

氟啶胺在小白菜中的残留行为及膳食摄入风险评估

李春勇, 吕莹, 金静, 王伟荣, 王霞, 秦曙

(山西农业大学山西功能农产品检验检测中心 太原 030031)

摘要: 为了建立一种由超高效液相色谱-串联质谱(UPLC-MS/MS)检测小白菜中氟啶胺的分析方法,并对小白菜中的残留量进行膳食风险评估。样品经乙腈提取,NaCl盐析、无水MgSO₄、N-丙基乙二胺(PSA)和石墨化碳黑(GCB)净化,超高效液相色谱-串联质谱检测。结果表明,小白菜中氟啶胺的标准曲线为 $y=2\,000\,000x+15\,687$, $R^2=0.992\,8$,平均回收率为105%~108%,相对标准偏差为1%~7%,在0.005~0.500 mg·kg⁻¹范围内具有良好的线性关系,方法正确度和精密度均符合农作物中农药残留试验准则要求。氟啶胺的普通人群每日摄入量国家估算值为0.12 mg,占允许摄入量的19.5%,不会对一般人群构成不可接受的风险。

关键词: 小白菜;氟啶胺;残留行为;膳食摄入风险评估;超高效液相色谱-串联质谱

中图分类号:S634.3 文献标志码:A 文章编号:1673-2871(2023)04-096-05

Residual behavior and risk assessment of dietary intake of fluazinam in pakchoi

LI Chunyong, LÜ Ying, JIN Jing, WANG Weirong, WANG Xia, QIN Shu

(Shanxi Center for Testing of Functional Agro-Products, Shanxi Agricultural University, Taiyuan 030031, Shanxi, China)

Abstract: A method for the detection of fluazinam in pakchoi by ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS) was established, and the dietary risk of fluazinam in pakchoi was evaluated. The pakchoi samples were extracted with acetonitrile, salted out with NaCl, purified with anhydrous MgSO₄, N-propyl ethylenediamine(PSA) and graphitized carbon black(GCB), and detected by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry. In the concentration range of 0.005-0.500 mg·kg⁻¹, fluazinam has a good linear correlation, the standard curve was $y=2\,000\,000x+15\,687$, with the correlation coefficient(R^2) was 0.992 8. And the average recovery in the range of 105%-108%, with relative standard deviation ranging from 1% to 7%. The accuracy and precision of the method were in accordance with the requirements of the guidelines for pesticide residues in crops. The national estimated daily intake of fluazinam for general population was 0.12 mg, accounting for 19.5% of the allowable intake, which does not pose an unacceptable risk to the general population.

Key words: Pakchoi; Fluazinam; Residue behavior; Risk assessment of dietary intake; Ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

氟啶胺(Fluazinam)是一种2,6-二硝基苯胺类广谱杀菌剂,内吸活性低,残效长^[1],对马铃薯晚疫病、番茄早疫病、辣椒炭疽病、大白菜根肿病等有较好的防治效果^[2-4]。虽然氟啶胺已在水稻、大白菜、辣椒、马铃薯等作物上登记^[5],但因缺乏小白菜在良好农业规范(GAP)条件下进行的规范残留试验数据,无法进行膳食暴露评估,氟啶胺在小白菜中的最大残留限量(MRL)值尚未制定。

国内外关于氟啶胺的研究主要集中在检测方

法、残留行为、膳食风险评估、加工对残留量的影响等方面。目前已报道的检测方法主要有氟啶胺在马铃薯^[6-8]、人参^[9]中的QuEChERS前处理-超高效液相色谱三重四级杆串联质谱法,Li等^[10]建立了测定6种蔬菜(卷心菜、黄瓜、番茄、白菜、菠菜和西葫芦)和4种水果(苹果、葡萄、柑橘、草莓)中氟啶胺的QuEChERS-液相色谱串联质谱法,李玉霞^[11]、龚会琴等^[12]利用高效液相法对氟啶胺进行了分离和定量分析。马俊^[13]、刘亚娟等^[14]报道了植物源性食品及

收稿日期:2022-08-04,修回日期:2023-01-04

基金项目:山西省重点研发计划项目“城郊高效农业关键技术与示范”(201903D211011)

