为 71.4%～82.6%、73.0%～105.7%、74.2%～94.1%、73.7%～103.2%,RSD 分别为 1.3%～11.6%、1.6%～10.7%、1.9%～5.1%、3.5%～7.5%。满足农药残留分析的要求[8]。

表 4　茚嗪氟草胺及其代谢物在柑橘果皮、果肉、全果及土壤中的平均回收率及相对标准偏差[1)]

Table 4　The average recoveries and RSD of indaziflam and its metabolites in orange peel, flesh, whole fruit and soil

样品 Sample	添加水平/ mg·kg^{-1} Spiked level	茚嗪氟草胺 indaziflam		IND-D		IND-C	
		平均回收率/% Average recovery	相对标准偏差/% RSD	平均回收率/% Average recovery	相对标准偏差/% RSD	平均回收率/% Average recovery	相对标准偏差/% RSD
果皮 Peel	0.01/0.02*	100.5±1.0	2.3	75.8±0.8	2.4	89.0±2.9	7.2
	0.05	102.5±1.4	3.0	82.6±4.3	11.6	83.8±4.0	10.6
	0.50	102.0±1.2	2.6	76.4±1.8	5.2	77.5±1.8	5.3
	1.00	94.5±1.4	3.2	71.4±0.4	1.3	71.6±1.2	3.8
果肉 Flesh	0.01/0.02*	103.1±1.0	2.1	101.3±0.7	1.6	103.5±0.6	1.2
	0.05	106.8±0.9	1.9	88.0±4.2	10.7	89.5±4.6	11.5
	0.50	109.0±0.4	0.9	105.7±1.5	3.2	107.2±1.3	2.7
	1.00	108.1±1.2	2.5	73.0±1.0	3.1	73.2±1.0	2.9
全果 Whole fruit	0.01/0.02*	106.1±1.2	2.6	94.1±0.8	1.9	103.7±1.5	3.2
	0.05	101.6±2.2	4.8	75.4±1.7	5.1	76.5±1.8	5.2
	0.50	102.6±1.0	2.2	74.2±1.6	4.7	75.2±1.2	3.5
	1.00	108.1±2.0	4.1	76.1±1.2	3.5	76.3±1.8	5.3
土壤 Soil	0.01/0.02*	106.5±0.8	1.6	73.7±1.2	3.5	97.3±1.3	3.0
	0.05	104.4±1.3	2.7	77.8±2.6	7.5	93.8±2.2	5.4
	0.50	109.0±0.5	1.1	103.2±1.8	3.9	104.2±1.3	2.9
	1.00	107.3±1.5	3.1	83.9±1.7	4.7	101.4±1.0	2.1

样品 Sample	添加水平/ mg·kg^{-1} Spiked level	IND-T		IND-H		IND-O	
		平均回收率/% Average recovery	相对标准偏差/% RSD	平均回收率/% Average recovery	相对标准偏差/% RSD	平均回收率/% Average recovery	相对标准偏差/% RSD
果皮 Peel	0.01/0.02*	91.5±1.9	4.5	88.9±1.9	4.7	85.1±3.0	8.0
	0.05	95.1±4.6	10.7	80.2±3.6	10.0	86.7±2.1	5.5
	0.50	91.9±2.3	5.5	74.6±1.7	5.2	84.0±3.0	7.9
	1.00	86.2±1.2	3.2	88.3±2.5	6.4	81.2±1.4	3.8
果肉 Flesh	0.01/0.02*	105.9±2.6	5.5	106.4±3.5	7.3	102.6±1.6	3.6
	0.05	88.7±3.6	9.0	85.3±4.5	11.8	90.1±3.9	9.7
	0.50	104.4±0.7	1.5	102.8±1.3	2.7	106.9±2.0	4.2
	1.00	89.5±2.6	6.4	90.3±3.2	8.0	83.1±2.6	7.0
全果 Whole fruit	0.01/0.02*	99.6±3.5	7.8	96.0±1.3	3.0	101.4±1.7	3.7
	0.05	92.3±2.6	6.3	73.0±1.9	6.0	79.5±2.8	7.9
	0.50	89.4±3.1	7.7	80.8±3.5	9.6	81.5±2.1	5.8
	1.00	94.8±2.0	4.6	93.9±2.0	4.7	86.6±2.0	5.2
土壤 Soil	0.01/0.02*	74.3±1.6	4.7	104.1±2.1	4.4	103.4±3.1	6.8
	0.05	93.1±2.3	5.5	92.2±2.4	5.7	95.9±1.8	4.1
	0.50	102.9±1.9	4.1	102.6±3.6	7.8	105.4±1.8	3.7
	1.00	105.4±1.5	3.1	101.5±1.5	3.2	103.7±0.9	2.0

