

烯效唑在棉花及土壤中的残留及消解动态

马婧玮, 李 通, 周 玲, 张军锋, 周 娟, 吴绪金*

(河南省农业科学院 农业质量标准与检测技术研究所/河南省粮食质量安全与检测重点实验室/
农业部农产品质量安全风险评估实验室(郑州), 郑州 450002)

摘 要: 建立了烯效唑在棉花叶片、棉籽和土壤中残留的高效液相色谱-串联质谱 (HPLC-MS/MS) 检测方法, 并运用该方法对烯效唑在棉花叶片和土壤中的残留消解规律进行了研究。样品用乙腈-水提取, 经 Cleanert NH₂ 固相萃取柱净化, 电喷雾正离子多反应监测模式 HPLC-MS/MS 检测, 外标法定量。结果表明: 烯效唑在棉花叶片、棉籽和土壤中的平均添加回收率在 74%~101% 之间, 相对标准偏差 (RSD) 在 1.2%~10% 之间 ($n=5$)。烯效唑在 3 种基质中的检出限 (LOD) 均为 0.01 ng, 定量限 (LOQ) 均为 0.01 mg/kg。该方法准确、灵敏、简单, 适用于棉花样品中烯效唑残留的检测。田间试验结果表明: 烯效唑在棉花叶片和土壤中的消解半衰期分别为 4.2~5.0 d 及 15.8~19.7 d; 于收获期采样, 烯效唑在棉籽和土壤中的最终残留量分别为 < 0.01 mg/kg 和 < 0.022 mg/kg。

关键词: 烯效唑; 棉花; 土壤; 残留; 消解动态

中图分类号: S481.8; TQ450.26

文献标志码: A

文章编号: 1008-7303(2017)03-0374-07

Residue and dissipation of uniconazole in *Gossypium* spp. and soil

MA Jingwei, LI Tong, ZHOU Ling, ZHANG Junfeng, ZHOU Juan, WU Xujin*

(Institute of Quality Standard and Testing Technology for Agro-products, Henan Academy of Agricultural Sciences/Henan Key Laboratory of Grain Quality and Safety and Testing/Laboratory of Quality & Safety Risk Assessment for Agro-products (Zhengzhou), Ministry of Agriculture, Zhengzhou 450002, China)

Abstract: An analytical method with high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS) was established to test uniconazole residues in *Gossypium* spp. leaves, *Gossypium* spp. seeds and soil. Uniconazole residue and dissipation on *Gossypium* spp. leaves and soil were also investigated with this method. Uniconazole residues were extracted with acetonitrile/water mixture and an aliquot of the extract was purified by a solid-phase extraction Cleanert NH₂ cartridge. Finally, the analytes were measured by multiple reaction monitoring (MRM) in the electrospray positive ionization mode. The external standard method was adopted for the quantification. The results showed that the recovery rate of uniconazole in *Gossypium* spp. leaves, *Gossypium* spp. seeds and soil were between 74%-101%, with the relative standard deviations from 1.2% to 10% ($n=5$). The limits of detection (LOD) of the method were 0.01 ng and the limits of quantification (LOQ) were 0.01 mg/kg for three matrices. The method is accurate, sensitive, simple and suitable for the determination of uniconazole residues in *Gossypium* spp. samples. Field experimental results showed that the dissipation

收稿日期: 2016-11-15; 录用日期: 2017-04-24.

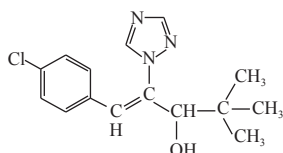
基金项目: 粮油作物产品未知危害因子识别与已知危害因子安全性评估项目 (GJFP2015007); 河南省农业科学院基础科研项目 (2016).

作者简介: 马婧玮, 女, 硕士, 助理研究员, E-mail: jingweima819@126.com; *吴绪金, 通信作者 (Author for correspondence), 男, 副研究员, 研究方向为农药残留检测和标准, E-mail: xujinwu2005@126.com

half-lives of uniconazole in *Gossypium* spp. leaves and soil were 4.2-5.0 days and 15.8-19.7 days, respectively. The terminal residues at harvest in *Gossypium* spp. seeds and soil were lower than 0.01 mg/kg and 0.022 mg/kg, respectively.