作者简介:李春勇,男,助理研究员,研究方向为农药残留与检测。E-mail:18234011626@163.com

通信作者:秦曙,女,研究员,研究方向为农药环境化学和农产品质量安全。E-mail:qinshu55@126.com

人参中检测氟啶胺的气相色谱法。Guo Yuyu 等^[15]、Li 等^[16]采用纳米簇荧光探针测定了氟啶胺的含量。Sahu 等^[17]用紫外可见分光光度计和傅里叶变换红外光谱检测蔬菜样品中氟啶胺类杀虫剂。已有学者对氟啶胺残留行为及膳食风险评估开展了试验研究。叶倩等^[18]报道了氟啶胺在菊花中的残留消解动态及其风险评估;李文希等^[19]报道了氟啶胺在三七中的降解行为及安全性评价;李如美等^[20]报道了氟啶胺在马铃薯和土壤中的残留及安全使用评价;靖俊杰等^[21]利用超高效液相色谱-串联质谱法分析氟啶胺在冬瓜上的残留行为;Zhao 等^[22]报道了氟啶胺在柑橘中的消解及膳食摄入风险评估。康霞丽等^[23]研究发现,在柑橘汁加工过程中,榨汁是降低氟啶胺残留最有效的过程,残留加工因子为 5.217~5.669。Noh 等^[24]采用 LC-MS/MS 法分析了氟啶胺在新鲜和加工柿中的消解和残留规律。国内外关于氟啶胺在小白菜中的残留行为及膳食风险评估未见报道。笔者的研究建立了 QuEChERS 前处理与 UPLC-MS/MS 相结合的提取净化及残留检测方法,对小白菜中氟啶胺最终残留量进行了检测,并对全国 10 地的检测结果进行膳食摄入风险评估,以期为指导农业生产、保障农产品质量安全及制定残留限量标准提供依据。

1 材料与方 法

1.1 材 料

1.1.1 试验地及供试品种 供试物为 500 g·L⁻¹ 氟啶胺悬浮剂,从青岛奥迪斯生物科技有限公司购买。移栽、施药、采样时间及品种:辽宁省辽阳市,2020 年 5 月 16 日移栽,2020 年 5 月 19 日施药,2020 年 6 月 12 日采样,绿秀,由沈阳化工研究院有限公司安全评价中心提供;山西省太原市,2020 年 6 月 10 日移栽,2020 年 6 月 12 日施药,2020 年 7 月 13 日采样,冬秀,由山西省农业科学院农产品质量与安全检测研究所提供;河北省石家庄市,2020 年 10 月 15 日移栽,2020 年 10 月 17 日施药,2020 年 11 月 4 日采样,津智 30,由石家庄市博生环境科技有限公司提供;山东省济南市,2020 年 6 月 28 日移栽,2020 年 6 月 29 日施药,2020 年 7 月 16 日采样,北京新 3 号,由山东省农药科学研究院提供;安徽省宿州市,2020 年 5 月 23 日移栽,2020 年 5 月 25 日施药,2020 年 6 月 17 日采样,精选上海青,由安徽灿留植保科技有限公司提供;江苏省句容市,2020 年 5 月 11 日移栽,2020 年 5 月 14 日施药,

2020 年 5 月 21 日采样,上海青,由江苏恒生检测有限公司提供;湖南省长沙市,2020 年 10 月 17 日移栽,2020 年 10 月 19 日施药,2020 年 11 月 6 日采样,白玉,由湖南文谱检测技术研究有限公司提供;广西省南宁市,2020 年 9 月 5 日移栽,2020 年 9 月 7 日施药,2020 年 9 月 26 日采样,甜脆赤叶小白菜,由广西大学农药与环境毒理研究所提供;贵州省贵阳市,2020 年 10 月 10 日移栽,2020 年 10 月 12 日施药,2020 年 11 月 9 日采样,迟白菜 3 号,由贵州省无公害植物保护工程技术研究中心提供;海南省海口市,2020 年 6 月 1 日移栽,2020 年 6 月 3 日施药,2020 年 6 月 25 日采样,早皇京白菜,由海南特谱农业科技有限公司提供。

