

矮壮素在荸荠田中的残留及质量安全风险评估

凌淑萍, 付岩, 王全胜, 张亮, 贾惠言, 吴银良*

(宁波市农业科学研究院, 宁波 315040)

摘要: **目的** 明确荸荠中施用矮壮素的作用, 分析矮壮素在荸荠中的残留行为, 评估其膳食暴露风险。 **方法** 开展残留模拟试验, 建立超高效液相色谱-串联质谱法(ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS)分析方法, 分析矮壮素在荸荠与环境中的残留行为, 监测矮壮素对荸荠产量和口感的影响; 对矮壮素残留带来的长期慢性膳食摄入风险进行评估。 **结果** 目标物在一定质量浓度范围内具有良好的线性关系($r^2 \geq 0.9994$), 在0.01、0.10和1.00 mg/kg添加水平下, 平均回收率为70%~96%, 相对标准偏差为0.5%~5.2%。我国一般人群中矮壮素国家估算每日摄入量(national estimated daily intake, NEDI)为7.1491 $\mu\text{g}/(\text{kg} \cdot \text{bw})$, 占日允许摄入量的14.3%, 荸荠样品中矮壮素残留对成年人的慢性风险处于低风险水平。 **结论** 试验中矮壮素不但能增加荸荠产量, 且没有引起口感明显变化, 荸荠上使用矮壮素膳食摄入慢性风险在可接受范围内。

关键词: 超高效液相色谱-串联质谱法; 荸荠; 矮壮素; 风险评估

Residue of chlormequat in *Eleocharis dulcis* field and risk assessment of its quality and safety

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

(Ningbo Academy of Agricultural Science, Ningbo 315040, China)

ABSTRACT: Objective To clarify the effect of applying chlormequat in *Eleocharis dulcis* removal, analyze the residual behavior of chlormequat in *Eleocharis dulcis*, and evaluate its dietary exposure risk. **Methods** A residue simulation test was conducted and an ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS) method was established to analyze the residual behavior of chlormequat in *Eleocharis dulcis* and the environment and monitor the effect of chlormequat on the yield and taste of *Eleocharis dulcis*; evaluate the risk of long-term chronic dietary intake associated with chlormequat chloride residues. **Results** The linear relationship of the target compound was good within a certain mass concentration range ($r^2 \geq 0.9994$), the average recoveries were 70%~96% and the relative standard deviations were 0.5%~5.2% at the 0.01, 0.10 and 1.00 mg/kg levels. The national estimated daily intake (NEDI) of chlormequat in the general population of China was 7.1491 $\mu\text{g}/(\text{kg} \cdot \text{bw})$, accounting for 14.3% of the allowable daily intake, the chronic risk of chlormequat residue to adults was low. **Conclusion** Medium chlormequat can not only increase the yield of *Eleocharis dulcis*, but also not cause obvious changes in taste, the chronic risk of dietary intake of chlormequat on *Eleocharis dulcis* is within the acceptable range.

KEY WORDS: ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; *Eleocharis dulcis*;

基金项目: 宁波市农产品质量安全创新工程项目(2019CXGC006)、国家农产品质量安全风险评估项目(GJFP2019039)

Fund: Supported by the Ningbo Agricultural Product Quality and Safety Innovation Project (2019CXGC006), and the National Risk Assessment Special Project for Quality & Safety of Agro-products (GJFP2019039)

*通信作者: 吴银良, 博士, 教授级高级工程师, 主要研究方向为农兽药残留分析。E-mail: wupaddyfield@tom.com

*Corresponding author: WU Yin-Liang, Ph.D, Professor, Ningbo Academy of Agricultural Sciences, 19 Dehou Street, Yinzhou District, Ningbo 315040, China. E-mail: wupaddyfield@tom.com

chlormequat chloride; risk assessment

0 引言

荸荠(*Eleocharis dulcis*)属莎草科荸荠属多年生宿根浅水草本植物,亦称马蹄、乌茶、红慈菇等,是一种药食两用的果蔬类食材。荸荠营养丰富、肉质细嫩、汁多味甜、清脆爽口,有“地下雪梨”“江南人参”之美誉。荸荠原产于中国南方,在西汉时就有栽培记录,现全国各省都有栽培^[1]。浙江省是我国主要荸荠产区之一,2017 年种植面积约 1500 hm² (2.25 万亩),年产量达 3.6 万 t 左右^[2]。矮壮素是一种植物生长调节剂(plant growth regulators, PGR),其具有较强的内吸性,通过抑制植物体内赤霉素的生物合成,控制植物徒长,从而促进生殖生长、增强光合作用、提高抗逆性、提升农作物的口感和产量^[3-9]。矮壮素已广泛应用于现代农业生产,在马铃薯上使用矮壮素可有效促进马铃薯块茎形成,使马铃薯块茎产量增高 30%~50%^[10]。矮壮素在我国仅在番茄、花生、棉花、小麦、玉米 5 种作物上登记使用^[11]。我国和国际食品法典委员会(Codex Alimentarius Commission, CAC)^[12]未制定矮壮素在水生蔬菜上最大残留限量(maximum residue limit, MRL)标准。欧洲联盟在水生作物水芹上规定 MRL 值为 0.01 mg/kg,在其他茎类蔬菜、其他块根和块茎类蔬菜和其他球茎类蔬菜上的 MRL 值亦为 0.01 mg/kg,欧洲联盟和日本规定矮壮素在番茄、黄瓜、胡萝卜等蔬菜作物上的 MRL 值在 0.01~0.05 mg/kg 之间。

