

萝卜中戊唑醇的残留状况及膳食风险评估

王全胜, 付岩, 凌淑萍, 张亮, 吴银良*

(宁波市农产品质量检测中心, 宁波 315040)

摘要: **目的** 探究戊唑醇在萝卜中的残留状况并评估其膳食风险。**方法** 样品中残留的戊唑醇采用乙腈提取后, 经 N-丙基乙二胺和无水硫酸镁净化, 超高效液相色谱-串联质谱法检测, 基质匹配外标法定量。**结果** 在 0.0005~0.5000 mg/L 浓度范围内线性关系良好, 戊唑醇在萝卜根茎和萝卜叶上的线性方程分别为 $Y=1727069X+21681$ 和 $Y=524606X+3142$, 相关系数(r)大于 0.99; 戊唑醇在萝卜根茎和萝卜叶中添加浓度分别为 0.010~1.000 mg/kg 和 0.010~10.000 mg/kg 时, 平均回收率分别为 76%~96%和 93%~109%, 最大相对标准偏差为 9.9%, 方法定量限(limits of quantification, LOQs)均为 0.010 mg/kg; 在以 1.5 倍推荐剂量施药后, 戊唑醇在浙江、广西萝卜叶上的平均初始残留量分别为 4.6、7.1 mg/kg, 半衰期分别为 6.1、4.6 d; 以推荐剂量施药后, 间隔 7、14、21 d 采集的萝卜根茎和萝卜叶中戊唑醇的残留量分别为 <0.01~0.59 mg/kg 和 0.14~6.25 mg/kg, 推荐安全间隔期(14 d)的戊唑醇国家估算每日摄入量(national estimated daily intake, NEDI)为 0.51 mg, 风险概率(risk probability, RQ)为 27.0%。**结论** 虽然戊唑醇在萝卜叶上初始残留量较高但消解迅速, 萝卜根茎及萝卜叶上的最终残留量均未超过我国已制定的最大残留限量, 对一般人群产生的膳食风险可接受。

关键词: 萝卜; 戊唑醇; 超高效液相色谱-串联质谱法; 残留; 膳食风险

Residue status and dietary risk assessment of tebuconazole in radish

WANG Quan-Sheng, FU Yan, LING Shu-Ping, ZHANG Liang, WU Yin-Liang*

(Ningbo Agricultural Products Quality Dectect Center, Ningbo 315040, China)

ABSTRACT: Objective To explore the residue status of tebuconazole in radish and evaluate its dietary risk. **Methods** The residual tebuconazole in the sample was extracted with acetonitrile, purified with N-propyl ethylenediamine and anhydrous magnesium sulfate, detected by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, and quantified by matrix matching external standard method. **Results** The linear relationships were good in the concentration range of 0.0005–0.5000 mg/L, the linear equations of tebuconazole on radish roots and radish leaves were $Y=1727069X+21681$ and $Y=524606X+3142$, respectively, and the correlation coefficients (r) were greater than 0.99; when the additive concentrations of tebuconazole in radish roots and radish leaves were 0.010–1.000 mg/kg and 0.010–10.000 mg/kg, respectively, the average recoveries were 76%–96% and 93%–109%, the maximum relative standard deviation was 9.9%, and the limits of quantification (LOQs) of method were 0.010 mg/kg; after 1.5 times the recommended dose, the average initial residues of tebuconazole on radish leaves in Zhejiang and Guangxi were 4.6 and 7.1 mg/kg, respectively, and the half-life was 6.1 and 4.6 days, respectively; after applying the recommended dose,

基金项目: 宁波市农产品质量安全创新工程项目(2019CXGC006)

Fund: Supported by the Ningbo Agricultural Product Quality and Safety Innovation Project (2019CXGC006)

*通信作者: 吴银良, 博士, 教授级高级工程师, 主要研究方向为农产品质量安全。E-mail: wupaddyfield@sina.com

*Corresponding author: WU Yin-Liang, Ph.D, Professor, Ningbo Agricultural Products Quality Dectect Center, No.19, Dehou Road, Yinzhou District, Ningbo 315040, China. E-mail: wupaddyfield@sina.com

the residues of tebuconazole in radish roots and radish leaves collected at intervals of 7, 14 and 21 days were <0.01 – 0.59 mg/kg and 0.14 – 6.25 mg/kg, respectively, the national estimated daily intake (NEDI) of tebuconazole in the recommended safety interval (14 days) was 0.51 mg, and the risk probability (RQ) was 27.0% . **Conclusion** Although the initial residue of tebuconazole on radish leaves is high, it is digested rapidly. The final residues on radish roots and radish leaves do not exceed the maximum residue limit established in China, and the dietary risk to the general population is acceptable.