1) * 表示茚嗪氟草胺和代谢物 IND-C、IND-T、IND-H、IND-O 的添加水平为 0.01 mg/kg,代谢物 IND-D 的添加水平为 0.02 mg/kg。
* means indaziflam and its metabolites (IND-C, IND-T, IND-H and IND-O) were spiked at 0.01 mg/kg, and its metabolite IND-D was spiked at 0.02 mg/kg in the orange peel, flesh, whole fruit and soil.

2.2 茚嗪氟草胺及其代谢物在土壤和柑橘中的消解动态

茚嗪氟草胺在土壤中的消解符合一级反应动力学方程，消解动态见表 5。2017 年和 2018 年茚嗪氟草胺在土壤中的原始沉积量分别为 0.296 mg/kg 和 0.322 mg/kg，半衰期分别为 16.12 d 和 15.07 d。药后 60 d，茚嗪氟草胺在土壤和柑橘全果上的残留量均低于最小检出量 0.01 mg/kg。代谢物在柑橘果皮、果肉、全果和土壤中的残留量均低于最小检出量，即 IND-C、IND-T、IND-H、IND-O 的残留量皆低于 LOQ（0.01 mg/kg），IND-D 的残留量低于其 LOQ(0.02 mg/kg)。

表 5 茚嗪氟草胺在柑橘园土壤中的消解动态

Table 5 Dissipation kinetics of indaziflam in orange soil

采集时间/d Acquisition time	残留量/mg·kg^{-1} Residue	
	2017	2018
0.083(2 h)	0.296	0.322
1	0.283	0.326
3	0.225	0.267
7	0.212	0.212
14	0.165	0.137
21	0.106 4	0.126
30	0.051 6	0.076 8
45	0.048 4	0.041 4
60	<LOQ	<LOQ
回归方程 Regression equation	$C_t=0.272\ 4e^{-0.043t}$	$C_t=0.308\ 4e^{-0.046t}$
相关系数 Correlation coefficient	0.932 7	0.986 3
消解常数/d^{-1} Kinetics constant	0.272 4	0.308 4
半衰期/d Half-life	16.12	15.07

2.3 最终残留

以低剂量 100 g/hm^2 和高剂量 150 g/hm^2 于杂草出苗前定向封闭喷雾处理 1 次，收获期采样（药后 86 d）测定茚嗪氟草胺及 5 种代谢物在柑橘果皮、果肉、全果及土壤中残留。结果表明，茚嗪氟草胺及 5 种代谢物在柑橘果皮、果肉、全果及土壤中的残留量皆低于 LOQ。

3 讨论

采用乙腈为提取剂，二氯甲烷和无水硫酸镁为分散净化剂，外标法定量，利用 LC-MS/MS 在选择多反应监测模式下对柑橘及土壤中的茚嗪氟草胺及代谢物进行了定性定量分析，方法的线性关系、准确度及精密度均可满足农药残留分析的要求[8]。