1.1.2 试验仪器与试剂 超高效液相色谱-串联质谱联用仪(沃特世 I-Class XEVO TQ-S Micro)、刀式研磨仪(德国莱驰 GM300)、离心机(艾本德 5804 R、5824 R)、多管涡旋振荡器(莱普特 LPD2500)、天平(赛多利斯 QUINTIX224-1CN、BS210S)、氟啶胺标准品(Dr. Ehrenstorfer 99.9%)、乙腈(TEDIA®色谱纯)、甲酸(Fisher chemical Optima®色谱纯)。

1.2 方 法

1.2.1 试验设计 按照《农作物中农药残留试验准则》^[25]设置试验及对照区各 50 m²,并设区间保护行。供试药剂为 500 g·L⁻¹ 氟啶胺悬浮剂。按有效成分 1500 g·hm⁻² 施药,喷药时,去掉喷头,喷淋小白菜根部,药后立即补喷清水清洗叶面,对照区用等量清水处理,采用随机法分别于收获期、收获期后 3 d 采集不少于 12 株(至少 2 kg)生长正常且无病害的小白菜样品。

1.2.2 样品提取、净化 小白菜样品粉碎后称取 10.0 g(精确至 0.1 g)于 50 mL 离心管中,加入 10 mL 乙腈后,加入 5.0 g NaCl,于 2500 r·min⁻¹ 下涡旋振荡 10 min,8000 r·min⁻¹ 离心 3 min,取 1.5 mL 上清液加入盛有 142.5 mg MgSO₄、20 mg PSA、20 mg GCB 混合剂的 2 mL 离心管中,2500 r·min⁻¹ 涡旋 2 min,5000 r·min⁻¹ 离心 2 min。上清液过 0.22 μm 有机微孔滤膜后,取 0.5 mL 上清液加入 0.5 mL 水,混匀,UPLC-MS/MS 测定。

1.2.3 检测条件 色谱条件:Waters ACQUITY UPLC®BEH C¹⁸ 色谱柱(50.0 mm×2.1 mm,1.7 μm),柱温 35 °C,进样量 5.0 μL;流动相 A 为 0.1% 甲酸水溶液,B 为乙腈,梯度洗脱程序见表 1,流速 0.3 mL·min⁻¹,此条件下氟啶胺的保留时间为 2.83 min。

表1 梯度洗脱程序

时间 /min	流动相	
	流动相 A/%	流动相 B/%
0	90	10
1.00	90	10
1.10	10	90
3.00	10	90
3.10	90	10
5.00	90	10

质谱条件:电喷雾离子源(ESI+),多反应监测(MRM)模式扫描;毛细管电压 3.0 kV;锥孔电压 28 V;离子源温度 150 °C;去溶剂气及锥孔反吹气均为高纯 N₂,去溶剂气温度 400 °C,碰撞气为高纯 Ar,氟啶胺定量离子对 463.0>397.9,碰撞能 16 eV;定性离子对 463.0>415.9,碰撞能 20 eV。

1.2.4 溶液配制及标准曲线绘制 称取 0.010 g(精确至 0.000 1 g)氟啶胺标准品,溶于乙腈,配制成 1000 mg·L⁻¹氟啶胺标准储备液,-18 °C温度下密封保存。将氟啶胺标准储备液用乙腈稀释,依次配制成 100、10、1 mg·L⁻¹的标准溶液,再以小白菜空白基质提取液配制质量浓度为 0.005、0.010、0.020、0.050、0.100 mg·L⁻¹的标准工作液。

1.2.5 基质效应评价 笔者的研究采用相对响应值法对基质效应进行评价^[26],公式为 ME/%=(A/B)×100,式中 ME 为基质效应,A 为基质标准工作液响应值,B 为乙腈中同浓度标样工作液响应值,当 ME 为 80%~120%时为弱基质效应,当 ME 为 50%~80%或 120%~150%时为中等基质效应,当 ME≤50%或≥150%时为强基质效应,当 ME<100%时表现为基质抑制效应,当 ME>100%时表现为基质增强效应。