KEY WORDS: radish; tebuconazole; ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; residue; dietary risk

0 引言

戊唑醇(tebuconazole, 图 1)属于三唑类高效内吸性杀菌剂, 是甾醇脱甲基抑制剂, 可抑制病菌细胞膜上麦角甾醇的去甲基化, 进而抑制病菌细胞膜的形成, 使之死亡。戊唑醇使用非常广泛, 目前已登记于草莓、花生、黄瓜等 40 余种作物, 登记的产品也有近 800 个^[1]。我国对戊唑醇使用产生的残留风险监控也极为重视, 根据 GB 2763—2021《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》, 目前已制定了戊唑醇在各类农作物上的最大残留限量(maximum residue limit, MRL)逾 70 项, 其中规定了戊唑醇在萝卜和萝卜叶上的最大残留限量值分别为 1 和 10 mg/kg。

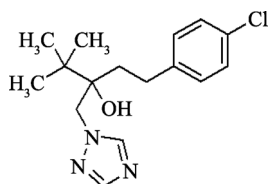


图 1 戊唑醇化学结构式

Fig.1 Chemical structure of tebuconazole

目前, 对于戊唑醇的研究涉及到药效、毒理、残留等领域。戊唑醇的残留分析方法有免疫层析法^[2-3]、液相色谱法^[4-6]、气相色谱法(gas chromatography, GC)^[7-9]、气相色谱-质谱法^[10-11]、超高效液相色谱-串联质谱法等^[12-17]。基于上述分析方法对戊唑醇在农作物上的残留消解状况也有了一定的研究^[18-19], 如朱宇珂等^[20]采用 GC 研究了戊唑醇在番茄上的残留风险, 表明戊唑醇在番茄上的半衰期为 8.2~12 d, 采收间隔 3、5、7、14 d 的最终残留量为 <0.02 ~ 0.33 mg/kg, 膳食暴露风险可接受; 齐艳丽等^[21]采用超高效液相色谱-串联质谱法研究了戊唑醇在玉米上的残留风险, 表明采收间隔 21、28 d 时戊唑醇在玉米上的最终残留量为小于 0.01 mg/kg; 梁亚杰等^[22]采用高效液相色谱-串联质谱法研究了苹果中戊唑醇的残留风险, 发现戊唑醇在苹果中的半衰期为 9.4~21.7 d, 采收间隔 28、35 d 时戊唑醇在苹果上的最终残留量为 0.010 ~ 0.191 mg/kg, 膳食暴露风险可接受; 而罗雪婷等^[23]采

用气相色谱-质谱法也研究了戊唑醇在苹果上的残留消解规律, 结果表明戊唑醇在苹果上的半衰期为 13.9 d。但目前尚未有戊唑醇在萝卜上的残留风险研究。萝卜作为根类蔬菜, 有着与上述作物较为不同的生长模式, 其叶片大而分散易附着大量药液, 根部半暴露于施药环境下且因其膨大速度较快可能更易吸收叶片传导的内吸性农药, 而且萝卜及萝卜叶均可食用。因此戊唑醇在萝卜上的残留风险可能会有所不同, 故有必要对其残留风险进行研究。

本研究采用超高效液相色谱-串联质谱法对萝卜及萝卜叶上的戊唑醇残留进行分析, 同时在全国 6 地开展了田间残留试验, 对戊唑醇在萝卜中的残留状况进行了研究, 并对其膳食风险进行了评估, 以期对戊唑醇在萝卜上的安全使用提供一定的指导。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

浙江、广西、山东、四川、黑龙江、湖南 6 地萝卜品种分别为 22 号早萝卜、本地白萝卜、长美、春不老萝卜、韩春雪和大丰长白。

戊唑醇标准物质(纯度 99.5%, 德国 Dr. Ehrenstorfer GmbH 公司); 430 g/L 戊唑醇悬浮剂(德国拜耳股份公司); 甲酸(色谱纯, 美国 ACS 公司); 乙腈(色谱纯, 德国 Merck 公司); 无水硫酸镁、氯化钠(分析纯, 国药集团化学试剂有限公司); N-丙基乙二胺(primary secondary amine, PSA)填料(40 ~ 63 μm , 上海安谱试验科技股份有限公司); 0.22 μm 滤膜(北京迪马科技有限公司)。

1.2 仪器与设备

Waters Xevo TQ-S 超高效液相色谱-串联质谱仪、Waters Acquity UPLC BEH C₁₈ 色谱柱(2.1 mm \times 100 mm, 1.7 μm)(美国 Waters 公司); GENIUS3 旋涡混合器、KS4000ic 恒温振荡器(德国 IKA 公司); 3K15 高速离心机(德国 Sigma 公司); XPE205 十万分之一电子天平(瑞士 Mettler Toledo 公司)。

1.3 试验方法

1.3.1 田间试验

试验于 2018 年分别在浙江台州、广西玉林、山东烟

台、四川彭州、黑龙江哈尔滨、湖南长沙 6 地进行。

残留消解试验: 当萝卜长至约半大的时候以 1.5 倍推荐剂量, 即有效成分 174 g/ha (27 g 制剂/亩), 均匀施药 1 次。距施药后间隔 2 h、1、3、5、7、10、14 和 21 d 采样。