随着矮壮素应用广泛,进行合理用药指导与残留监测尤为重要。目前矮壮素残留分析的主要方法有液相色谱-串联质谱法(liquid chromatography-tandem mass spectrometry, LC-MS/MS)^[13-15]、气相色谱-串联质谱法(gas chromatography-tandem mass spectrometry, GC-MS/MS)^[16]、快速检测法^[17]。矮壮素在蔬菜水果等作物上的膳食风险评估研究已有相关报道^[18-20],但尚未有荸荠中矮壮素的残留行为分析和膳食摄入评估研究。本研究建立了超高效液相色谱-串联质谱法(ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS)检测荸荠与周围环境中矮壮素的方法,通过模拟试验等手段监测矮壮素的残留情况,并在试验条件下分析使用矮壮素后对荸荠品质和产量等的影响,对矮壮素残留带来的长期慢性膳食摄入风险进行评估,从而为矮壮素在荸荠生产中的合理应用、应对舆论、支撑监管提供技术依据。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

Acquity UPLC-Xevo TQ-S 超高效液相色谱-串联质谱仪、色谱柱 Waters Acquity UPLC BEH C₁₈ (100 mm×2.1 mm,

1.7 μm)(美国 Waters 公司); KS4000ic 恒温振荡器、T25 高速匀浆机、GENIUS3 旋涡混合器(德国 IKA 公司); 3K15 高速离心机(德国 Sigma 公司); PL1502E 电子天平、XPE205 十万分之一电子天平(美国 Mettler Toledo 公司)。

矮壮素标准品(纯度 99.4%,德国 Dr. Ehrenstorfer GmbH 公司); 乙腈(色谱纯,德国默克公司); 甲酸(色谱纯,中国阿拉丁生物科技股份有限公司); 硫酸镁(分析纯,上海国药集团化学试剂有限公司); 乙二胺-N-丙基硅烷(primary-secondary amine, PSA)(美国 Agela Technologies 公司); 氯化钠(分析纯,中国杭州瓶窑和顺化工试剂厂); 供试药剂(50%矮壮素水剂,四川国光农化股份有限公司)。

1.2 田间试验

试验地点在浙江省宁波市,荸荠苗于 2020 年 6 月 25 日定植,9 月 1 日施药,11 月 11 日(施药后 71 d)第一次最终残留采样,11 月 25 日(施药后 85 d)第二次最终残留采样,12 月 20 日(施药后 110 d)最后一次最终残留采样。小区面积为 50 m²,每个处理设置 3 个重复,以 50%矮壮素水剂兑水,在荸荠苗生长旺盛期,封行前进行叶面喷雾。处理组 1 施药剂量为 750 mg a.i./L(稀释 667 倍),处理组 2 施药剂量为 500 mg a.i./L(稀释 1000 倍),施药 1 次,对照组不施药。最终残留样品采集:在荸荠成熟时,每小区以多点采样法采集处理组与对照组的荸荠和地表以下 0~15 cm 土层的土壤样品。消解水样品采集:分别于施药后第 0 (2 h)、1、3、5、7、14、21、28 d 以多点采样法采集处理组与对照组的水样不少于 500 mL。残留分析样品制备:荸荠(不少于 2 kg)洗净表面土壤,去除顶芽,匀浆混匀,四分法取 100 g。土壤(不少于 2 kg)混匀后四分法取 100 g,放入-18 °C 冰箱保存待测。

1.3 样品前处理方法

准确称取荸荠和土壤样品 5 g 置于 50 mL 聚四氟乙烯离心管中,加入 20 mL 乙腈,以 350 r/min 振荡提取 30 min 后,加入 5.0 g 氯化钠,继续振荡 5 min,9500 r/min 离心 3 min,取 2 mL 上清液于装有 100 mg PSA 和 300 mg 硫酸镁的 10 mL 离心管中,涡旋 30 s,9500 r/min 离心 2 min。分别吸取 0.4 mL 荸荠样品上清液,加入 0.6 mL 0.1%甲酸溶液;吸取 0.2 mL 土壤上清液,加入 0.8 mL 0.1%甲酸-乙腈溶液(6:2, V:V)振荡混匀后过 0.22 μm 滤膜,待分析。