Keywords: uniconazole; *Gossypium* spp.; soil; residue; dissipation dynamics

烯效唑 (Scheme 1) 是 20 世纪 80 年代初日本住友化学公司开发的一种广谱、高效的植物生长调节剂, 在高浓度下兼有杀菌和除草作用^[1]。它可通过抑制赤霉素合成, 控制营养生长, 抑制细胞伸长、缩短节间长度、矮化植株, 促进侧芽生长和花芽形成, 增进植物抗逆性、提高产量^[2]。烯效唑的活性高于常用的多效唑, 常用于水稻、小麦和棉花等作物上增加分蘖, 控制株高, 提高抗倒伏能力; 用于果树上控制树形; 用于观赏植物上控制株形, 促进花芽分化和多开花等。



Scheme 1

但烯效唑在作物和土壤中较为稳定, 残效期长。其残留于作物体内可能对人体健康产生不利影响, 残留于土壤中对土壤中微生物的活性造成显著影响^[3]。目前, 日本规定了烯效唑在甘蓝、卷心菜、洋葱、茼蒿、草莓、鳄梨中的最大残留限量 (MRL) 值分别为 0.1、0.1、0.05、0.05、0.1 和 0.5 mg/kg^[4]。但中国、欧盟 (EU) 和国际食品法典委员会 (CAC) 均未制定烯效唑在农产品中的 MRL 值。关于烯效唑残留的检测方法主要有高效液相色谱法 (HPLC)^[5-6]、液相色谱-质谱法 (HPLC-MS)^[7-10] 和气相色谱法 (GC)^[11] 等。主要涉及大豆、小麦和水果等, 而在棉花中的残留检测方法、在棉花和土壤中的残留及消解动态均未见报道。鉴于此, 本研究建立了一种简便、快速、灵敏的测定棉花叶片、棉籽及土壤中烯效唑残留量的方法。并于 2014—2015 年在河南和江苏两地进行了烯效唑在棉花中的残留试验, 研究了其残留消解规律及最终残留量, 以期为中国制定棉花中烯效唑的合理使用准则以及其 MRL 标准提供数据支撑。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

LC-20A 高效液相色谱-FINNIGAN TSQ

Quantum DISCOVERY MAX 电喷雾串联四极杆质谱联用仪 (赛默飞世尔科技有限公司); 6202 型粉碎机 (北京银捷玉诚机械设备有限公司); L-550 高速离心机 (湖南湘仪仪器有限公司); VX-III 多管涡旋振荡器 (北京踏锦科技有限公司); BSA224S 电子天平 (精度 0.1 mg, 德国 Sartorius 公司)。

98.0% 烯效唑 (uniconazole) 标准品 (德国 Dr. Ehrenstorfer GmbH 公司); 3% 烯效唑·芸苔素内酯悬浮剂 (河南省安阳市小康农药有限责任公司)。乙腈 (色谱纯, 美国 Fisher 公司); 甲苯 (色谱纯, 美国 Fisher 公司); 甲酸 (分析纯); 氯化钠 (分析纯, 140 °C 烘烤 4 h); 500 mg/6 mL 的 NH₂ 固相萃取柱 (天津博纳艾杰尔科技有限公司)。

1.2 田间试验设计

供试药剂为 3% 烯效唑·芸苔素内酯悬浮剂。按《农药登记残留试验标准操作规程》^[12], 于 2014—2015 年在中国河南省新乡市和江苏省南京市 2 个试验点进行残留试验。供试棉花 *Gossypium* spp. 品种为银山 1 号 (河南) 和金科棉 98 (江苏)。小区面积为 30 m², 重复 3 次, 随机排列, 小区间设保护带, 另设空白对照小区。

1.2.1 消解动态试验 采用 1 次施药多次采样的方法。烯效唑在棉花上的消解动态试验设 1 个处理, 3 个重复。按推荐高剂量的 1.5 倍即有效成分 108 g/hm² 喷雾 1 次, 分别于施药后 2 h 以及 1、2、3、5、7、10、14、21 和 28 d 采集棉花叶片样品。