最终残留量试验: 以推荐剂量和次数均匀施药, 即施药剂量为有效成分 116 g/ha (18 g 制剂/亩), 施药 2 次, 施药间隔为 7 d。距最后 1 次施药后间隔 7、14 和 21 d 采样。

各处理分别设置 3 个重复试验小区, 另设置空白对照小区, 每个小区面积均为 30 m²。小区间设置隔离带。

在各小区内随机采集样品, 选择 12 个点采集至少 1 kg 生长正常的萝卜根茎和萝卜叶, 其中消解动态试验仅采集萝卜叶。对采集的萝卜根茎和萝卜叶匀浆混匀后, 四分法分取 150 g 样品用于检测。

1.3.2 样品前处理

称取样品 5 g(精确至 0.01 g), 置于 50 mL 离心管中, 再准确加入 20.0 mL 乙腈, 以 350 r/min 的转速振荡提取 30 min 后, 加入 5 g 氯化钠剧烈振荡 1 min, 再以 9500 r/min 离心 3 min 后吸取 2 mL 上清液置于装有 150 mg PSA 和 300 mg 无水硫酸镁的离心管中, 涡漩 1 min 后以 9500 r/min 离心 3 min, 吸取 0.4 mL 上清液与 0.6 mL 0.1% 甲酸溶液混合均匀, 过 0.22 μm 滤膜后检测。

1.3.3 仪器条件

色谱条件: 流动相为纯水(A)和乙腈(B), 流速为 0.30 mL/min, 采用梯度洗脱方法: 0~0.5 min 40% B, 0.5~3.5 min 80% B, 3.5~5.0 min 40% B。进样体积为 10.0 μL; 色谱柱柱温为 35 °C。

质谱条件: 采用电喷雾正离子源扫描, 多重反应监测模式进行检测(表 1), 毛细管电压为 2.5 kV, 雾化气流速为 550 L/h, 锥孔气流速为 50 L/h, 离子源温度为 150 °C, 雾化气温度为 500 °C;

1.3.4 膳食摄入风险评估

基于卫生部 2002 年发布的《中国不同人群消费膳食分组食谱》, 结合规范残留试验中值(若无合适的残留中值, 可以相应 MRL 代替), 分别计算戊唑醇的国家估算每日摄入量(national estimated daily intake, NEDI)和风险概率(risk probability, RQ)^[24-25], 具体计算公式见式(1)、(2), 当风险概率小于 100% 时表明对一般人群产生的膳食风险可接受。

$$NEDI = \sum(STMR_i \times F_i) \quad (1)$$

$$RQ/\% = \frac{NEDI}{ADI \times bw} \times 100\% \quad (2)$$

式中, NEDI 表示戊唑醇的国家估算每日摄入量, mg; STMR_i (supervised trials median residue)为戊唑醇的规范残留试验中值, mg/kg; F_i (food intake)为一般人群的食品消费量, kg; RQ (risk quotient)为风险概率, %; ADI (acceptable daily intake)为农药每日允许摄入量, mg/kg·bw; bw 为体重, kg。

1.3.5 数据处理

使用 Origin 9.0 进行数据处理。采用指数回归方程求戊唑醇在萝卜叶中的消解半衰期, 详见式(3)、(4)。

$$C_t = C_0 \times e^{-kt} \quad (3)$$

$$T_{1/2} = \frac{\ln 2}{k} \quad (4)$$

式中: C₀ 指萝卜叶中戊唑醇的初始浓度, mg/kg; C_t 指 t 时萝卜叶中戊唑醇的残留浓度, mg/kg; k 指降解速率常数; t 指采样时间, d; T_{1/2} 指降解半衰期, d。

2 结果与分析

2.1 方法线性范围

因戊唑醇在萝卜根茎及萝卜叶中的基质效应(matrix effect, ME, 基质标准曲线的斜率与纯溶剂标准溶液曲线斜率之比)分别为 0.25 和 0.82, ME<0.9 表明存在较明显的基质效应^[26], 故采用基质匹配外标法定量。分别配制质量浓度为 0.0005、0.0010、0.0050、0.0100、0.1000 和 0.5000 mg/L 的基质标准工作液, 进样检测。结果表明: 在 0.0005~0.5000 mg/L 范围内, 萝卜根茎及萝卜叶基质标准工作液的质量浓度与响应值间呈良好的线性关系, 线性方程分别为 Y=1727069X+21681 和 Y=524606X+3142, 相关系数(r)分别为 0.9963、0.9984。