田水样品则直接取 0.6 mL 水样,加入 0.4 mL 乙腈,振荡混匀后过 0.22 μm 滤膜,待分析。

1.4 标准溶液配制

称取矮壮素标准品,用甲醇溶解并定容,配成质量浓度为 1000 mg/L 标准储备液。用甲醇将矮壮素标准储备液稀释成标准溶液,于-20 °C 避光保存。用前处理方法制备的荸荠、土壤和田水空白样品基质稀释液将标准溶液逐级稀

释成质量浓度为 0.100、0.050、0.010、0.005、0.001 mg/L 的基质标准工作溶液。

1.5 仪器条件

色谱柱: Acquity BEH C₁₈ (100 mm×2.1 mm, 1.7 μm); 流动相: A 相为 0.1%甲酸溶液, B 相为乙腈; 梯度洗脱条件: B 相在 1.5 min 内保持 40%后, 在 0.1 min 内增至 80%, 保持 1.4 min, 然后在 0.1 min 内降至 40%, 保持 1.9 min; 流速: 0.30 mL/min; 进样量: 10 μL。电喷雾电离源正离子模式电离; 多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM); 毛细管电压: 2.5 kV; 萃取锥孔电压: 20 V; 射频(radio frequency, RF)透镜电压: 0.5 V; 离子源温度: 150 °C; 脱溶剂气温度: 500 °C; 锥孔气流速: 50 L/h; 脱溶剂气流速: 1000 L/h; 矮壮素定量离子对为 121.97>62.91, 碰撞能为 29 eV; 定性离子对为 121.97>58.69, 碰撞能为 36 eV。

1.6 农药残留膳食摄入风险评估

本研究中的膳食来源包括规范残留试验中值和登记作物 MRLs, 计算农药的国家估算每日摄入量(national estimated daily intake, NEDI), 计算公式见式(1):

$$NEDI = \frac{\sum [STMR_i(\text{或} STMR - P_i) \times F_i]}{bw} \quad (1)$$

式(1)中: NEDI 为国家估计每日摄入量, μg/(kg·bw); STMR_i (supervised trials median residue)为第 *i* 类初级食用农产品的规范试验残留中值, mg/kg; *F_i* (food intake)为农产品的消费量, g/d; bw (body weight)表示人群平均体重, kg。

矮壮素的慢性摄入风险用国家估算每日摄入量占 ADI 的百分比表示, 用公式(2)计算^[21]:

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

式(2)中, ADI 为每日允许摄入量, 单位为 mg/(kg·bw), 本研究参考的矮壮素 ADI 值为 0.05 mg/(kg·bw)(GB 2763—2021《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》); %ADI 为占 ADI 的百分比。

1.7 生长发育与经济性状检测

施药前, 各小区采用“S”形取样法, 每点各选取 10 株长势基本一致的荸荠进行标记。施药前测量各株株高(叶鞘长度: 地上茎基部到叶尖的高度)。施药后 7、15 d 各测量一次株高, 计算株高生长量; 测量叶管茎粗, 观察记录叶色(浅青绿、青绿、深青绿)、分蘖数。如遇暴风雨, 在暴风雨过后调查各组倒伏的面积。12 月 20 日(施药后 110 d)荸荠采收时, 小区测产, 计算增产率。各组随机选 5 m² 的种植面积, 荸荠采收后洗净表面泥土, 记录产量、球茎数, 计算平均单果重、商品率(≥15 g)、大果率(≥25 g)、中果率(≥20 g 且 <25 g)和等外果率。

1.8 口感评价

对各处理组的产品进行感官品尝鉴定。评价项目包括

荸荠球茎外观、甜度、化渣程度、硬度和综合评价 5 项指标。口感评价小组由不同性别、年龄、专业并具有鉴别食味能力的人员组成, 为保证客观, 评价采用随机编号的盲评制度, 每人评价不同处理和对照各 1 份。

1.9 数据分析方法

试验采用 SPSS 19 对试验数据进行差异显著性分析, *t* 检验取 0.05 和 0.01 显著性水平。

2 结果与分析

2.1 标准溶液曲线与灵敏度

用荸荠、土壤和田水空白基质稀释液将矮壮素标准溶液稀释成不同质量浓度的基质标准工作溶液, 按 1.5 节仪器条件进样检测, 得到 MS 响应值(峰面积, *Y*)与进样浓度(*X*, mg/L), 结果表明, 在 0.001~0.100 mg/L 范围内, 矮壮素质量浓度与对应的峰面积线性关系良好。经最小二乘法拟合得标准曲线, 在田水中的回归方程为 $Y=135365.1X+52.3$, 相关系数 $r^2=1.0000$, 在土壤中的回归方程为 $Y=247232.6X+122.5$, 相关系数 $r^2=0.9994$, 在荸荠球茎中的回归方程为 $Y=253881.0X-78.5$, 相关系数 $r^2=0.9998$ 。在上述条件下, 根据标准曲线最低档浓度和进样体积, 计算得到矮壮素最小检出量为 1.0×10^{-11} g。矮壮素典型离子色谱图见图 1。