另设 50 m² 平坦地块, 按有效成分 1 000 g/hm² (使原始沉积量理论值达 1.0 mg/kg) 喷雾 1 次。分别于施药后 2 h 以及 1、2、3、5、7、10、14、21、28、35 和 45 d 用土钻采集 0~10 cm 深土壤样品。

1.2.2 最终残留试验 试验设高、低剂量 2 个处理, 2 次施药, 于收获期一次性采集棉花和土壤样品。第 1 次施药于棉花初花期进行: 低剂量为推荐高剂量即有效成分 15 mg/kg, 高剂量为推荐高剂量的 1.5 倍即有效成分 22.5 mg/kg; 第 2 次施药于棉花打顶期进行: 低剂量为推荐高剂量即有效成分 60 mg/kg, 高剂量为推荐高剂量的 1.5 倍即

有效成分 90 mg/kg。

1.2.3 田间样品制备 将棉花叶片切成 1 cm² 以下的碎片混匀，用四分法缩分留样 200 g；将土壤样品碾碎、过筛、混匀，用四分法缩分留样 200 g；将棉花脱绒，获得棉籽，粉碎，用四分法缩分留样 200 g。以上样品均于 -20 ℃ 冷冻保存，备用。

1.3 样品前处理

1.3.1 提取 准确称取棉花叶片样品 (或棉籽样品、土壤样品) 5.0 g (精确至 0.01 g) 于 100 mL 离心管中，依次加入水 10 mL、3 g NaCl 和 40 mL 乙腈，涡旋振荡 30 min；于 4 000 r/min 下离心 5 min；准确移取 20 mL 上清液于 250 mL 鸡心瓶中，于 40 ℃ 水浴中旋转浓缩至约 1 mL，待净化。

1.3.2 净化 用 4 mL 的 *V*(乙腈):*V*(甲苯)=3:1 混合溶液预淋洗 NH₂ 固相萃取柱，当液面到达填料顶部时，迅速将样品浓缩液转移至净化柱上，并用鸡心瓶收集；再每次用 2 mL 的 *V*(乙腈):*V*(甲苯)=3:1 混合溶液洗涤样液瓶 3 次；在柱上加 50 mL 贮液器，用 25 mL 上述溶液洗脱，合并于鸡心瓶中，于 40 ℃ 水浴中旋转浓缩至约 0.5 mL；将浓缩液置于氮吹仪上吹干，用 *V*(乙腈):*V*(水)=3:2 溶液溶解并定容至 2 mL，过 0.22 μm 针孔滤膜，待 HPLC-MS/MS 分析。

1.4 检测条件

1.4.1 色谱条件 Agilent Poroshell 120 SB-C₁₈ 色谱柱 (3.0 mm × 75 mm, 2.7 μm)；柱温 40 ℃；样品室温度 10 ℃；进样量 10 μL；流动相为 *V*(乙腈):*V*(0.2% 甲酸水溶液)=80:20 混合溶液，流速 0.25 mL/min。在此条件下烯效唑的保留时间为 2.5 min。

1.4.2 质谱条件 ESI 源正离子模式电离；多反应监测 (MRM) 模式；电喷雾电压 3 800 V，离子传输管温度 350 ℃，鞘气流速 9.8 L/min，辅助气流速 1.4 L/min。烯效唑定性离子对 (*m/z*): 292.1/70.1 及 292.1/125.1，定量离子对 (*m/z*): 292.1/70.1，碰撞能量分别为 40 eV 和 38 eV。

1.5 标准溶液的配制及基质标准曲线绘制

准确称取 0.025 g (精确至 0.000 1 g) 烯效唑标准品，用乙腈溶解并定容至 25 mL，配成 1 000 mg/L 的烯效唑标准储备液，于 4 ℃ 下避光保存。然后将上述标准溶液经空白样品基质稀释后，配成 1、0.5、0.1、0.05、0.01 和 0.005 mg/L 的系列样品基质标准溶液，按 1.4 节的条件测定。以进样质量浓度为横坐标，以定量离子对的提取离子色谱峰面