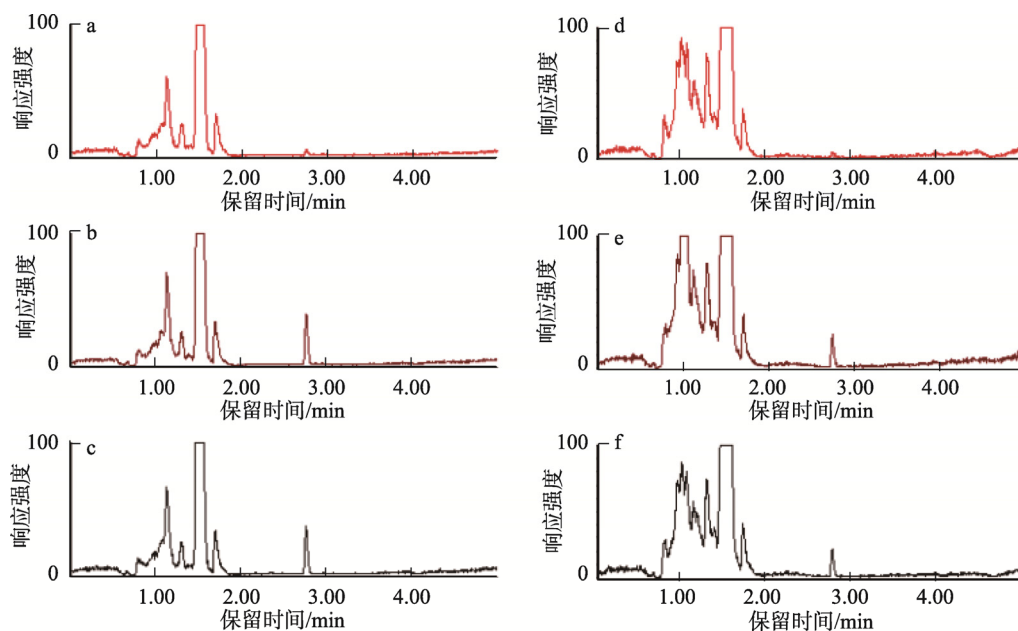
2.2 方法的准确度与精密度

分别向萝卜根茎及萝卜叶空白样品中添加戊唑醇标准溶液, 根茎中添加浓度为 0.010、0.100、1.000 mg/kg, 叶中为 0.010、0.100、10.000 mg/kg, 每个添加水平重复 5 次。结果表明, 在上述添加浓度下, 戊唑醇在萝卜根茎和萝卜叶中的平均回收率分别为 76%~96%和 93%~109%, 相对标准偏差最大为 9.9%, 方法定量限均为 0.010 mg/kg, 满足 NY/T 788—2018《农药残留试验准则》中的分析要求。谱图如图 2 所示。

表 1 多重反应监测条件
Table 1 Conditions of multiple reaction monitoring

化合物	母离子(m/z)	子离子(m/z)	驻留时间/s	锥孔电压/V	碰撞电压/eV
戊唑醇	308.19	151.05*	0.100	28	36
		165.04	0.100	28	36

注: *为定量离子。



注: a、d: 萝卜根茎、叶空白; b、e: 萝卜根茎、叶 0.001 mg/L 基质标准溶液; c、f: 萝卜根茎、叶 0.010 mg/kg 添加。

图 2 戊唑醇在萝卜根茎及萝卜叶中的添加回收试验定量离子谱图

Fig.2 Quantitative ion chromatograms of recovery test of adding tebuconazole in radish roots and leaves

2.3 戊唑醇在萝卜叶上的残留消解状况

进行了戊唑醇在浙江、广西两地萝卜叶上的残留消解试验, 结果表明(图 3): 1.5 倍施药后戊唑醇在浙江、广西两地萝卜叶上的平均初始残留量分别为 4.6、7.1 mg/kg, 两地存在一定差异, 除不同的施药器械及施药操作导致以外, 两地萝卜品种、生长状态(如叶片茂盛程度)的差异也可能会导致药液在叶片上的附着量不同。虽然两地初始残留量相对较高, 但消解迅速, 14 d 后的降解率均达到了 90%, 戊唑醇在两地萝卜叶上的半衰期分别为 6.1、4.6 d(表 2)。戊唑醇水解、光解均很稳定^[27], 但内吸性强, 因此可能会部分吸收至块状根部。此外, 残留消解试验期间, 两地均降雨频繁, 这大大加快了戊唑醇的消解过程。

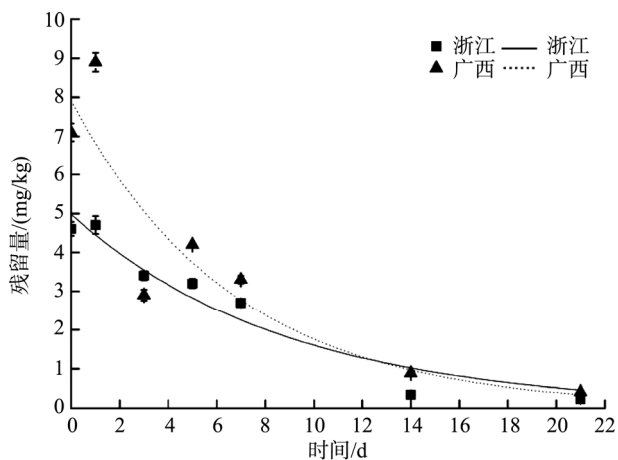


图 3 戊唑醇在萝卜叶中的消解曲线(n=3)

Fig.3 Dissipation curves of tebuconazole in radish leaves (n=3)