2.2 添加回收率与相对标准偏差

添加浓度为 0.01、0.10 和 1.00 mg/kg, 每个添加浓度重复 5 次, 进行添加回收试验, 按上述色谱条件及检测步骤检测。由表 1 可知。矮壮素在荸荠、田水、土壤中的平均回收率均在 70%~96%之间, RSDs 低于 5.2%。以最低添加浓度可知矮壮素的定量限(limit of quantitation, LOQ)为 0.01 mg/kg。表明本方法具有较高的回收率和精密性, 可满足农药残留检测要求。

2.3 消解动态试验

消解动态试验, 结果表明(表 2), 荸荠田水中的矮壮素随时间递减, 21 d 后 2 个处理组的田水中矮壮素均未检出。矮壮素在田水的原始沉积量为 0.87~2.0 mg/kg, 其在田水中的消解动态符合一级动力学方程, 处理组 1 降解曲线方程为 $C_t=2.015e^{-3.5455t}$ ($r=0.9974$), 残留半衰期 $T_{1/2}=0.2$ d, 处理组 2 降解曲线方程为 $C_t=0.8700e^{-2.3644t}$ ($r=0.9966$), 残留半衰期 $T_{1/2}=0.3$ d。2 组试验矮壮素在田水中的半衰期均不到 1 d, 本次试验中矮壮素在田水中消解速率快, 属于易降解农药。施药后田水中的药物残留后随着水流进入周边的水体, 故在施药 7 d 后对荸荠田周边沟渠水和河水中的药物残留进行检测, 结果均小于定量限。该试验结果受天气和降雨量的影响较大, 本次试验中荸荠田周边沟渠水和河水中均未检出矮壮素残留, 由此可见, 在荸荠作物上使用矮壮素对水环境相对安全。

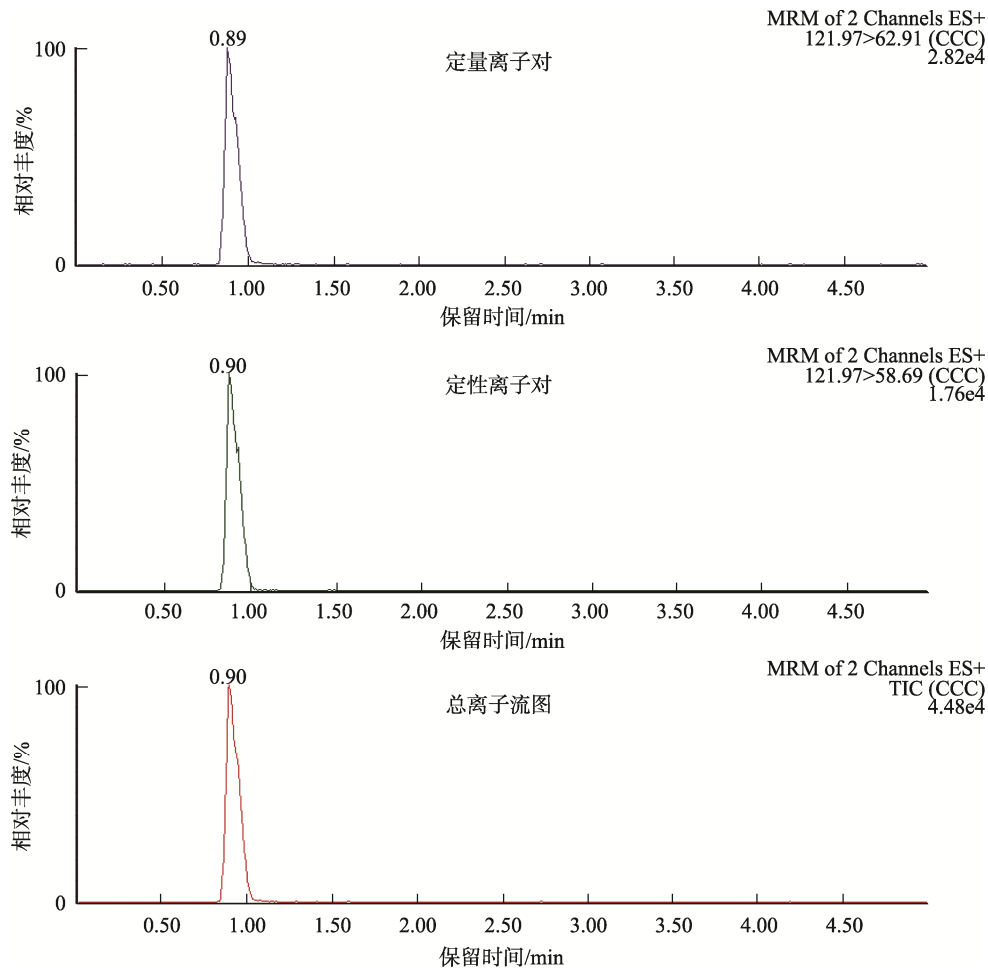


图 1 荸荠基质中矮壮素标准溶液色谱图(0.010 mg/L)