农药在土壤中的消解与其本身的理化特性、土壤类型、土壤温湿度及光照等因素密切相关，张晓慷等报道茚嗪氟草胺及其代谢物在土壤中很容易降解，在田间半衰期为 10～80 d[3]。Guerra 等研究发现土壤对茚嗪氟草胺及其代谢物有较强的吸附性，土壤的理化性质影响茚嗪氟草胺及其代谢物的生物有效性[10]，Alonso 等研究发现茚嗪氟草胺及其代谢产物在土壤中的吸附能力与土壤有机碳含量成正相关，且随着时间的推移，吸附能力增强[6,11]。本研究表明，将茚嗪氟草胺按照推荐最高剂量 100 g/hm^2 的 1.5 倍于柑橘园杂草出苗前施药 1 次，在土壤中的半衰期为 15.07～16.12 d，最终残留结果表明，按低剂量 100 g/hm^2 和高剂量 150 g/hm^2 各施药 1 次，收获期采样时距药后 86 d，在果皮、果肉和全果中皆未检出茚嗪氟草胺及其代谢物，这可能因为茚嗪氟草胺是一种芽前除草剂，定向喷施于土壤防治柑橘园杂草，绝大部分茚嗪氟草胺进入土壤，由于茚嗪氟草胺及其代谢物在土壤中容易降解，使柑橘树在土壤中吸收茚嗪氟草胺的量少，导致茚嗪氟草胺在柑橘果皮、果肉、全果中的残留量皆低于 LOQ，故未得到茚嗪氟草胺在柑橘全果中消解动态方程与半衰期。

茚嗪氟草胺已经在美国、加拿大、墨西哥、阿根廷、印度尼西亚、马来西亚、越南、菲律宾和澳大利亚登记上市[3]。目前尚未在中国登记，我国也尚未制定茚嗪氟草胺在柑橘中的最大残留限量，但随着灭生性除草剂百草枯水剂在中国被禁用，草甘膦和草铵膦抗药性的发生和发展，茚嗪氟草胺势必成为一种新型的优良替代产品。本试验开展了 500 g/L 茚嗪氟草胺悬浮剂在柑橘上的残留动态及最终残留水平的一地两年残留试验，旨在初步了解茚嗪氟草胺在我国柑橘及柑橘园土壤中的残留情况，根据美国和欧盟已制定茚嗪氟草胺在柑橘中的最大残留限量为 0.01 mg/kg。本研究中茚嗪氟草胺在柑橘的残留量低于美国和欧盟的最大残留限量标准，说明 500 g/L 茚嗪氟草胺悬浮剂在试验条件下按推荐剂量使用，用于防治柑橘园杂草是安全的。

参考文献

[1] BRABHAM C, LEI Lei, GU Ying, et al. Indaziflam herbicidal action: a potent cellulose biosynthesis inhibitor [J]. Plant Physiology, 2014, 166(3): 1177-1185.

[2] SEBASTIAN D J, FLEMING M B, PATTERSON E L, et al. Indaziflam: a new cellulose-biosynthesis-inhibiting herbicide provides long-term control of invasive winter annual grasses [J]. Pest Management Science, 2017, 73(10): 2149 - 2162.

[3] 张晓慷，张新刚，王海利. 新型除草剂——三嗪茚草胺[J]. 今日农药，2016(7)：46 - 47.

[4] SEBASTIAN D J, NISSEN S J, SEBASTIAN J R, et al. Preemergence control of nine invasive weeds with aminocyclopyrachlor, aminopyralid, and indaziflam [J]. Invasive Plant Science and Management, 2017, 10(1): 99 - 109.

[5] HU Mingfeng, QIU Jingsi, ZHANG Hui, et al. Method development and validation of indaziflam and its five metabolites in soil, water, and fruits by modified QuEChERS and UHPLC-MS/MS [J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2018, 66(39): 10300 - 10308.

[6] ALONSO D G, OLIVEIRA Jr R S, HALL K E, et al. Changes in sorption of indaziflam and three transformation products in soil with aging [J]. Geoderma, 2015, 239/240: 250 - 256.

[7] QU Han, MA Ruixue, LIU Donghui, et al. Environmental behavior of the chiral insecticide fipronil: Enantioselective toxicity, distribution and transformation in aquatic ecosystem [J]. Water Research, 2016, 105: 138 - 146.

[8] 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.

[9] 王运浩. 农药登记残留田间试验标准操作规程[M]. 北京：中国标准出版社，2007.

[10] GUERRA N, OLIVEIRA JUNIOR R S, CONSTANTIN J, et al. Persistence of biological activity and leaching potential of herbicides aminocyclopyrachlor and indaziflam in soils with different textures1 [J]. Planta Daninha, 2016, 34(2): 345 - 356.

[11] ALONSO D G, KOSKINEN W C, OLIVEIRA Jr R S, et al. Sorption-desorption of indaziflam in selected agricultural soils [J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2011, 59(24): 13096 - 13101.