表 2 戊唑醇在萝卜叶中的消解动态

Table 2 Dissipation dynamics of tebuconazole in radish leaves

试验地点	消解方程	相关系数(r)	半衰期/d
浙江	$C_t=4.9787e^{-0.1133t}$	0.9458	6.1
广西	$C_t=7.9202e^{-0.1501t}$	0.8250	4.6

2.4 戊唑醇在萝卜上的最终残留状况

进行了戊唑醇在浙江、广西、山东、四川、黑龙江、湖南 6 地萝卜上的最终残留试验, 结果表明(图 4): 以有效成分 116 g/ha (18 g 制剂/亩)剂量施药, 施药 2 次, 施药间隔为 7 d 时, 距末次施药 7、14、21 d 采集的萝卜根茎和萝卜叶中戊唑醇的残留量分别为 <0.01~0.59、0.14~6.25 mg/kg, 戊唑醇在萝卜根茎上的最大残留值(highest residue, HR)分别为 0.59、0.23 和 0.11 mg/kg, STMR 分别为 0.036、0.028 和 0.016 mg/kg; 戊唑醇在萝卜叶上的 HR 分别为 6.2、3.8 和 1.5 mg/kg, STMR 分别为 1.50、0.87 和 0.68 mg/kg。由于施药方式为茎叶喷雾, 因此叶上的残留量明显高于根部。但因为戊唑醇可经由叶片吸收传导至根部, 同时存在施药时药液附着于萝卜地上暴露部分或滴落土中再吸收入根部的可能, 因此萝卜根也有一定的检出, 但检出量相对较低。随着采样间隔时间的延长, 萝卜叶中戊唑醇残留整体呈下降趋势, 但因萝卜根中戊唑醇吸收与降解同时存在, 因此部分地区萝卜根中残留量随时间略有起伏。

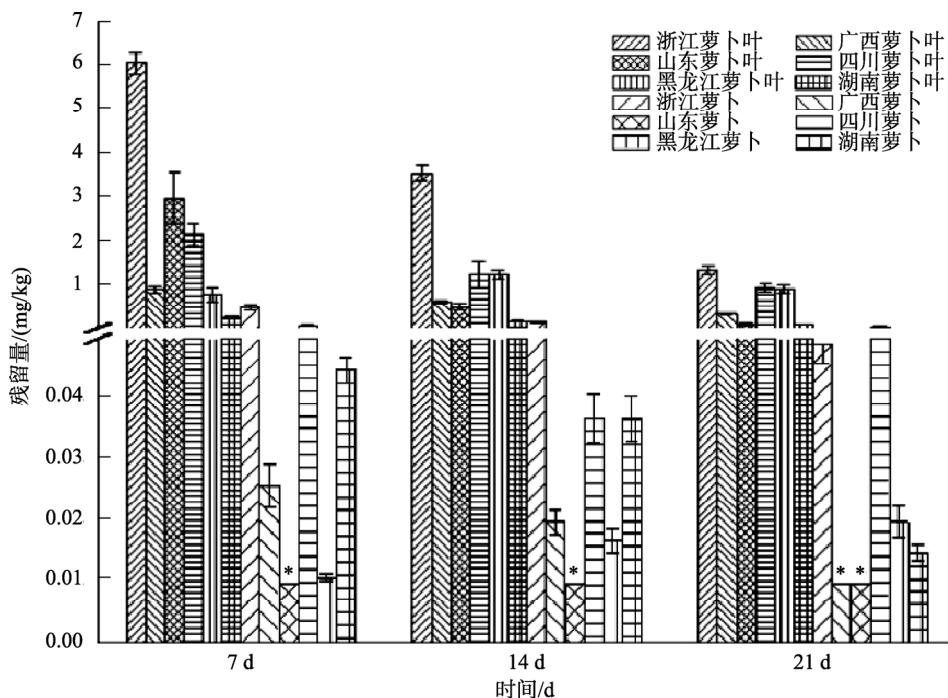
6 地中浙江残留量整体高于其他几地, 在萝卜叶中残

留量为 1.4~6.1 mg/kg, 在萝卜根茎中为 0.049~0.550 mg/kg。作为一种半耐寒作物, 过高的环境温度不利于萝卜的生长, 而对比 6 地气候条件发现, 其他几地试验期间温度为 0~26 °C, 而浙江温度为 26~36 °C, 这使得浙江点萝卜生长缓慢, 生长稀释效果减弱, 这可能是该地残留量较高的原因之一。当然, 田间试验的影响因素远远不止这一点, 具体尚需进一步试验验证。

