

螺螨酯在苹果和土壤中的残留分析及消解动态研究

袁龙飞^{1*}, 李薇¹, 李莉¹, 许瑞翔¹, 石凯威^{1,2}

(1. 中国科学院动物研究所农业虫害鼠害综合治理研究国家重点实验室, 北京 100101;

2. 中国农业大学理学院, 北京 100193)

摘要: **目的** 研究螺螨酯通过喷雾施药方式在苹果和土壤中的残留水平及消解动态, 制定螺螨酯悬浮剂防治苹果叶螨的安全间隔期。 **方法** 在北京、安徽及山东 3 地进行农药残留的田间消解试验。样品采用乙腈提取, 经弗罗里硅土固相萃取柱净化, 气相色谱-电子捕获检测器(gas chromatography-electron capture detector, GC-ECD)检测, 外标法定量。 **结果** 在添加水平为 0.01~2 mg/kg 范围内, 螺螨酯在苹果及土壤中的添加回收率为 91.6%~104.6%, 相对标准偏差为 1.4%~4.2%; 方法定量限为 0.01 mg/kg。在北京、安徽及山东 3 地试验中, 螺螨酯在苹果及土壤中的消解动态符合一级动力学指数模型, 在苹果中的半衰期为 11~19 d, 在土壤中的半衰期为 1.4~4.1 d。按照推荐高剂量及其 1.5 倍剂量施药 1 次和 2 次, 在距末次施药间隔为 30、40、50 d 苹果样品中, 螺螨酯的残留量均低于 0.071 mg/kg。 **结论** 参照国际食品法典、美国及欧盟规定的螺螨酯在苹果上的农药最高残留限量均为 0.8 mg/kg, 在推荐施药条件下, 采收间隔 30 d 之后的苹果是安全的。

关键词: 螺螨酯; 消解动态; 残留; 苹果; 土壤

Degradation dynamics and residues analysis of spiroticlofen in apple and soil

YUAN Long-Fei^{1*}, LI Wei¹, LI Li¹, XU Rui-Xiang¹, SHI Kai-Wei^{1,2}

(1. State Key Laboratory of Integrated Management of Pest Insects and Rodents, Institute of Zoology, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100101, China; 2. College of Science, China Agricultural University, Beijing 100193, China)

ABSTRACT: Objective To formulate the scientific basis for the reasonable dosage and the pre-harvest interval (PHI) on controlling apple red mite with spraying application based on the investigation of the degradation dynamics of spiroticlofen in apple and soil. **Methods** The residual trials of spiroticlofen in apple were carried out in Beijing, Anhui and Shandong Province. The samples were extracted with acetonitrile, purified by florisil solid-phase extraction (SPE) column and determined by gas chromatography equipped with electron capture detector (GC-ECD). The external standard method was used for quantitation. **Results** The average recoveries spiked at the levels of 0.01~2 mg/kg were 91.6%~104.6% in apple and soil with the relative standard deviations (RSD) of 1.4%~4.2%. The limit of quantification of this method was 0.01 mg/kg. The degradation dynamic equations of spiroticlofen in apple and soil were fitted the first order reaction dynamic equations, and the

基金项目: 国家自然科学基金(31501667)

Fund: Supported by the National Natural Science Foundation of China (31501667)

*通讯作者: 袁龙飞, 博士, 助理研究员, 主要研究方向为农药残留分析与食品安全。E-mail: yuanlongfei@ioz.ac.cn

*Corresponding author: YUAN Long-Fei, Ph.D, Assistant Professor, State Key Laboratory of Integrated Management of Pest Insects and Rodents, Institute of Zoology, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100101, China. E-mail: yuanlongfei@ioz.ac.cn

degradation half-lives of spirodiclofen were 11~19 d in apple and 1.4~4.1 d in soil. The final residues of spirodiclofen in apple were below 0.071 mg/kg at the end of the time interval of 30, 40, 50 d after the last application with the 1 and 1.5 times of high level of recommend does. **Conclusions** Considering about the maximum residue limit (MRL) of 0.8 mg/kg set by Codex Alimentarius Commission, United States of America and European Union, it is suggested that apple is safe for human after spraying spirodiclofen for 30 d under the application dosage and times of spirodiclofen.