积为纵坐标，绘制标准曲线。

2 结果与分析

2.1 标准曲线和方法灵敏度

外标法定量分析结果表明：在 0.005~1 mg/L 范围内，烯效唑在不同基质中的线性方程见表 1，相关系数均大于 0.999。检出限 (LOD) 为 0.01 ng。

表 1 不同基质中 HPLC-MS/MS 测定烯效唑残留的线性方程、相关系数

Table 1 Linear regression equations and correlation coefficients of uniconazole by HPLC-MS/MS determination in different samples

样品 Sample	回归方程 Regression equations	相关系数 <i>r</i>
棉花叶片 <i>Gossypium</i> spp. leaves	$y = 24\,008\,705x - 218\,834$	1
棉籽 <i>Gossypium</i> spp. seeds	$y = 19\,496\,089x - 203\,713$	0.999 1
土壤 Soil	$y = 27\,752\,520x + 448\,013$	0.999 1

2.2 方法的准确度和精密度

分别在棉花叶片、棉籽和土壤的空白样品中添加不同浓度的烯效唑标准溶液，摇匀，放置 2 h 后按 1.3 节的方法进行处理，测得本方法的添加回收率见表 2。在添加水平 0.010、0.10、1.0 和 40 mg/kg 下，烯效唑在棉花叶片中的平均回收率为 74%~90%，相对标准偏差 (RSD) 为 1.2%~10% (*n* = 5)；在添加水平 0.010、0.10 和 1.0 mg/kg 下，烯效唑在棉籽中平均回收率为 81%~101%，RSD 为 1.6%~5.0% (*n* = 5)；在添加水平 0.010、

表 2 烯效唑在棉花叶片、棉籽及土壤中的添加回收率和相对标准偏差

Table 2 Recoveries and relative standard deviations (RSD) of uniconazole in *Gossypium* spp. leaves, *Gossypium* spp. seeds and soil

样品 Sample	添加水平 Spiked level/(mg/kg)	平均回收率 Average recovery/%	相对标准偏差 RSD/%
棉花叶片 <i>Gossypium</i> spp. leaves	0.010	90	10
	0.10	82	1.2
	1.0	74	6.3
	40	87	8.2
棉籽 <i>Gossypium</i> spp. seeds	0.010	81	3.7
	0.10	101	1.6
	1.0	98	5.0
土壤 Soil	0.010	84	5.4
	0.10	85	8.0
	1.0	87	6.2
	10	85	4.5

0.10、1.0 和 10 mg/kg 下, 烯效唑在土壤中的平均回收率为 84%~87%, RSD 为 4.5%~8.0% ($n = 5$)。方法的准确度和精密度均符合农药残留分析要求^[13]。

由最低添加水平得到烯效唑在棉花叶片、棉籽和土壤样品中的定量限 (LOQ) 均为 0.01 mg/kg。典型色谱图如图 1 所示。

2.3 消解动态试验

结果表明 (表 3 和表 4): 在河南和江苏 2014—2015 年两年的田间试验中, 烯效唑在棉花叶片和土壤中的残留量与施药后间隔时间呈指数关系,

其消解动态符合一级反应动力学方程。

2.4 最终残留试验

最终残留量结果 (表 5) 表明: 烯效唑在棉籽中的最终残留量均 < 0.01 mg/kg; 在土壤中的最终残留量在 < 0.01~0.022 mg/kg 之间。