Fig.1 Chromatograms of standard solution of chlormequat in *Eleocharis dulcis* matrix (0.010 mg/L)

表 1 矮壮素在不同基质中的添加回收率(n=5)

Table 1 Recoveries of chlormequat chloride in different matrices (n=5)

基质	添加水平/(mg/kg)					
	0.01		0.10		1.00	
	平均回收率/%	RSDs/%	平均回收率/%	RSDs/%	平均回收率/%	RSDs/%
田水	96	0.8	93	1.0	94	1.7
土壤	83	5.2	89	5.0	87	3.8
荸荠	70	5.1	73	2.0	78	0.5

注: RSDs: relative standard deviations, 相对标准偏差。

表 2 荸荠水样中矮壮素的消解数据(mg/kg, n=3)

Table 2 Digestion data of chlormequat in water sample (mg/kg, n=3)

取样间隔/d	0	1	3	5	7	14	21	28
水(处理组 1)	2.0	0.058	0.056	0.056	0.017	0.012	<0.01	<0.01
水(处理组 2)	0.87	0.081	0.030	0.021	0.012	<0.01	<0.01	<0.01

2.4 最终残留试验

最终残留试验表明(表 3), 总体来说, 残留量与施药剂量成正比, 与采收间隔期成反比。但在施药后 71 d 采收时发现的荸荠球茎大部分较小, 甜度与色泽等各种商品性都未达到最佳, 因此判断未达到最佳收获期。而施药后 85 d 比在施药后 71 d 残留量有大幅度的减少, 可能是荸荠生长稀释的作用。85 d 后基本达到成熟, 85 d 到 110 d 矮壮素的残留量降低并不明显, 矮壮素在荸荠中代谢较缓慢。推测矮壮素在茎类、块根和块茎类和球茎类蔬菜上也可能存在代谢较缓慢的情况。欧洲联盟和日本蔬菜作物上矮壮素的 MRL 值一般在 0.01~0.05 mg/kg 之间, 提示我们在出口植物源性商品上使用矮壮素要特别注意。施药后 71 d 和 85 d, 土壤样品中均未检出矮壮素残留。

2.5 膳食风险评估

研究发现矮壮素对哺乳动物胚胎发育和生长发育具有一定的毒性^[22-23], 本试验进行了矮壮素长期慢性膳食

风险评估。在荸荠成熟期施药后 85 d 与 110 d 的 STMR 值分别为 0.060 与 0.054 mg/kg, 根据风险最大化的原则, 选择 0.060 mg/kg 作为膳食评估的残留中值。小麦作物采用良好农业规范(good agricultural practices, GAP)试验的 STMR 值, 其余作物无法找到合适的 GAP 试验的 STMR 值则用 MRL 值代替。试验表明(表 4), 基于残留试验数据和一般人群(63 kg)日平均膳食摄入量^[24], 计算得到矮壮素 NEDI 值为 7.1491 $\mu\text{g}/(\text{kg}\cdot\text{bw})$, 膳食中暴露风险商为 14.3%, 其中荸荠贡献的风险商为 0.09%。该评估为 STMR 值与中国 MRL 值混合评估结果, 登记作物的 STMR 值低于参考限量值。引用 2002 年中国居民膳食情况和体重数据^[24], 自 2002 年以来, 这些数据发生了某些变化。例如荸荠中的长期膳食摄入风险评估采用的消耗量是所有浅色蔬菜的总量, 很多浅色蔬菜中并没有矮壮素残留, 故此次风险评估较为保守, 并不影响评价结果, 即矮壮素对一般人群长期慢性膳食风险在可接受范围内, 荸荠中带来的膳食摄入风险极低。

表 3 荸荠和土壤中矮壮素最终残留量
Table 3 Final residues of chlormequat in *Eleocharis dulcis* and soil

剂量 稀释倍数	施药次数	采收间隔期/d	荸荠		土壤	
			残留值/(mg/kg)	平均值/(mg/kg)	残留值/(mg/kg)	平均值/(mg/kg)
667	1	71	0.186、0.189、0.197	0.191	<0.01、<0.01、<0.01	<0.01
		85	0.064、0.065、0.066	0.065	<0.01、<0.01、<0.01	<0.01
		110	0.063、0.066、0.070	0.067	/	/
1000	1	71	0.176、0.181、0.189	0.182	<0.01、<0.01、<0.01	<0.01
		85	0.053、0.054、0.055	0.054	<0.01、<0.01、<0.01	<0.01
		110	0.039、0.043、0.046	0.042	/	/

注: /表示未检。

表 4 矮壮素在已登记作物膳食风险评估模型
Table 4 Dietary risk assessment model of chlormequat in register crops