KEY WORDS: spirodiclofen; dissipation dynamics; residue; apple; soil

1 引言

螺螨酯, 英文通用名为 spirodiclofen, 化学名称为 3-(2, 4-二氯苯基)-2-氧代-1-氧螺[4, 5]-葵-3-烯-4-基-2, 2-二甲基丁酸酯, 商品名称为螨危(Envidor), 是拜耳作物科学公司研制的一种高效新型的非内吸性杀螨剂^[1]。目前, 螨危主要用于防治柑橘类水果、苹果、葡萄、坚果等多种植物上的叶螨、全爪螨等多种螨害^[2-7]。螺螨酯作为螺环季酮酸类杀螨剂, 其作用机制主要是通过抑制螨虫的脂质生物合成过程, 减弱螨虫的繁殖能力, 从而有效杀灭多种螨虫^[8, 9]。在农药最大残留限量(maximum residue limits, MRLs)制定方面, 国际食品法典(Codex Alimentarius Commission, CAC)^[10]、美国^[11]及欧盟^[12]已规定了螺螨酯在苹果中的 MRL 为 0.8 mg/kg, 我国 GB2763-2014《食品安全国家标准食品中农药最大残留限量》^[13]中尚未制定螺螨酯在苹果中的 MRL。因此, 通过农药田间规范残留试验, 研究螺螨酯在苹果中残留水平及消解动态, 对于我国制定螺螨酯在苹果中的限量标准具有重要意义。

目前, 关于螺螨酯农药残留方面的分析方法主要包括气相色谱-电子捕获检测器法(gas chromatography-electron capture detector, GC-ECD)^[14-17]、液相色谱-二极管阵列检测器法(high performance liquid chromatography-diode array detector, HPLC-DAD)^[18]以及气相色谱-串联质谱法(gas chromatography-quadrupole mass spectrometry, GC-MS)^[19]。已有研究表明, GC-MS 法可以有效测定螺螨酯在苹果、桃子、柑橘、浓缩橙汁、提子、葡萄干、浓缩葡萄汁和开心果 8 种基质中的残留量^[19]。研究表明, GC-ECD 法可以有效测定螺螨酯在土壤、柑橘和苹果中残留量, 具有简便经济、快速准确等特点^[14-17]。在残留行为研究方面, 目前的研究仅集中于螺螨酯在柑橘属作物上的消解动态研究^[20-23], 尚未见螺螨酯在苹果中残留水平及消解动态方面的报导。本研究采用固相萃取柱净化, 结合 GC-ECD 检测方法研究了螺螨酯在苹果和土壤中的残留及消解动态趋势, 明确了螺螨酯在苹果上的施药剂量和安全间隔期, 为螺螨酯的安全使用及 MRL 标准制定提供了科学依据。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

Agilent7890A 气相色谱仪(配有电子捕获检测器, 美国安捷伦科技有限公司); KQ-600 超声波清洗仪(昆山市超声仪器有限公司); EYELA OSB-2000 旋转蒸发仪(日本东京理化器械株式会社); Sartorius MA150 水分测定仪(德国赛多利斯集团); SC-3612 台式离心机(安徽中科中佳科学仪器有限公司); Thermo Scientific Heraeus Pico 17 微量台式离心机(美国赛默飞世尔科技公司); MaxSignal MTV-100 Multi-Tube Vortexer 高速混匀振荡器(美国柏尔生物科技有限公司); FOSS HM 294 Homogeniser 均质机(丹麦福斯分析仪器有限公司); OHAUS SE2020d=0.01g 电子天平(美国奥豪斯仪器有限公司); METTLER TOLEDO AL204-1Cd=0.001g 电子天平(瑞士梅特勒-托利多称重设备系统有限公司); CNW-CA3755 1 g/6 mL 弗罗里硅土固相萃取柱(上海安谱科学仪器有限公司)。