3 结论与讨论

本研究建立了烯效唑在棉花叶片、棉籽和土壤中残留的分析方法, 样品用乙腈-水提取, 经 Cleanert NH₂ 固相萃取柱净化, 电喷雾正离子多反

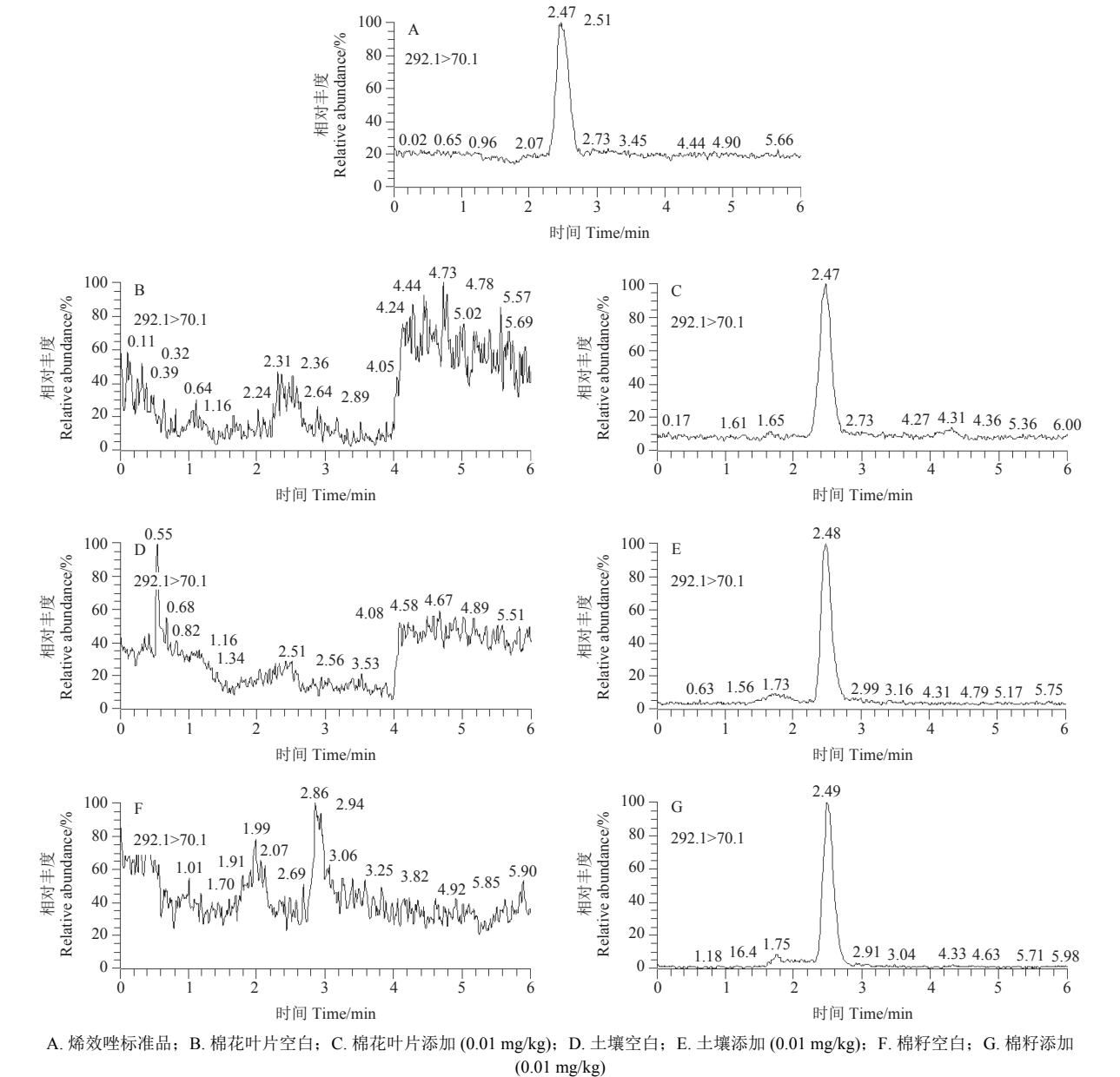


图 1 烯效唑标准品和样品色谱图

Fig. 1 Chromatogram of uniconazole standard and different samples

表 3 烯效唑在棉花叶片中的消解动态

Table 3 Dissipation dynamics of uniconazole in *Gossypium* spp. leaves

采样时间 Sampling time/d	2014				2015			
	河南 Henan		江苏 Jiangsu		河南 Henan		江苏 Jiangsu	
	残留量 Residues/ (mg/kg)	消解率 Dissipation rate/%	残留量 Residues/ (mg/kg)	消解率 Dissipation rate/%	残留量 Residues/ (mg/kg)	消解率 Dissipation rate/%	残留量 Residues/ (mg/kg)	消解率 Dissipation rate/%
0	11	/	37	/	0.73	/	25	/
1	5.5	50.0	4.6	87.6	0.26	64.4	7.8	68.8
2	3.0	72.7	3.3	91.1	0.12	83.6	1.6	93.6
3	1.4	87.3	1.9	94.9	0.16	78.1	2.8	88.8
5	1.1	90.0	1.5	95.9	0.16	78.1	1.2	95.2
7	0.67	93.9	0.64	98.3	0.056	92.3	1.6	93.6
10	0.62	94.4	0.73	98.0	0.036	95.1	0.77	96.9
14	0.080	99.3	0.53	98.6	<0.01	/	0.52	97.9
21	0.33	97.0	0.13	99.6	0.013	98.2	0.30	98.8
28	0.12	98.9	0.18	99.5	<0.01	/	0.18	99.3
消解方程 Dissipation equation	$c_t = 3.302\ 6e^{-0.142\ 3t}$		$c_t = 4.966\ 5e^{-0.151\ 6t}$		$c_t = 0.291\ 7e^{-0.166\ 1t}$		$c_t = 5.009\ 5e^{-0.137\ 6t}$	
R^2	0.706 4		0.727 7		0.835 8		0.750 2	
$t_{1/2}$ /d	4.9		4.6		4.2		5.0	

表 4 烯效唑在土壤中的消解动态