登记作物	食物种类	膳食量/kg	参考限量或残留中值/(mg/kg)	限量来源	NEDI/ $[\mu\text{g}/(\text{kg}\cdot\text{bw})]$	日允许摄入量/ $[\text{mg}/(\text{kg}\cdot\text{bw})]$	%ADI
小麦	面及其制品	0.385	0.58	残留中值	3.5444		
玉米	其他谷类	0.0233	5	中国	1.8492		
棉花	植物油	0.0327	0.5	中国	0.2595		
番茄	深色蔬菜	0.0915	1	中国	1.4524		
荸荠	浅色蔬菜	0.0457	0.06	残留中值	0.0435		
	合计				7.1491	0.05	14.3

注: 小麦中的残留中值来源于在阿根廷的 GAP 试验(JMPR2017)。

2.6 矮壮素对荸荠生长情况与经济性状的影响

在封行前施药,这时荸荠分蘖分株期将要结束,开始进入第四生长阶段-开花结果期,这时秋季气温开始下降,日照时间变短,荸荠停止分株、分蘖,地上茎开始变绿,分株中心开始抽生花茎,荸荠开始开花结果,同时地下匍匐茎开始膨大,最后形成球茎^[25]。试验发现(表 5),当采用不同稀释倍数的矮壮素处理荸荠时,虽对荸荠的株高生长量有不同程度的抑制,然而株高和叶管茎粗的方差分析结果显示,处理组 1、处理组 2 与对照组无显著差异($P>0.05$)。施药时荸荠植株过了茎叶抽生期,已具有一定的高度,矮壮素对荸荠株高影响并不显著。总体来说矮壮素对荸荠叶子矮化作用效果不明显。此外由于在荸荠种植期间没有遭受暴风雨的袭击,并且用尼龙网在荸荠拔高之前进行抗倒伏防御,因此没有发生倒伏的情况。

采收间隔期 110 d 收获荸荠,测量荸荠的经济性状指标,结果表明(表 6),在荸荠中施用矮壮素后,发现荸荠球茎数虽有减少,但可显著提升平均单果重、大果率和产量等重要的经济指标($P<0.01$)。方差分析结果显示,

处理组与对照组球茎数、平均单果重、大果率和产量均有显著差异。比较荸荠茎皮的颜色,均属于正常的暗红色,并且光泽度良好,故施用矮壮素并不影响荸荠的外观。经过口感评价小组的评定,口感评价结果为处理组与空白对照组无明显差异。在试验条件下,施用矮壮素可提高荸荠的经济性状与商品性状,且对外观与口感没有影响。

3 结果与讨论

矮壮素等 PGR 在农业生产中已广泛使用。本研究通过生长发育与经济性状检测试验分析了用药量与荸荠产量和口感之间的关系,建立了 UPLC-MS/MS 分析方法。该方法前处理操作简单、净化效果好,精确度、检出限和回收率等均符合农药残留分析要求。通过荸荠与环境中的最终残留试验,分析用药量与荸荠中残留量之间的关系;通过消解试验分析矮壮素在荸荠及水环境中的消解规律,并且根据样品的检测数据分析矮壮素在荸荠上的安全性,进一步规范矮壮素在荸荠上的使用。

表 5 矮壮素对荸荠生长的影响
Table 5 Effects of chlormequat on growth of *Eleocharis dulcis*

处理组	处理时间/d	株高/cm	株高生长量/cm	叶管茎粗/mm	叶色	倒伏情况
对照组	药前	95		5.6	青绿色	无
	药后 7	101	6	5.4	深青绿	无
	药后 15	109	14	6.2	墨绿色	无
处理组 1	药前	92		5.4	青绿色	无
	药后 7	94	2	5.2	深青绿	无
	药后 15	102	10	6.0	黄绿色	无
处理组 2	药前	97		5.7	青绿色	无
	药后 7	101	4	5.7	深青绿	无
	药后 15	109	12	5.7	黄绿色	无

表 6 不同处理对荸荠经济性状与商品性状的影响
Table 6 Effects of different treatments on economic and commercial characters of *Eleocharis dulcis*

处理组	球茎数 (/粒/m ²)	平均单 果重/g	球茎/cm 横茎 纵茎	商品率 (≥15 g)/%	大果率 (≥25 g)/%	中果率(≥20 g 且<25 g)/%	等外 果率/%	球茎颜色	产量 (/kg/m ²)	增产/%
对照组	181 ^{aA}	23 ^{bB}	2.5~4.5 1.5~2.5	96.0	49.0 ^{bB}	29.0	4.0	暗红色有光泽	4.28 ^{bB}	
处理组 1	163 ^{bA}	35 ^{aA}	2.5~5.5 1.5~2.5	98.3	67.9 ^{aA}	17.0	1.7	暗红色有光泽	5.83 ^{aA}	36.2
处理组 2	147 ^{bB}	32 ^{aA}	2.5~5.5 1.5~2.5	98.1	68.8 ^{aA}	13.9	1.9	暗红色有光泽	5.01 ^{aA}	17.1