螺螨酯标准品纯度为 98%, 购自德国 Dr. Ehrenstorfer GmbH 公司; 氯化钠、乙腈、丙酮、石油醚为分析纯, 均购自北京化工厂。试验农药: 45%螺螨酯·三唑锡悬浮剂。试验材料: 供试苹果品种北京试验点为富士、安徽试验点为乔纳金、山东试验点为藤木 1 号。

2.2 田间试验

2.2.1 试验地点

试验地点分别为北京市昌平区、安徽省宿州市以及山东省济南市。各地田间试验均按 NY/T 788-2004《农药残留试验准则》^[24]要求设计试验小区, 每小区 2 棵树, 重复 3 次, 随机排列, 小区间设保护带, 并另设对照小区。

2.2.2 消解动态

施药时期为苹果生长至成熟个体一半大小时施药, 施药时应保证用于动态试验的苹果均匀着药。施药剂量为制剂量 2500 倍稀释(180 mg a.i./kg)施药 1 次, 分别于施药后 2 h、1、3、5、7、10、14、21、30、45 和 60 d 采样, 处理重复 3 次, 处理间设保护隔离区, 另设清水空白对照。苹果样品采用随机的方法在试验小区苹果树的不同方向及上、中、下、里、外等不同部位采集 12 个以上(不少于 2 kg)

生长正常、无病害、半成熟或成熟的苹果果实, 切碎、混匀后采用四分法留样 500 g, 装入样本容器中, 粘好标签, 于-20 °C 冰柜贮存待测。

2.2.3 最终残留

45%螺螨酯·三唑锡悬浮剂防治苹果叶螨的推荐施药剂量为 5000~7500 倍稀释(60~90 mg a.i./kg), 施药次数为 1 次, 安全间隔期为 30 d, 施用时期为叶螨发生高峰期, 施药方法为喷雾。螺螨酯的最终残留试验设置高低两个施药剂量, 低剂量按上述推荐使用的高剂量, 即制剂量 5000 倍稀释(90 mg a.i./kg), 高剂量按其 1.5 倍, 即制剂量 3333 倍稀释(135 mg a.i./kg)施药, 各设 1 次和 2 次喷雾施药, 施药间隔期为 30 d, 每个处理重复 3 次, 每小区 2 棵树; 采样时间距离末次喷药的间隔时间为 30、40 和 50 d, 分别采集苹果和土壤并测定最终残留量。

2.3 分析方法

2.3.1 样品前处理

称取 10 g 匀浆或均质处理后的苹果或土壤样品, 加入 20 mL 乙腈, 震荡混匀 1 min, 超声波提取 15 min。加入氯化钠 5 g 后震荡混匀 1 min, 3000 r/min 离心 3 min。取 10 mL 上清液至 100 mL 茄形瓶中, 35 °C 旋蒸至近干, 待净化。

用 5 mL 石油醚预淋 Florisil-SPE (1 g/6 mL)固相萃取柱并弃去淋洗液, 并用 20 mL 石油醚/丙酮(9:1, V:V)将茄形瓶中样品分 4 次洗入固相萃取柱中, 每次 5 mL, 收集洗脱液于 100 mL 茄形瓶内, 35 °C 旋蒸至干。用 2.5 mL 正己烷溶解定容, 待 GC 测定。

2.3.2 色谱条件

Agilent HP-5 气相色谱柱(30 m×0.32 mm, 0.25 μm); 进样体积 1 μL。升温程序为: 80 °C, 保持 1 min, 以 30 °C/min 升温到 270 °C后, 保持 10 min, 再以 20 °C/min 升温到 280 °C, 之后保持 6 min。进样口温度 280 °C; 载气为高纯氮气, 柱流速 1.5 mL/min; 检测器温度 290 °C, 尾吹气流量: 25 mL/min, 不分流进样。在上述色谱条件下, 螺螨酯的保留时间为 10.6 min。