2.5 戊唑醇膳食风险评估

我国制定的戊唑醇在萝卜和萝卜叶上的 MRL 值分别为 1 和 10 mg/kg, 最终残留试验采集的样品均未超过残

留限量, 但出于安全考虑并结合生产实际, 推荐安全间隔期为 14 d。由于萝卜叶可腌制或烹饪食用, 而试验结果显示萝卜叶中戊唑醇残留相对较高, 因此, 为最大程度保障居民健康, 将萝卜叶也列为膳食风险评估对象, 萝卜根茎按浅色蔬菜计, 萝卜叶按深色蔬菜计。戊唑醇的 ADI 为 0.03 mg/kg·bw, 结合戊唑醇已登记作物种类, 以推荐安全间隔期(14 d)的残留中值和相应作物 MRL 值计算 NEDI, 结果表明(表 3), 一般人群戊唑醇的 NEDI 是 0.51 mg, RQ 为 27.0%, 说明对一般人群健康不会产生不可接受的风险。



注: *表示未检出。

图 4 戊唑醇在萝卜根茎及萝卜叶中的最终残留量(n=3)

Fig.4 Final residues of tebuconazole in radish roots and leaves (n=3)

表 3 戊唑醇膳食摄入风险评估

Table 3 Risk assessment of dietary intake of tebuconazole

食物种类	膳食量/kg	STMR/MRL	STMR/MRL 来源	NEDI/mg	ADI/(mg/kg·bw)	RQ/%
米及其制品	0.2399	0.5	中国	0.11995		
面及其制品	0.1385	0.05	中国	0.006925		
其他谷类	0.0233	0.05	中国	0.001165		
薯类	0.0495	0.02	欧盟	0.00099		
干豆类及其制品	0.0160	--	--	--	ADI×63	--
深色蔬菜	0.0915	0.87	残留中值	0.079605		
浅色蔬菜	0.1837	0.028	残留中值	0.005144		
腌菜	0.0103	--	--	--		

表 3(续)

食物种类	膳食量/kg	STMR/MRL	STMR/MRL 来源	NEDI/mg	ADI/(mg/kg·bw)	RQ/%
水果	0.0457	2	中国	0.023764		
坚果	0.0039	0.05	中国	0.000195		
畜禽类	0.0795	--	--	--		
奶及其制品	0.0263	--	--	--		
蛋及其制品	0.0236	--	--	--		
鱼虾类	0.0301	--	--	--		
植物油	0.0327	2	中国	0.0654		
动物油	0.0087	--	--	--		
糖、淀粉	0.0044	--	--	--		
食盐	0.0120	--	--	--		
酱油	0.0090	15	中国	0.135		
合计	1.0286	--	--	0.51	1.89	27.0

注: --表示无登记作物, 无需计算。

3 结论与讨论

本研究采用超高效液相色谱-串联质谱法测定戊唑醇在萝卜上的残留, 样品经乙腈提取, PSA 和无水硫酸镁净化, 方法快速、灵敏, 满足残留分析要求。2018 年在浙江、广西两地萝卜叶上的消解试验表明, 戊唑醇半衰期为 4.6~6.1 d, 消解速度较快。而有研究表明, 戊唑醇在小麦、水稻植株上的半衰期分别为 2.9 d^[28]和 4.29~6.23 d^[18,29]。虽然供试药剂含量、剂型不同, 作物也不同, 但戊唑醇在其直接喷施部位(植株或叶片)上的消解速率较为接近。根据唐光辉等^[30]的研究, 戊唑醇在树干体内传导速度非常快, 因此对于茎叶类农作物, 戊唑醇喷施后可能被快速吸收传导至作物体内, 则戊唑醇的降解更多地依靠作物生长稀释和代谢, 外部气候环境通过影响作物生长状态间接影响戊唑醇的降解。

最终残留试验结果显示, 戊唑醇在萝卜根茎上的残留量明显低于萝卜叶。虽然萝卜叶上的残留量较高, 但尚未超过 MRL 值。而膳食风险评估结果显示戊唑醇的 NEDI 为 0.51 mg, RQ 为 27.0%, 表明对一般人群健康的风险可接受。因此基于上述残留风险评估, 推荐供试药剂在萝卜上规范使用时的采收安全间隔期为 14 d。

参考文献

[1] 中国农药信息网: 登记信息 [EB/OL]. [2021-05-10]. <http://www.chinapesticide.org.cn/hysj/index.jhtml> [2021-09-24].
China Pesticide Information Network: Registration information [EB/OL]. [2021-05-10]. <http://www.chinapesticide.org.cn/hysj/index.jhtml> [2021-09-24].

[2] 许俊丽, 刘贝贝, 王玉龙, 等. 胶体金免疫层析试纸法检测农产品中戊唑醇残留[J]. 分析化学, 2019, 47(11): 1823-1831.
XU JL, LIU BB, WANG YL, *et al.* Lateral flow assay for determination of tebuconazole in agricultural products [J]. *Chin J Anal Chem*, 2019, 47(11):

1823-1831.

[3] TRUONG PL, DUYEN VTC, TOI VV. Rapid detection of tebuconazole based on aptasensor and aggregation of silver nanoparticles [J]. *J Nanomater*, 2021, 2021: 1.

[4] LI PL, SUN PY, DONG XL, *et al.* Residue analysis and kinetics modeling of thiophanate-methyl, carbendazim, tebuconazole and pyraclostrobin in apple tree bark using QuEChERS/HPLC-VWD [J]. *Biomed Chromatogr*, 2020, 34(9): 4851.