注:表中同列数据对比中,不同小写字母表示有显著差异($P<0.05$),不同大写字母表示有极显著差异($P<0.01$)。

本研究中, 在荸荠作物封行前叶面喷施矮壮素, 施药剂量为 500~750 mg a.i./L 浓度时, 矮壮素对荸荠植株矮化作用影响不显著, 但可使荸荠球茎膨大, 提高平均单果重量、提高荸荠的产量且对荸荠外观和口感没有影响。最终残留试验结果表明, 施药后 85 d 和 110 d, 荸荠中矮壮素的 STMR 值分别为 0.060 和 0.054 mg/kg, 71 d 后在土壤中均未检出矮壮素。在田水中的消解动态试验表明, 荸荠田水中矮壮素半衰期在 1 d 内, 施药后 7 d, 周边沟渠和河水中均未检出矮壮素。登记作物矮壮素残留对一般人群的慢性膳食风险商为 14.3%, 处于低风险范围。上述结果可为规范矮壮素在荸荠上种植中的应用, 为制定相关使用规程和 MRL 值提供参考依据。

参考文献

- [1] 刘小林, 孟祥志. 荸荠的资源开发利用研究进展[J]. 食品研究与开发, 2021, 42(3): 212-217.
LIU XL, MENG XZ. Progress research on resource development and utilization of water chestnut [J]. Food Res Dev, 2021, 42(3): 212-217.
- [2] 徐映萍, 王征鸿, 何水平, 等. 浙江荸荠优质高效规范化栽培技术[J]. 中国蔬菜, 2019, 359(1): 106-108.
XU YP, WANG ZH, HE SP, *et al.* Quality and efficient standardized cultivation technology of Zhejiang water chestnut [J]. China Veget, 2019, 359(1): 106-108.
- [3] CHEN JS, ZHU RF, MA LG, *et al.* Potential of plant growth regulator and chlormequat chloride on alfalfa seed components [J]. Pakistan J Bot, 2016, 48(2): 527-533.
- [4] 桑乃军. 矮壮素在草莓组培生根培养中的应用研究[J]. 现代园艺, 2020, (13): 4-5.
SANG NJ. Study on the application of chlormequat in strawberry rooting culture *in vitro* [J]. Contemp Hortic, 2020, (13): 4-5.
- [5] 郭建芳, 武小平, 丁健, 等. 矮壮素对藜麦抗倒伏的影响[J]. 山西农业科学, 2020, (7): 1019-1021.
GUO JF, WU XP, DING J, *et al.* Effect of chlormequat chloride on lodging resistance of quinoa [J]. J Shanxi Agric Sci, 2020, (7): 1019-1021.
- [6] PIRASTEH-ANOSHEH H, EMAM Y, HASHEMI SE, *et al.* Role of chlormequat chloride and salicylic acid in improving cereal crops production under saline conditions [J]. Improv Cere Prod Through Clim Smart Pract, 2021. DOI: 10.1016/B978-0-12-821316-2.00009-1
- [7] ZHANG M, YANG J, PAN H, *et al.* Dwarfing effects of chlormequat chloride and uniconazole on potted baby primrose [J]. HortTechnol, 2020, 30(5): 1-8.
- [8] 潘竞海, 张恒, 阿不都卡地尔·库尔班, 等. 矮壮素对甜菜糖分积累及产量形成的影响[J]. 新疆农业科学, 2020, 57(8): 44-53.
PAN JH, ZHANG H, ABUDUKADIER KERB, *et al.* Effect of chlorpromazine on sugar accumulation and yield formation of sugar beet [J]. Xinjiang Agric Sci, 2020, 57(8): 44-53.
- [9] 费越, 白志波, 牛学航, 等. 矮壮素对小叶楠抗寒生理的影响[J]. 福建农业学报, 2019, 34(1): 117-123.
FEI Y, BAI ZB, NIV XF, *et al.* Effect of chlormequat on cold-resistance of phoebe microphylla [J]. Fujian J Agric Sci, 2019, 34(1): 117-123.
- [10] 梁力力, 程鑫, 崔丹丹, 等. 赤霉素抑制剂对马铃薯离体块茎形成和发育的影响[J]. 甘肃农业大学学报, 2019, 54(2): 65-72.
LIANG LL, CHENG X, CUI DD, *et al.* Effects of gibberellin inhibitors on the formation and development of potato microtubers *in vitro* [J]. J Gansu Agric Univ, 2019, 54(2): 65-72.
- [11] 中国农药信息网. 农药登记信息 [EB/OL]. [2017-11-20]. <http://www.chinapesticide.gov.cn/> [2021-10-20].
China Pesticide Information Network. Information of pesticide registration [EB/OL]. [2017-11-20]. <http://www.chinapesticide.gov.cn/> [2021-10-20].
- [12] Codex Alimentarius Commission. Codex Committee on Pesticide Residues database [DB/OL]. [2017-02-13]. <http://www.codexalimentarius.org/>
- [13] KRESSE M, DRINDA H, ROMANOTTO A, *et al.* Simultaneous determination of pesticides, mycotoxins, and metabolites as well as other contaminants in cereals by LC-LC-MS/MS [J]. Chromatogr B Anal Technol Biomed Life Sci, 2019, 1117: 86-102.
- [14] GUO XL, XU YJ, ZHANG FH, *et al.* Chlormequat residues and dissipation rates in cotton crops and soil [J]. Ecotox Environ Saf, 2010, 73(4): 642-646.
- [15] 覃国新, 何洁, 王海军, 等. 一步式提取净化/超高效液相色谱-串联质谱法测定水生蔬菜中矮壮素和灭蝇胺[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(11): 3619-3624.
QIN GX, HE J, WANG HJ, *et al.* Determination of chlormequat and cyclamate in aquatic vegetables by one step extraction and purification/high-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2020, 11(11): 3619-3624.
- [16] 赵永信, 宋国良, 张晶, 等. 气相色谱/质谱法测定粮食中矮壮素残留[J]. 中国卫生检验杂志, 2008, 18(6): 1064-1066.
ZHAO YX, SONG GL, ZHANG J, *et al.* Determination of chlormequat chloride residue in grains by gas chromatography/mass spectrometry [J]. Chin J Health Lab, 2008, 18(6): 1064-1066.
- [17] 邱梦情. 基于 SERS 的矮壮素残留快速准确检测研究[D]. 合肥: 安徽大学, 2019.
QIU MQ. Study on rapid and accurate detection of chlormequat chloride residue based on SERS [D]. Hefei: Anhui University, 2019.
- [18] 高宇航, 高明坤, 田明硕, 等. 海南地区菜豆和豇豆中植物生长调节剂残留和风险评估[J]. 农产品质量与安全, 2020, (5): 59-63.
GAO YH, GAO MK, TIAN MS, *et al.* Residue and risk assessment of plant growth regulators in kidney bean and cowpea in Hainan Province [J]. Qual Saf Agro-prod, 2020, (5): 59-63.
- [19] 兰珊珊, 林涛, 林昕, 等. 矮壮素在茄子中的残留分析与膳食暴露评估[J]. 食品安全质量检测学报, 2017, (11): 4344-4350.
LAN SS, LIN T, LIN X, *et al.* Residue analysis and dietary exposure assessment of chlormequat chloride in eggplant [J]. J Food Saf Qual, 2017, (11): 4344-4350.
- [20] 兰珊珊, 林涛, 沙凌杰, 等. 蔬菜中植物生长调节剂残留的膳食暴露与风险评估[J]. 食品安全质量检测学报, 2015, (12): 4942-4948.
LAN SS, LIN T, SHA LJ, *et al.* Dietary exposure and risk assessment of plant growth regulator residues in vegetables [J]. J Food Saf Qual, 2015, (12): 4942-4948.
- [21] 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.
Institute of Quality Standards and Testing Technology for Agro-products, Chinese Academy of Agricultural Science. Risk assessment for quality and