1.2.6 添加回收率试验 在空白小白菜样品中分别添加 0.01、0.10 和 5.00 mg·kg⁻¹的氟啶胺标准工作液,按照 1.2.2 节的方法提取、净化样品,按 1.2.3 节的条件进行检测,计算添加回收率和相对标准偏差。

1.2.7 长期膳食摄入风险评估 根据《中国不同人群消费膳食分组食谱》^[27]确定人群的膳食结构和食品消费量。如果国内没有足够的膳食调查数据,则优先参考世界卫生组织全球环境监测体系食品规划(GEMS/Food)项目^[28]推荐的聚类食物消费量或膳食习惯相似的国家及其他国家的膳食结构和食品消费量,或者参考有关报道的权威数据。其次,根据规范残留试验中值(STMR/STMR·P)或最大残

留限量(MRL)计算某种农药国家估算每日摄入量(NEDI)^[27],依据膳食风险评估数据推荐合适的 MRL 值^[29]。计算公式如下^[30-32]:

$$NEDI = \sum STMR_i (STMR \cdot P_i) \times F_i; \quad (1)$$

$$RQ/\% = (NEDI/ADI \times bw) \times 100. \quad (2)$$

式中,STMR_i:农药在某一食品中规范残留试验中值;STMR·P_i:用加工因子校正的规范残留试验中值;F_i:一般人群某一食品的消费量;bw:人体重量,中国人群平均体重以 63 kg 计;RQ:风险概率,当 RQ≤1 时,可认为残留量对一般人群不会构成不可接受的风险,数值越小,风险越低;ADI:为该农药的每日允许摄入量。

2 结果与分析

2.1 基质效应评价

在 0.005 mg·kg⁻¹时,ME 为 42.9%,表现为强基质抑制效应;在 0.050 mg·kg⁻¹时,ME 为 55.5%,表现为中等基质抑制效应,需要采用基质匹配标液法补偿基质效应的影响。

2.2 方法有效性评价

在 0.005~0.500 mg·kg⁻¹范围内,氟啶胺仪器的响应值 y(峰面积)与质量浓度 x(μg·mL⁻¹)呈线性相关:y=2 000 000 x+15 687,R²=0.992 8,氟啶胺定量限为 0.01 mg·kg⁻¹。由表 2 可知,在 0.01、0.10 和 5.00 mg·kg⁻¹ 3 个添加水平下,氟啶胺在小白菜中的平均回收率在 105%~108%,相对标准偏差(RSD)在 1%~7%,符合农药残留检测要求。

表2 氟啶胺在小白菜样品中的回收率

添加水平/ (mg·kg ⁻¹)	回收率/%						RSD/%
	1	2	3	4	5	平均	
0.01	94	100	112	111	111	105	7
0.10	98	99	109	112	115	107	7
5.00	111	108	108	106	109	108	1

2.3 最终残留量试验

由表 3 可知,综观 10 地的最终残留试验,以有效成分 1500 g·hm⁻²施药 1 次,收获期小白菜中氟啶胺的残留量在 <0.010~0.570 mg·kg⁻¹,STMR 为 0.010 mg·kg⁻¹,最高残留量(HR)为 0.570 mg·kg⁻¹;收获期后 3 d 小白菜中氟啶胺的残留量为 <0.010~0.380 mg·kg⁻¹,STMR 为 0.010 mg·kg⁻¹,HR 为 0.380 mg·kg⁻¹。可见,收获期后 3 d 小白菜中氟啶胺最高残留量低于收获期。江苏句容的残留量较其他点偏高一些,可能是收获期采收间隔较短所致(辽宁 24 d、山西 31 d、河北 18 d、山东 17 d、安徽