Table 4 Dissipation dynamics of uniconazole in soil

采样时间 Sampling time/d	2014				2015			
	河南 Henan		江苏 Jiangsu		河南 Henan		江苏 Jiangsu	
	残留量 Residues/ (mg/kg)	消解率 Dissipation rate/%	残留量 Residues/ (mg/kg)	消解率 Dissipation rate/%	残留量 Residues/ (mg/kg)	消解率 Dissipation rate/%	残留量 Residues/ (mg/kg)	消解率 Dissipation rate/%
0	5.9	/	0.077	/	1.7	/	8.0	/
1	2.2	62.7	0.024	68.8	1.2	29.4	4.1	48.7
3	2.8	52.5	0.019	75.3	0.69	59.4	6.5	18.7
5	2.4	59.3	0.023	70.1	0.37	78.2	3.0	62.5
7	1.7	71.2	0.026	66.2	0.58	65.9	4.8	40.0
14	1.5	74.6	0.025	67.5	0.45	73.5	2.4	70.0
21	1.5	74.6	0.014	81.8	0.27	84.1	3.2	60.0
28	1.1	81.4	0.014	81.8	0.28	83.5	1.1	86.2
35	0.73	87.6	<0.01	/	0.32	81.2	2.1	73.7
45	0.40	93.2	<0.01	/	0.12	92.9	0.69	91.4
消解方程 Dissipation equation	$c_t = 3.206\ 9e^{-0.043\ 9t}$		$c_t = 0.033\ 7e^{-0.035\ 2t}$		$c_t = 0.898e^{-0.042\ 5t}$		$c_t = 5.665\ 5e^{-0.042\ 8t}$	
R^2	0.862 9		0.448 6		0.751 3		0.784 7	
$t_{1/2}$ /d	15.8		19.7		16.3		16.2	

应监测模式 HPLC-MS/MS 检测，外标法定量。烯效唑的检出限 (LOD) 为 0.01 ng，在棉花叶片、棉籽和土壤中的定量限 (LOQ) 均为 0.01 mg/kg；平均添加回收率在 74%~101% 之间，RSD 在 1.2%~10% ($n = 5$) 之间。该方法前处理简单，灵敏

度、准确度和精密度均符合农药残留分析要求。

2014—2015 两年河南和江苏两地的消解动态结果发现，烯效唑在棉花叶片和土壤中消解半衰期分别为 4.2~5.0 d、15.8~19.7 d。表明该农药在棉叶上比在土壤中降解快，这可能与棉花叶片生