[5] 赵成林, 王佛娇, 程小会, 等. 35% 氟吡菌酰胺·戊唑醇悬浮剂的高效液相色谱分析[J]. 现代农药, 2019, 18(6): 25-27.
ZHAO CL, WANG FJ, CHENG XH, *et al.* Analysis of fluopyram+tebuconazole 35% SC by HPLC [J]. *Mod Agrochem*, 2019, 18(6): 25-27.

[6] 赵方方, 林靖凌, 葛会林. 香蕉和土壤中戊唑醇的残留分析[J]. 西南大学学报(自然科学版), 2014, (10): 19-23.
ZHAO FF, LIN JL, GE HL. Analysis of tebuconazole residue in banana and soil [J]. *J Southwest Univ (Nat Sci Ed)*, 2014, (10): 19-23.

[7] 刘传德, 周先学, 王志新, 等. 土壤及苹果中戊唑醇残留的 GC 测定方法[J]. 安徽农业科学, 2009, 37(6): 2351-2352.
LIU CD, ZHOU XX, WANG ZX, *et al.* Determination of tebuconazole residues in soil and apple with GC [J]. *J Anhui Agric Sci*, 2009, 37(6): 2351-2352.

[8] SCHOKNECHT U, DRESCHER P, FISCHER M, *et al.* Suitability of analytical methods to determine tebuconazole, propiconazole and permethrin in aged wood samples [J]. *Eurp J Wood Wood Prod*, 2020, 78(2): 271-279.

[9] 孙明娜, 段劲生, 王梅, 等. 戊唑醇在葡萄和土壤中的残留和消解动态[J]. 农药学报, 2013, 15(1): 73-78.
SUN MN, DUAN JS, WANG M, *et al.* Study on residues and dissipation of tebuconazole in grapes and soil [J]. *Chin J Pest Sci*, 2013, 15(1): 73-78.

[10] 沈荷美, 陈土明. 快速溶剂萃取-气相色谱-质谱法同时测定土壤中三环唑醇、烯唑醇和戊唑醇[J]. 化学分析计量, 2021, 30(5): 61-64.
SHEN HM, CHEN TM. Simultaneous determination of cyproconazole,