2.3.3 标准溶液的配制

准确称取纯度为 98%的螺螨酯标准品 10.9 mg, 用正己烷溶解定容至 25 mL, 配制成浓度为 427.28 mg/L 的螺螨酯标准母液, 并用正己烷或样品空白基质溶液逐级稀释配成 2、1、0.5、0.1、0.05、0.01 mg/L 的系列标准溶液。按照 2.3.2 所述色谱条件进行测定, 以样品溶液螺螨酯浓度为横坐标, 螺螨酯峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线。

2.3.4 添加回收

分别在苹果和土壤的空白样品中添加不同浓度的螺螨酯标准溶液, 使螺螨酯在苹果和土壤中的添加水平均为 0.010、0.50、0.80 和 2.0 mg/kg, 并确保添加水平能够覆盖检测样品中螺螨酯的残留量范围。将上述添加试验样品提取、净化后进样测定, 并重复 5 次, 并计算平均回收率及相

对标准偏差。

2.3.5 计算公式

螺螨酯的残留消解动态反应动力学方程按照(1)进行计算, 降解半衰期按照公式(2)进行计算。

$$C=C_0e^{-KT} \quad (1)$$

$$T_{1/2}=\ln 2/K \quad (2)$$

公式(1)中 C 为螺螨酯的残留浓度, C_0 为螺螨酯的初始浓度, T 为施药与采集样品之间的时间间隔; 公式(2)中 $T_{1/2}$ 为螺螨酯的降解半衰期, K 为降解速率常数。

3 结果与讨论

3.1 线性范围

定量分析结果表明, 在 0.01~2 mg/L 范围内, 螺螨酯在正己烷溶剂、苹果空白基质溶液以及土壤空白基质溶液中的峰面积(Y)与浓度(X , mg/L)均具有较好的线性关系。其中, 螺螨酯正己烷溶剂标准曲线为 $Y=5574.90X+534.51$, $r=0.9984$; 螺螨酯苹果基质标准曲线为 $Y=9060.20X+169.63$, $r=0.9997$; 土壤基质标准曲线为 $Y=8475.23X+122.03$, $r=0.9996$ 。上述标准曲线的线性方程斜率 $S_{\text{苹果}}/S_{\text{溶剂}}=1.63$, $S_{\text{土壤}}/S_{\text{溶剂}}=1.52$, 可以得出, 螺螨酯在苹果及土壤空白基质溶液中均存在较为明显的基质效应, 因此, 本实验采用基质配标液进行定量。

3.2 回收率及定量限

如表 1 所示, 在 0.01、0.5、0.8 及 2 mg/kg 添加水平下, 螺螨酯在苹果中的平均回收率为 92.0%~104.6%, 相对标准偏差为 1.4%~4.2%, 螺螨酯在土壤中的平均回收率为 91.6%~99.6%, 相对标准偏差为 1.7%~3.9%。结果表明, 该方法的回收率及精密度均符合农药残留试验要求。螺螨酯在苹果及土壤中的添加回收样品典型色谱图如图 1 所示。

表 1 螺螨酯在苹果和土壤中的加标回收率($n=5$)

样品基质	添加浓度(mg/kg)	平均回收率(%)	相对标准偏差(%)
苹果	0.01	104.6	4.2
	0.5	92.0	4.1
	0.8	101.2	1.6
土壤	2	99.4	1.4
	0.01	99.6	3.9
	0.5	91.6	3.3
	0.8	99.6	1.7
	2	97.2	1.8