表 5 烯效唑在棉籽和土壤样品中的最终残留量

Table 5 The terminal residues of uniconazole in *Gossypium* spp. seeds and soil

年份 Year	施药时期 Application time	施药剂量 (有效成分) Dose, a.i./(mg/kg)	施药次数 Times	最终残留量 Residues/(mg/kg)			
				河南 Henan		江苏 Jiangsu	
				棉籽 <i>Gossypium</i> spp. seeds	土壤 Soil	棉籽 <i>Gossypium</i> spp. seeds	土壤 Soil
2014	初花期	15	1	<0.01	0.017	<0.01	<0.01
	Early flowering stage						
	打顶后	60	1				
	After topping						
	初花期	22.5	1	<0.01	0.022	<0.01	<0.01
2015	Early flowering stage						
	打顶后	90	1				
	After topping						
	初花期	15	1	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
	Early flowering stage						
	打顶后	60	1				
	After topping						
	初花期	22.5	1	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
	Early flowering stage						
	打顶后	90	1				
	After topping						

长对农药的稀释作用有关。据报道，除了光照、温度、pH 值和水分等物理和化学因素外，植物生长稀释因子也是农药在植株中消解较快的重要原因之一^[14]。由于残留量是棉花叶片单位质量中农药的含量，施药后，不同时期采集植物样品，植物一直在生长，单个棉花叶片的质量在增加，因此，残留量在减少^[15]。在棉叶和土壤的消解动态数据中，两年两地棉花叶片和土壤中烯效唑的原始沉积量存在一定差异，这可能跟施药时植株大小不一样、施药器械不同及采样方法等因素有关。

两年两地的最终残留试验中，仅 2014 年河南试验点土壤中检测到烯效唑的残留量为 0.017 mg/kg 和 0.022 mg/kg，而棉籽中烯效唑的最终残留量均 < 0.01 mg/kg。原因可能是：1) 虽然该农药在土壤中的降解相对较慢，但最终残留试验所施农药量有效成分含量较低，3% 烯效唑·芸苔素内酯悬浮剂中，烯效唑的质量分数仅为 2.997%，故土壤中烯效唑的最终残留量也较低；2) 该农药初期施用于植株上时还没有形成棉籽，后期施药时棉籽被棉铃和棉绒包裹，仅有微量残留在棉花植株和土壤中的农药传导到棉籽中^[16]，故棉籽中烯效唑的最终残留量最低。

3% 烯效唑·芸苔素内酯悬浮剂以推荐高剂量和推荐高剂量的 1.5 倍在初花期和打顶期各施药 1 次，于收获期采样，棉籽中烯效唑的最终残留量 (均 < 0.01 mg/kg) 远低于日本规定的在甘蓝、卷心菜、洋葱、茼蒿、草莓和鳄梨中烯效唑的 MRL 值

(0.05~0.5 mg/kg)^[4]。因此可认为，3% 烯效唑·芸苔素内酯悬浮剂，用于调节棉花生长、增产，用药量初花期为有效成分 7.5~15 mg/kg，打顶后为有效成分 43~60 mg/kg，最多施药 2 次，于棉花收获期是安全的。

参考文献(Reference):

[1] 张良, 王泉振, 王宁, 等. 直接竞争酶联免疫吸附-高效液相色谱法测定烯效唑[J]. 分析化学, 2012, 40(11): 1730-1734.
ZHANG L, WANG Q Z, WANG N, et al. Determination of uniconazole residue in apple by direct competitive enzyme-linked immunosorbent assay and high performance liquid chromatography[J]. Chin J Anal Chem, 2012, 40(11): 1730-1734.

[2] 李煜昶, 成俊然, 郑健男. 新植物生长调节剂烯效唑的研究[J]. 农药, 1993, 32(6): 11-12.
LI Y C, CHENG J R, ZHENG J Y. Research on the plant growth regulator of uniconazole[J]. Pesticides, 1993, 32(6): 11-12.

[3] 潘瑞炽. 重视植物生长调节剂的残毒问题[J]. 生物学通报, 2002, 37(4): 4-7.
PAN R C. Pay great attention to the problem of residual toxin of plant growth regulators[J]. Bull Biol, 2002, 37(4): 4-7.

[4] The Japan Food Chemical Research Foundation. Table of MRLs for agricultural chemicals[DB/OL]. [2015-06-29]. http://www.m5.ws001.squarestart.ne.jp/foundation/agrdtl.php?a_inq=29400.