- diniconazole and tebuconazole in soil by rapid solvent extraction and gas chromatography-mass spectrometry [J]. *Chem Anal Meterage*, 2021, 30(5): 61–64.
- [11] DUBEY JK, PATYAL SK, KATNA S, *et al.* Persistence and dissipation kinetics of tebuconazole in apple, tomato, chilli and onion crops of Himachal Pradesh, India [J]. *Environ Sci Pollut Res*, 2020, 27(10): 11290–11302.
- [12] SUGANTHI A, RAJESWARI E, SIVAKUMAR V, *et al.* Analysis of tebuconazole residues in coconut water, kernel and leaves using LC-MS/MS [J]. *Food Chem*, 2021, 359: 129920–129920.
- [13] LUO XS, QIN XX, LIU ZY, *et al.* Determination, residue and risk assessment of trifloxystrobin, trifloxystrobin acid and tebuconazole in Chinese rice consumption [J]. *Biomed Chromatogr*, 2020. DOI: 10.1002/bmc.4694
- [14] ABDALLAH OI, ALRASHEED AM, AL-MUNDARIJ AA, *et al.* Levels of residues and dietary risk assessment of the fungicides myclobutanil, penconazole, tebuconazole, and triadimenol in squash [J]. *Biomed Chromatogr*, 2021, 35(8): e5126.
- [15] BISWAS S, BANERJEE T, HARSHANG T, *et al.* Development of a QuEChERS-LCMS/MS method for simultaneous estimation of tebuconazole and chlormequat chloride in wheat crop [J]. *J Environ Sci Health*, 2021, 56(3): 212–221.
- [16] MATADHA NY, MOHAPATRA S, SIDDAMALLSISH L, *et al.* Persistence and dissipation of fluopyram and tebuconazole on bell pepper and soil under different environmental conditions [J]. *Int J Environ Anal Chem*, 2021, 101(14): 2408–2427.
- [17] 魏进, 张盈, 曾雪, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法快速检测核桃中戊唑醇、呋菌酯及呋菌酸残留[J]. *植物保护*, 2021, 47(4): 134–140.
WEI J, ZHANG Y, ZENG X, *et al.* Simultaneous determination of residue of tebuconazole, trifloxystrobin and its metabolite trifloxystrobin acid in walnut by UHPLC-MS/MS [J]. *Plant Prot*, 2021, 47(4): 134–140.
- [18] 郭明程, 郑尊涛, 聂东兴, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定呋菌酯和戊唑醇在稻田中的残留[J]. *农药科学与管理*, 2020, 41(1): 29–33.
GUO MC, ZHENG ZT, NIE DX, *et al.* Determination of trifloxystrobin and tebuconazole residues in rice paddy by UPLC-MS/MS [J]. *Pest Sci Admin*, 2020, 41(1): 29–33.
- [19] 李梦龙, 刘一平, 刘春来, 等. 戊唑醇在水稻田中的残留及消解动态[J]. *农药科学与管理*, 2017, 38(1): 36–42.
LI ML, LIU YP, LIU CL, *et al.* Residues and dissipation dynamics of tebuconazole in rice field [J]. *Pest Sci Admin*, 2017, 38(1): 36–42.
- [20] 朱宇珂, 石凯威, 朱光艳, 等. 啶菌环胺和戊唑醇在番茄和土壤中的残留行为及风险评估[J]. *农药科学与管理*, 2021, 42(4): 37–44.
ZHU YK, SHI KW, ZHU GY, *et al.* Residues and risk assessment of cyprodinil and tebuconazole in tomato and soil [J]. *Pest Sci Admin*, 2021, 42(4): 37–44.
- [21] 齐艳丽, 李晋栋, 高婧, 等. 戊唑醇及吡唑醚菌酯在玉米上的残留行为及风险评估[J]. *农药学报*, 2020, 22(1): 115–121.
QI YL, LI JD, GAO J, *et al.* Residue behavior and dietary risk assessment of tebuconazole and pyraclostrobin in corn [J]. *Chin J Pest Sci*, 2020, 22(1): 115–121.
- [22] 梁亚杰, 李晓梅, 许春琦, 等. 戊唑醇和吡唑醚菌酯在苹果上的残留行为及膳食暴露风险评估[J]. *果树学报*, 2021, 38(5): 771–781.
LIANG YJ, LI XM, XU CQ, *et al.* Residue behavior and dietary exposure risk assessment of tebuconazole and pyraclostrobin in apple [J]. *J Fruit Sci*, 2021, 38(5): 771–781.
- [23] 罗雪婷, 吴迪, 潘洪吉, 等. 戊唑醇在苹果和土壤中的残留及消解规律研究[J]. *安徽农业科学*, 2018, 46(3): 140–144.
LUO XT, WU D, PAN HJ, *et al.* Study on residue and dissolving dynamic of tebuconazole in apple and soil [J]. *J Anhui Agric Sci*, 2018, 46(3): 140–144.
- [24] 中华人民共和国农业农村部. 食品中农药残留风险评估指南[Z]. Ministry of Agriculture and Rural Affairs of the People's Republic of China. Guide for risk assessment of pesticide residues in food [Z].
- [25] 钱永忠, 李耘. 农产品质量安全风险评估[M]. 北京: 中国标准出版社, 2007.
QIAN YZ, LI Y. Risk assessment for quality and safety of agro-foods [M]. Beijing: Standards Press of China, 2007.
- [26] PUCCI V, DI PS, ALFIERI A, *et al.* A novel strategy for reducing phospholipid-based matrix effect in LC-ESI-MS bioanalysis by means of hybrid SPE [J]. *J Pharm Biomed Anal*, 2009, 50(5): 867–871.
- [27] 赵亚洲, 段亚玲, 席陪宇, 等. 戊唑醇与氟环唑在水相中的光解特征[J]. *贵州农业科学*, 2014, (9): 131–133, 136.
ZHAO YZ, DUAN YL, XI PY, *et al.* Photolysis properties of epoxiconazole and tebuconazole in the water [J]. *Guizhou Agric Sci*, 2014, (9): 131–133, 136.
- [28] 董见南, 滕瑶, 廖辉, 等. 18%井冈·戊唑醇悬浮剂在小麦中的残留行为研究[J]. *哈尔滨商业大学学报(自然科学版)*, 2020, 36(1): 3–7.
DONG JN, TENG Y, LIAO H, *et al.* Analysis on residue and risk assessment of validamycin•tebuconazole 18% SC in wheat and plant [J]. *J. Harbin Univ Commer (Nat Sci Ed)*, 2020, 36(1): 3–7.
- [29] 高阳, 徐应明, 秦旭, 等. 戊唑醇和啶菌酯在水稻中的消解动态及累积分配特征[J]. *生态与农村环境学报*, 2014, 30(2): 246–251.
GAO Y, XU YM, QIN X, *et al.* Dissipation, accumulation and distribution of tebuconazole and azoxystrobin in *Oryza sativa* [J]. *J Ecol Rural Environ*, 2014, 30(2): 246–251.
- [30] 唐光辉, 冯超, 冯俊涛, 等. 戊唑醇在花椰体内的残留动态研究[J]. *西北林学院学报*, 2013, 28(5): 124–127.
TANG GH, FENG C, FENG JT, *et al.* Residue dynamics of tebuconazole in Chinese prickly ash tissues [J]. *J Northwest Forest Univ*, 2013, 28(5): 124–127.

(责任编辑: 于梦娇 郑 丽)

作者简介



王全胜, 硕士, 工程师, 主要研究方向为农产品质量安全。

E-mail: wqsh1214@163.com



吴银良, 博士, 教授级高级工程师, 主要研究方向为农产品质量安全。

E-mail: wupaddyfield@sina.com