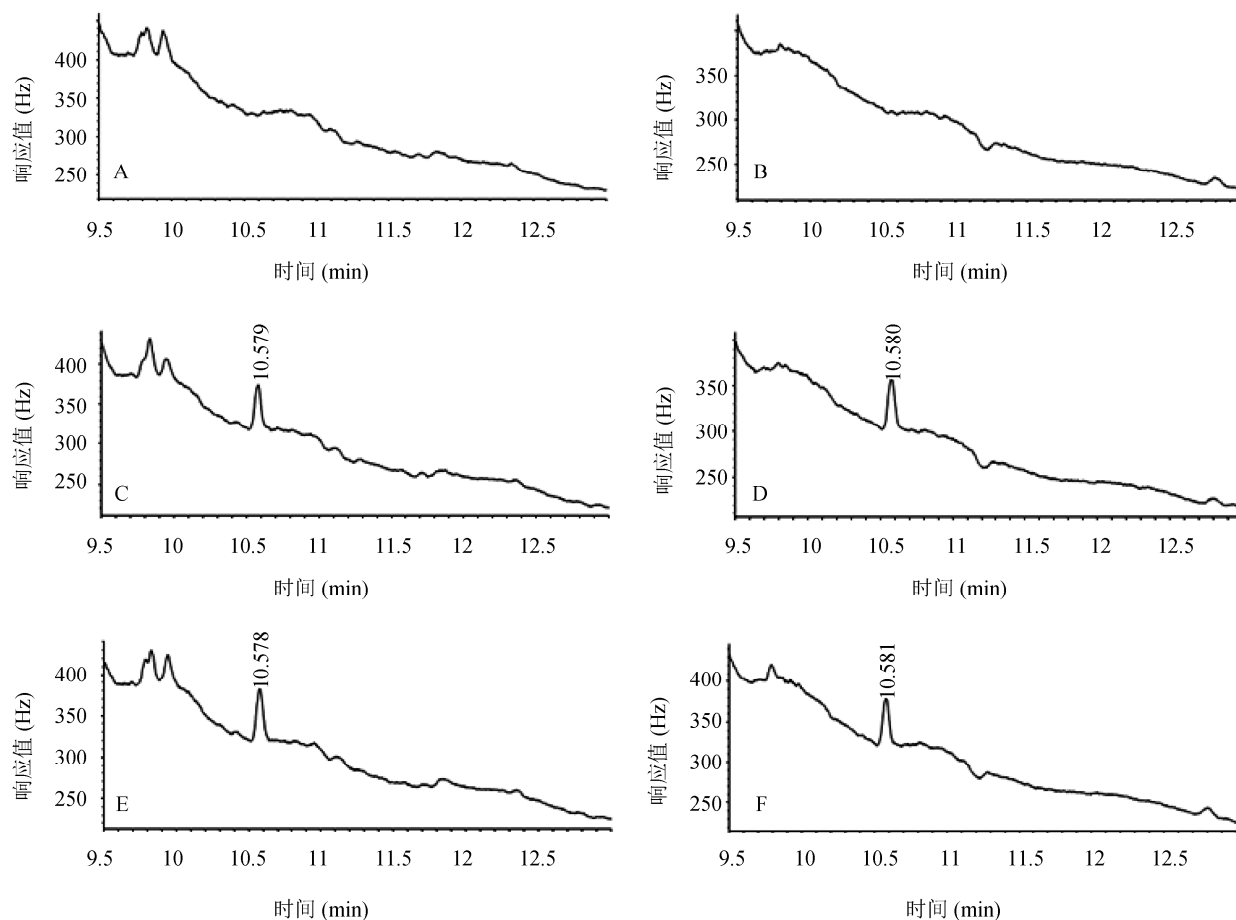


图1 螺螨酯气相色谱图

Fig. 1 Gas chromatograms of spiroticlofen

(A)苹果空白样品; (B)土壤空白样品; (C)螺螨酯苹果基质标 0.02 mg/L; (D)螺螨酯土壤基质标 0.02 mg/L; (E)螺螨酯苹果添加 0.01 mg/kg; (F)螺螨酯土壤添加 0.01 mg/kg

(A) blank of apple; (B) blank of soil; (C) 0.02 mg/L standard of spiroticlofen in apple matrix; (D) 0.02 mg/L standard of spiroticlofen in soil matrix; (E) spiroticlofen spiked in apple at 0.01 mg/kg; (F) spiroticlofen spiked in soil at 0.01 mg/kg

我国 NY/T788-2004《农药残留试验准则》^[24]中对于最低检测浓度(limit of quantification, LOQ)的定义为添加方法能检测出待测物在样品中的最低含量(以 mg/kg 为单位表示)。由于在逐渐减小螺螨酯添加浓度的条件下,本方法能够检测出螺螨酯在苹果及土壤样品中的最低含量均为 0.01 mg/kg,因此依据上述定义,确定本方法定量限为添加回收最低浓度 0.01 mg/kg。