（责任编辑：杨明丽）

（上接 134 页）

[20] 王杰，孟昭军，王琪，等. 外源茉莉酸诱导方式对长白落叶松针叶内防御蛋白活力的影响[J]. 东北林业大学学报，2015，43(5)：84 - 89.

[21] 王俊斌，王海凤，崔新仪，等. 茉莉酸甲酯对烟草抵御棉铃虫的诱导作用[J]. 中国农学通报，2010，26(17)：277 - 280.

[22] 段文昌，段立清，李海平，等. 外源茉莉酸及枸杞瘿螨危害诱导的枸杞防御反应[J]. 昆虫学报，2012，55(7)：804 - 809.

[23] 田旭涛，李丹，张箭，等. 外源茉莉酸对菜豆和番茄幼苗 3 种防御酶的诱导效应[J]. 西北农业学报，2013，22(9)：136 - 140.

[24] AMRITA K, BRIAN E E. The phenylalanine ammonia-lyase gene family in raspberry, structure, expression, and evolution [J]. Plant Physiology, 2001, 127(1):230 - 239.

[25] 杨世勇，王蒙蒙，谢建春. 茉莉酸对棉花单宁含量和抗虫相关酶活性的诱导效应[J]. 生态学报，2013，33(5)：1615 - 1625.

[26] 张华峰. 茉莉酸甲酯诱导巨桉对桉树枝瘿姬小蜂的抗性[J]. 森林与环境学报，2016，36(2)：216 - 220.

[27] 胡留成，崔巍，汪霞，等. 斜纹夜蛾幼虫诱导的油菜抗虫性及其与茉莉酸信号途径的关系[J]. 昆虫学报，2010，53(9)：1001 - 1008.

[28] 越慧芳，段立清，李海平，等. 外源茉莉酸诱导的青杨叶片保护酶活性变化及其对舞毒蛾幼虫生长发育的影响[J]. 昆虫学报，2013，56(3)：270 - 275.

[29] KARBAN R, BALDWIN I T. Induced response to herbivory [M]. London: University of Chicago Press Ltd., 1997: 187 - 191.

[30] 王予彤，越慧芳，王晓丽，等. 外源茉莉酸诱导的青杨生化抗性及其对舞毒蛾幼虫食物利用的影响[J]. 昆虫学报，2015，58(6)：673 - 679.

[31] 李顺欣，郅军锐，杨广明，等. 外源茉莉酸诱导的菜豆叶片生化抗性及其对西花蓟马体内保护酶和解毒酶活性的影响[J]. 应用生态学报，2017，28(9)：2975 - 2983.

[32] 宫玉艳，段立清，王爱清. 茉莉酸诱导对枸杞叶生化物质及酶活性的影响[J]. 植物保护，2010，36(2)：61 - 65.

[33] 孙兴华，周晓榕，庞保平，等. 南美斑潜蝇为害对黄瓜体内主要营养物质、次生代谢物质及叶绿素含量的影响[J]. 昆虫学报，2012，55(10)：1178 - 1184.

[34] BARBEHENN R V, JAROS A, LEE G, et al. Hydrolyzable tannin as "quantitative defense": limited impact against *Lymantria dispar* caterpillars on hybrid poplar [J]. Journal of Insect Physiology, 2009, 55(4): 297 - 304.

[35] 严俊鑫，许凌欣，宇佳，等. 茉莉酸甲酯对重瓣玫瑰抗虫生理指标和双斑萤叶甲取食的影响[J]. 东北林业大学学报，2017，45(1)：77 - 81.

[36] XUE Rengao, ZHANG Biao. Increased endogenous methyl jasmonate altered leaf and root development in transgenic soybean plants [J]. Journal of Genetics and Genomics, 2007, 34(4): 339 - 346.

[37] 田旭涛，张箭，李丹，等. 茉莉酸处理菜豆对美洲斑潜蝇抗性的影响[J]. 植物保护学报，2013，40(8)：345 - 349.

[38] 杜远鹏，季兴龙，蒋恩顺，等. 外源水杨酸和茉莉酸诱导巨峰葡萄抗根瘤蚜[J]. 昆虫学报，2014，57(4)：443 - 448.

（责任编辑：田　喆）