表3 氟啶胺在小白菜中的最终残留量

试验地点	施药剂量 (g a.i. · hm ⁻²)	采收间隔	最终残留量 (mg · kg ⁻¹)
辽宁省辽阳市	1500	收获期	<0.010, 0.044
		收获后 3 d	<0.010, <0.010
山西省太原市	1500	收获期	<0.010, <0.010
		收获后 3d	<0.010, <0.010
河北省石家庄市	1500	收获期	0.086, 0.098
		收获后 3 d	0.020, 0.021
山东省济南市	1500	收获期	<0.010, <0.010
		收获后 3 d	0.014, <0.010
安徽省宿州市	1500	收获期	<0.010, <0.010
		收获后 3 d	0.180, 0.014
江苏省句容市	1500	收获期	0.570, 0.300
		收获后 3 d	<0.010, 0.380
湖南省长沙市	1500	收获期	<0.010, <0.010
		收获后 3 d	<0.010, <0.010
广西壮族自治区 南宁市	1500	收获期	<0.010, <0.010
		收获后 3 d	<0.010, <0.010
贵州省贵阳市	1500	收获期	0.034, 0.150
		收获后 3 d	0.025, <0.010
海南省海口市	1500	收获期	<0.010, <0.010
		收获后 3 d	<0.010, <0.010

注:结果代表 2 个独立平行样品的最终残留量。

23 d、江苏 7 d、湖南 18 d、广西 19 d、贵州 28 d 和海南 22 d)。

2.4 长期膳食摄入风险评估

长期膳食摄入风险评估基于中国居民营养与健康状况监测调查数据,采用 STMR 或 MRL 值计算 NEDI。由于我国及 CAC 均未制定氟啶胺的 ARfD 值,因此,笔者的研究仅对氟啶胺在小白菜中的长期膳食摄入风险进行评估,将以在临界良好农业生产规范(cGAP)条件下获得的小白菜中氟啶胺的 STMR 值作为深色蔬菜的参考限量,按有效成分 1500 g · hm² 施药 1 次,收获时的 STMR 值为 0.010 mg · kg⁻¹,其他登记作物的 STMR 值来源于《食品安全国家标准 农药最大残留限量标准》制定本标准的编制说明。评估结果(表 4)显示,由 STMR 值计算的膳食摄入量为 0.122 900 mg,对应的风险商为 19.5%。因此,氟啶胺在小白菜中的残留量对我国一般人群健康不会产生不可接受的风险。

3 讨论与结论

目前,关于氟啶胺检测方法及其残留行为研究主要有液相色谱法^[11]、气相色谱法^[13-14]、红外光谱法^[17]

表4 氟啶胺的长期膳食摄入风险评估

食物种类	膳食量/kg	参考限量/mg · kg ⁻¹	限量来源	国家估算每日摄入量 NEDI/mg	日允许摄入量/mg	风险商/%
薯类	0.049 5	0.500	中国	0.024 750		
深色蔬菜	0.091 5	0.010	中国(残留中值)	0.000 915		
浅色蔬菜	0.183 7	0.300	中国	0.055 110	ADI×63	
植物油	0.032 7	0.050	日本	0.001 635		
酱油	0.009 0	4.500	美国	0.040 500		
合计	1.028 6			0.122 900	0.63	19.5

及液相色谱-串联质谱法^[6-10],其中,液相色谱-串联质谱法具有保留时间短、较高的重现性及准确度,广泛运用于中药材^[9,19]、蔬菜^[8]、水果^[10]中氟啶胺含量的检测,尚未有氟啶胺在小白菜中残留量的检测方法报道。笔者的研究采用 10 mL 乙腈作为前处理提取溶剂,代替了常规 QuEChERS 方法中二氯甲烷^[33]、正己烷^[20]等提取溶剂,有机溶剂用量少^[6],毒性低。固相萃取剂选择 NaCl,替代了常见的无水 MgSO₄、柠檬酸钠等混合萃取剂^[7],有利于降低试验成本。在净化过程中,涡旋、离心时间短,有助于提高试验效率。氟啶胺在叶菜中的残留行为报道较为少见,较多的报道集中于添加回收检测方法研究方面。由笔者研究的残留结果可知,在小白菜采收期氟啶胺残留量仍有检出现象,收获期的残留量整体高于收获后 3 d 的残留量,随着采收期的延长,氟