- safety of agro-foods: principles, methodologies and applications [M]. Beijing: Standards Press of China, 2007.
- [22] XIAGEDEER B, HOU X, ZHANG Q, *et al.* Maternal chlormequat chloride exposure disrupts embryonic growth and produces postnatal adverse effects [J]. *Toxicology*, 2020, 442: 152534.
- [23] HUANG D, WU S, HOU X, *et al.* The skeletal developmental toxicity of chlormequat chloride and its underlying mechanisms [J]. *Toxicology*, 2017, 381: 1–9.
- [24] 中华人民共和国卫生部, 中华人民共和国科学技术部, 中华人民共和国国家统计局. 中国居民营养与健康状况 2002[M]. 北京: 人民卫生出版社, 2005.
- Ministry of Health of the People's Republic of China, the People's Republic of China Ministry of Science and Technology, National Bureau of Statistics of the People's Republic of China. Nutrition and health status of Chinese residents 2002 [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 2005.
- [25] 梁义. 荸荠的生物学特征及无公害高产栽培技术[J]. *南方农业*, 2021, 15(3): 63–64.

LIANG Y. Biological characteristics of water chestnut and its pollution-free and high-yielding cultivation techniques [J]. *South China Agric*, 2021, 15(3): 63–64.

(责任编辑: 张晓寒 郑 丽)

作者简介



凌淑萍, 硕士, 工程师, 主要研究方向为农药残留分析。

E-mail: lingsp0574@qq.com



吴银良, 博士, 教授级高级工程师, 主要研究方向为农兽药残留分析。

E-mail: wupaddyfield@tom.com