3.3 消解动态

螺螨酯在苹果和土壤中的消解动态见表 2。如表 2 所示,螺螨酯在苹果及土壤中的消解动态符合一级动力学指数模型,其在苹果中的半衰期为 11~19 d,在土壤中的半衰期为 1.4~4.1 d,北京、安徽及山东 3 地的消解动态试验结果基本一致。结果表明,随着采样时间的延长,螺螨酯在苹果及土壤中的残留量均逐渐降低,但其在土壤中的消解速

度明显快于在苹果中的消解速度。结合近期有关苹果种植地土壤中存在螺螨酯高效降解菌的相关报道^[25],推测土壤相比苹果含有更为丰富的微生物可能是导致这种降解速率差异的原因之一。

3.4 最终残留

本试验设置高低两个施药剂量,低剂量按控制剂量 5000 倍稀释(90 mg a.i./kg),高剂量按控制剂量 3333 倍稀释(135 mg a.i./kg)施药,于苹果叶螨发生高峰期喷雾施药 1 次和 2 次,施药间隔为 30 d。最终残留结果如表 3 所示。数据表明,在距末次施药间隔为 30、40、50 d 的苹果样品中,螺螨酯的残留量均小于 0.071 mg/kg,远低于 CAC、美国及欧盟规定的螺螨酯在苹果上的 MRL 值 0.8 mg/kg。该结果表明,在推荐施药条件下,安全间隔期推荐 30 d 是安全合理的。

表 2 螺螨酯在苹果和土壤中的消解动态
Table 2 Dissipation of spiroticlofen in apple and soil

样品基质	试验地点	消解方程	相关系数(<i>r</i>)	半衰期(d)
苹果	北京	$C=0.12e^{-0.037T}$	-0.7918	19
	安徽	$C=0.31e^{-0.063T}$	-0.9587	11
土壤	山东	$C=0.06e^{-0.041T}$	-0.8501	17
	北京	$C=0.45e^{-0.18T}$	-0.9531	3.9
	安徽	$C=0.55e^{-0.50T}$	-0.9963	1.4
	山东	$C=0.04e^{-0.17T}$	-0.9381	4.1

表 3 螺螨酯在苹果和土壤中的最终残留
Table 3 The terminal residues of spiroticlofen in apple and soil

样品基质	采收间隔期(d)	残留中值(mg/kg)	残留最大值(mg/kg)
苹果	30	0.013	0.071
	40	0.012	0.042
	50	<0.01	0.036
土壤	30	<0.01	<0.01
	40	<0.01	<0.01
	50	<0.01	<0.01
	50	<0.01	<0.01

4 结 论

本研究建立了螺螨酯在苹果及土壤中的固相萃取结合 GC-ECD 的分析方法, 该方法简便快速、定量准确, 回收率及精密度均符合我国农药残留试验准则相关要求。研究了螺螨酯通过喷雾施药方式在苹果和土壤中的消解动态和最终残留, 结果表明, 螺螨酯在苹果和土壤中的半衰期分别为 11~19 d 和 1.4~4.1 d。45%螺螨酯·三唑锡悬浮剂按照推荐使用高剂量 90 mg a.i./kg 及其 1.5 倍剂量在苹果上施药 1 次和 2 次, 在距末次施药间隔为 30、40、50 d 的苹果样品中, 螺螨酯的残留量均低于 CAC、美国及欧盟规定的螺螨酯在苹果上的 MRL 值 0.8 mg/kg。这表明在推荐施药条件下, 采收间隔 30 d 之后的苹果是安全的。