啶胺部分降解,小白菜的生长也会对残留量有一定的稀释作用。因试验时间、作物品种不同,在采收期大致相同时,河北(18 d)、山东(17 d)、湖南(18 d)、广西(19 d)的残留量也有差异,说明最终残留量受温度、作物品种的影响较大,小白菜作为常见的蔬菜品种,探索其残留消解规律,对保证农产品质量安全具有重要意义。

根据最终残留量进行膳食摄入风险评估,氟啶胺在小白菜中的残留中值为 0.010 mg · kg⁻¹,ADI 值为 0.01 mg · kg⁻¹ bw,普通人群的国家估算每日摄入量为 0.12 mg,占日允许摄入量的 19.5%,表明按有效成分 1500 g · hm⁻² 剂量在移栽苗或间苗 3 d 内喷淋(去掉喷头)小白菜根部,施药 1 次,药后立即补喷清水,氟啶胺在小白菜中的残留不会对一般人群健康造成不可接受的风险。按照风险评估结果推

荐最大残留限量(MRL)值为 $2 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$, 远远低于 GB 2763—2021 中叶菜类蔬菜的 MRL 值(菜薹 $30 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 、油菜 $10 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 、叶芥菜 $20 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 、茼蒿叶 $20 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)。因小白菜在实际生产中无固定的采收间隔期,会增加膳食摄入风险,目前,因缺乏相关毒理学研究, JMPR、CAC 等均未制定氟啶胺的急性参考剂量(ARfD)值。因此,不断完善相应数据,对精确评估膳食摄入风险及进一步推荐合理 MRL 值具有指导和现实意义。