[5] 廖强, 杨文钰, 陈兴福, 等. 泽泻块茎中烯效唑残留的测定[J]. 农药, 2008, 47(4): 284-285.
LIAO Q, YANG W Y, CHEN X F, et al. Mensuration of uniconazol remant in *Alisma orientalis* (Sam.) Juzep[J]. Agrochemicals, 2008, 47(4): 284-285.

[6] 张敏, 闫超杰, 付海滨, 等. 固相萃取净化-高效液相色谱测定水果中赤霉素、多效唑、烯效唑残留量[J]. 食品与发酵工业, 2014, 40(2): 192-195.

ZHANG M, YAN C J, FU H B, et al. Determination of gibberellin, paclobutrazol and uniconazole residues in fruits by SPE-HPLC[J]. Food Ferment Ind, 2014, 40(2): 192-195.

[7] ZHANG F Z, FAN S F, GU K J, et al. Uniconazole residue and decline in wheat and soil under field application[J]. Bull Environ Contam Toxicol, 2013, 90(4): 499-503.

[8] 于红, 鹿毅, 王静静, 等. HPLC-MS/MS法测定水果中残留的多效唑和烯效唑[J]. 新疆农业科学, 2011, 48(1): 187-193.

YU H, LU Y, WANG J J, et al. Determination of paclobutrazol and uniconazole in fruit by HPLC-MS/MS[J]. Xinjiang Agric Sci, 2011, 48(1): 187-193.

[9] 王静静, 鹿毅, 杨涛, 等. HPLC-MS/MS法同时测定果蔬中6种植物生长抑制剂残留[J]. 分析测试学报, 2011, 30(2): 128-134.

WANG J J, LU Y, YANG T, et al. Determination of 6 plant growth retardants in fruits and vegetables by HPLC-MS/MS[J]. J Instrum Anal, 2011, 30(2): 128-134.

[10] 张慧, 吴颖, 路勇, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定苹果中的赤霉素、脱落酸、甲萘威、多效唑和烯效唑的残留量[J]. 食品工业科技, 2010, 31(10): 383-385.

ZHANG H, WU Y, LU Y, et al. Determination of gibberellin, abscisic acid, carbaryl, paclobutrazol and uniconazole in apples by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Sci Technol Food Ind, 2010, 31(10): 383-385.

[11] 徐国锋, 聂继云, 李静, 等. GC/ECD测定葡萄中多效唑和烯效唑的残留[J]. 农药, 2014, 53(10): 736-738.

XU G F, NIE J Y, LI J, et al. Simultaneous determination of paclobutrazol and uniconazole residues in grape by GC/ECD[J]. Agrochemicals, 2014, 53(10): 736-738.

[12] 农业部农药检定所. 农药登记残留田间试验施药标准操作规程[M]. 北京: 中国标准出版社, 2007.

Institute for the Control of Agrochemicals. Standard operating procedures on pesticide registration residue field trials[M]. Beijing: China Standards Press, 2007.

[13] 农药残留试验准则: NY/T 788—2004[S]. 北京: 中国农业出版社, 2004.

Guideline on pesticide residue trials: NY/T 788—2004[S]. Beijing: China Agriculture Press, 2004.

[14] TEWARY D K, KUMAR V, RAVINDRANATH S D, et al. Dissipation behavior of bifenthrin residues in tea and its brew[J]. Food Control, 2005, 16(3): 231-237.

[15] LIANG H W, QIU J, LI L, et al. Stereoselective dissipation of epoxiconazole in grape (*Vitis vinifera* cv. Kyoho) and soil under field conditions[J]. Chemosphere, 2012, 87(8): 982-987.

[16] 吴绪金, 汪红, 张军锋, 等. 棉花植株和棉田土壤中氟节胺消解动态分析及残留量膳食摄入评估[J]. 棉花学报, 2015, 27(1): 39-45.

WU X J, WANG H, ZHANG J F, et al. Dissipation analysis of flumetralin in cotton plants and soil under field conditions and risk assessment for dietary residue intake[J]. Cotton Sci, 2015, 27(1): 39-45.

(责任编辑: 曲来娥)