参考文献

- [1] Feng XG, Xu LZ, Kong FR, *et al.* Spiroticlofen derivatives as highly potential acaricides: Synthesis, structure and bioactivity [J]. *Chem Res Chin U*, 2011, 27(6): 968–972.
- [2] 张怀江, 仇贵生, 闫文涛, 等. 新型杀螨剂螺螨酯防治苹果全爪螨药效试验 [J]. *中国果树*, 2008, (3): 40–41.
Zhang HJ, Qiu GS, Run WT, *et al.* The new acaricide spiroticlofen apple mite prevention efficacy trials [J]. *Chin Fruit Trees*, 2008, (3): 40–41.
- [3] 陶晔, 袁士涛, 王佳真, 等. 240g/L 螺螨酯悬浮剂防治苹果红蜘蛛的田间药效试验 [J]. *河北农业科学*, 2013, 17(5): 54–55.
Tao B, Yuan ST, Wang JZ, *et al.* Effect of 240 g/L Spiroticlofen SC to control European red mite in field [J]. *J Hebei Agr Sci*, 2013, 17(5): 54–55.
- [4] 陆恒, 陈炳旭, 董易之, 等. 新型杀螨剂螺螨酯对桔全爪螨的活性及药效评价 [J]. *中国南方果树*, 2010, 39(5): 43–46.
Lu H, Chen BX, Dong YZ, *et al.* Activity and efficacy evaluation of a new acaricide Spiroticlofen *Citrus* mite [J]. *South China Fruits*, 2010, 39(5): 43–46.
- [5] 毛腾霄. 6 种杀螨剂防治柑橘红蜘蛛田间药效 [J]. *安徽农业科学*, 2015, 14: 113–114.
Mao TX. Efficacy of 6 kinds of acaricides to control *Citrus* red mite in field [J]. *Anhui Agric Sci*, 2015, 14: 113–114.
- [6] 魏红, 李应华, 张济珍, 等. 不同浓度螺螨酯悬浮剂防治苹果二斑叶螨药效试验 [J]. *中国园艺文摘*, 2015, 09: 42–43.
Wei H, Li YH, Zhang KZ, *et al.* Different concentration of spiroticlofen SC prevention efficacy trials to control apple *Tetranychus urticae* [J]. *Chin Garden Abstract*, 2015, 09: 42–43.
- [7] 鞠光秀, 徐姗姗, 陈格新, 等. 24%螺螨酯可分散油悬浮剂的配方及田间防效 [J]. *现代农药*, 2016, 15 (1): 9–12.
Ju GX, Xu SS, Chen GX, *et al.* Formulation and control effect of Spiroticlofen Sulfonester 24% OD [J]. *Mod Agrochem*, 2016, 15(1): 9–12.
- [8] Marcic D, Ogurlic I, Peric P. Effects of spiroticlofen on the reproductive potential of two-spotted spider mite (acari: Tetranychidae) ovipositing females [J]. *Arch Biol Sci*, 2009, 61(4): 777–785.
- [9] Seyed-Talebi FS, Kheradmand K, Talaie-Hassanloui R, *et al.* Synergistic effect of beauveria bassiana and spiroticlofen on the two-spotted spider