参考文献

- [1] 刘长令, 翟煜鑫, 张运晓, 等. 防治灰霉病用杀菌剂的开发[J]. 农药, 2000(3): 1-6.
- [2] 李淑敏, 陈丽文, 邵蕾, 等. 马铃薯疮痂病防治药剂的筛选与评价[J]. 中国瓜菜, 2020, 33(9): 83-86.
- [3] IWANIUK P, BORUSIEWICZ A, LOZOWICKA B. Fluazinam and its mixtures induce diversified changes of crucial biochemical and antioxidant profile in leafy vegetable[J]. Scientia Horticulturae, 2022, 298: 110988.
- [4] 付世军, 周贤文, 黄进军. 不同药剂对柑桔锈壁虱田间药效试验[J]. 中国南方果树, 2020, 49(4): 151-152.
- [5] 中国农药信息网, 作物登记信息. [DB/OL]. [2020-08-08]. <http://www.chinapesticide.org.cn/zwb/dataCenter>.
- [6] 赵子丹, 张锋锋, 杨静, 等. 马铃薯中氟啶胺和霜脲氰残留的同步检测及其储藏稳定性研究[J]. 保鲜与加工, 2020, 20(6): 184-188.
- [7] 冯义志, 金杰, 潘金菊, 等. HPLC-MS/MS 法快速测定氟啶胺在马铃薯和土壤中的残留[J]. 农药科学与管理, 2017, 38(12): 25-30.
- [8] CHEN L, JIA C H, LI F G, et al. Dissipation and residues of fluazinam and dimethomorph in potatoes, potato plants, and soil, determined by QuEChERS ultra-performance liquid chromatography tandem mass spectrometry[J]. Environmental Science and Pollution Research, 2018, 25(32): 32783-32790.
- [9] 王艺纯, 郭美玲, 唐秋竹, 等. 液质联用法测定人参中氟啶胺的残留[J]. 中国药事, 2017, 31(5): 550-554.
- [10] LI Y B, TANG H X, BLACK K C, et al. Determination of fluazinam in vegetables and fruits using a modified QuEChERS method and liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Food Analytical Methods, 2017, 10(6): 1881-1887.
- [11] 李玉霞. 40%烯酰·氟啶胺悬浮剂高效液相色谱分析[J]. 现代农药, 2017, 16(4): 32-34.
- [12] 龚会琴, 王睿, 陈迎丽. 10%精甲霜灵·氟啶胺颗粒剂高效液相色谱分析[J]. 农药, 2017, 56(3): 190-192.
- [13] 马俊. 对植物源性食品中氟啶胺检测方法的相关分析[J]. 食品安全导刊, 2018(9): 88.
- [14] 刘亚娟, 侯志广, 梁爽, 等. $500 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 氟啶胺 SC 在人参植株及土壤中的残留分析方法[J]. 农药, 2017, 56(1): 49-51.
- [15] GUO Y Y, SHI S X, FAN C Y, et al. Fluorescent determination of fluazinam with polyethyleneimine-capped copper nanoclusters[J]. Chemical Physics Letters, 2020, 754: 137748.
- [16] LI L, HOU C J, LI J W, et al. Fluazinam direct detection based on the inner filter effect using a copper nanocluster fluorescent probe[J]. Analytical Methods, 2019, 11(36): 4637-4643.
- [17] SAHU D K, RAI J, RAI M K, et al. Detection of flonicamid insecticide in vegetable samples by UV-Visible spectrophotometer and FTIR[J]. Results in Chemistry, 2020, 2: 10059.
- [18] 叶倩, 朱富伟, 王富华, 等. 氟啶胺在菊花中的残留消解动态及其风险评估[J]. 农药, 2020, 59(5): 362-366.
- [19] 李文希, 代雪芳, 张雪燕, 等. 氟啶胺在三七中的降解行为及安全性评价[J]. 西南农业学报, 2022, 35(7): 1680-1689.
- [20] 李如美, 王英华, 李瑞娟, 等. 氟啶胺在马铃薯和土壤中的残留及安全使用评价[J]. 现代农药, 2022, 21(1): 57-60.
- [21] 靖俊杰, 贾春虹, 赵尔成, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法分析氟啶胺在冬瓜上的残留行为[J]. 农药学报, 2021, 23(1): 189-193.
- [22] ZHAO J L, TAN Z H, WEN Y, et al. Dissipation of fluazinam in citrus groves and a risk assessment for its dietary intake[J]. Journal of the Science of Food and Agriculture, 2020, 100(5): 2052-2056.
- [23] 康霞丽, 赵其阳, 左巍, 等. 阿维菌素和氟啶胺在柑橘汁加工过程中的残留行为及加工因子研究[J]. 食品与发酵工业, 2021, 47(6): 121-126.
- [24] NOH H H, JO S H, SHIN H W, et al. Dissipation and residue pattern of dinotefuran, fluazinam, indoxacarb, and thiacloprid in fresh and processed persimmon using LC-MS/MS[J]. Foods, 2022, 11(3): 416.
- [25] 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: 中国标准出版社, 2018.
- [26] 何宗桃, 邓军, 肖成忠. 超高效液相色谱-串联质谱法测定莓茶中 4 种农药残留量[J]. 中国检验检疫, 2020, 28(6): 55-57.
- [27] 农业农村部. 中华人民共和国农业农村部公告第 2308 号[EB/OL]. (2015-10-08)[2002-08-09]. http://www.moa.gov.cn/nygb/2015/shiqi/201712/t20171219_6103890.htm.
- [28] Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO). Report of the joint meeting of the FAO panel of experts on pesticide residues in food and the environment and the WHO core assessment group on pesticide residue[DB/OL]. [2019-12-20]. https://www.who.int/foodsafety/areas_work/chemical-risks/gems-food/en/.
- [29] 简秋, 单炜力, 段丽芳, 等. 我国农产品及食品中农药最大残留限量制定指导原则[J]. 农药科学与管理, 2012, 33(6): 24-27.
- [30] 中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所. 农产品质量安全风险评估: 原理、方法和应用[M]. 北京: 中国标准出版社, 2007: 20-57.
- [31] 周勇, 朴秀英, 廖先骏, 等. 韭菜中腐霉利的残留检测及长期膳食暴露评估[J]. 农药学报, 2021, 23(2): 373-379.
- [32] 刘丰茂, 潘灿平, 钱传范, 等. 农药残留分析原理与方法[M]. 2 版. 北京: 化学工业出版社, 2021.
- [33] 李冠华, 邹凯, 彭丽莎, 等. 高效液相色谱法测定大白菜及其种植土壤中的氟啶胺残留[J]. 湖南农业科学, 2013(18): 32-34.