- mite (*tetranychus urticae*) [J]. *Phytoparasitica*, 2014, 42(3): 405–412.
- [10] Codex Alimentarius. Codex alimentarius pesticide detail [EB/OL]. http://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/standards/pestres/pesticide-detail/en/?p_id=237. 2016-01-02.
- [11] United States Government Publishing Office. eCFR-Code of Federal Regulations [EB/OL]. http://www.ecfr.gov/cgi-bin/text-idx?SID=a98c4e1fd0e1bc4042ba51eda540b8b2&mc=true&node=se40.26.180_1608&rgn=d iv8. 2016-07-14.
- [12] European Commission. EU Pesticides database [EB/OL]. <http://ec.europa.eu/food/plant/pesticides/eu-pesticides-database/public/?event=pesticide.res idue.CurrentMRL&language=EN>. 2016-07-04.
- [13] GB2763-2014 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量 [S]. GB2763-2014 National Food Safety Standard-Maximum residue limits for pesticides in food [S].
- [14] 刘济宁, 韩志华, 吴冠群, 等. 柑桔与土壤中螺螨酯农药残留量分析[J]. *农业环境科学学报*, 2007, 26: 647–650.
Liu JN, Han ZH, Wu GQ, *et al.* Gas Chromatographic determination of Spirodiclofen residues in orange and soil [J]. *J Agro-Environ Sci*, 2007, 26: 647–650.
- [15] 白芸, 许鹏军, 高晓莎, 等. 苹果及土壤中的螺螨酯残留分析方法[J]. *分析科学学报*, 2009, 25(2): 229–231.
Bai Y, Xu PJ, Gao XS, *et al.* Determination of residual Spirodiclofen in apple and soil [J]. *J Anal Sci*, 2009, 25(2): 229–231.
- [16] 谢莉, 杨仁斌, 傅强, 等. 气相色谱法测定柑橘和土壤中螺螨酯残留[J]. *环境监测管理与技术*, 2012, 24(2): 40–44.
Xie L, Yang RB, Fu Q, *et al.* Determination for Spirodiclofen residues in orange and soil [J]. *Environ Monit Manag Technol*, 2012, 24(2): 40–44.
- [17] 李东, 李卫兵, 祝子铜, 等. 气相色谱法测定柑橘中螺螨酯残留量 [J]. *食品安全质量检测学报*, 2014, 5(8): 2496–2499.
Li D, Li WB, Zhu ZT, *et al.* Determination of Spirodiclofen in orange by gas chromatography [J]. *J Food Saf Qual*, 2014, 5(8): 2496–2499.
- [18] 赵亚洲, 谭红, 席陪宇, 等. 螺螨酯在土壤中的残留分析[J]. *农药*, 2014, 53(7): 509–511.
Zhao YZ, Tan H, Xi peiyu, *et al.* Residue analysis of spiroadiclofen in soil [J]. *Pesticides* 2014, 53(7): 509–511.
- [19] 许鹏军, 高晓莎, 陶晔, 等. 分散固相萃取-气相色谱四极杆质谱联用测定9种果品中的螺螨酯残留[J]. *分析化学*, 2008, 11: 1515–1520.
Xu PJ, Gao XS, Tao B, *et al.* Determination of spiroadiclofen residue in nine fruits by gas chromatography-quadrupole mass spectrometry with dispersive soil phase extraction [J]. *J Anal Sci*, 2008, 11: 1515–1520.
- [20] 谢莉, 杨仁斌, 傅强, 等. 螺螨酯在柑橘和土壤中残留及消解动态[J]. *中国农学通报*, 2012, 28(31): 271–276.
Xie L, Yang RB, Fu Q, *et al.* Residue and dissipation dynamics of spiroadiclofen in orange and soil [J]. *Chin Agric Sci Bull*, 2012, 28(31): 271–276.
- [21] Sun H, Liu C, Wang S, *et al.* Dissipation, residues, and risk assessment of spiroadiclofen in citrus [J]. *Environ Monit Assess*, 2013, 185(12): 10473–10477.
- [22] Sun D, Zhu Y, Pang J, *et al.* Residue level, persistence and safety of spiroadiclofen-pyridaben mixture in citrus fruits [J]. *Food Chem*, 2016, 194: 805–810.
- [23] 欧英娟, 彭晓春, 吴彦瑜, 等. 螺螨酯和联苯肼酯在柑橘中的残留降解及其膳食风险评估[J]. *广东化工*, 2016, 8(43): 39–41.
Ou YJ, Peng XC, Wu YY, *et al.* Degradation of spiroadiclofen and bifentazate residue in citrus and its risk [J]. *Guangdong Chem*, 2016, 8(43): 39–41.
- [24] NY/T 788-2004 农药残留试验准则 [S]. NY/T 788-2004 Guideline on pesticide residue trials [S].
- [25] 贾海飞, 朱永哲. 果园土壤中1株螺螨酯降解菌的筛选与降解率测定[J]. *青岛农业大学学报(自然科学版)*, 2016, 1: 52–56.
Jia HF, Zhu YZ. Screening and removal efficiency of a spiroadiclofen degrading bacterium [J]. *J Qingdao Agric Univ (NatSci)*, 2016, 1: 52–56.

(责任编辑: 姚菲)

作者简介



袁龙飞, 博士, 助理研究员, 主要研究方向为农药残留分析与食品安全。

E-mail: yuanlongfei@ioz.ac.cn