

XDE-175 及其代谢物在甘蓝和土壤中的残留动态研究

赵瑶瑶^{1,2}, 秦旭², 秦冬梅³, 孙扬², 孙有光¹, 徐应明²

(1.天津理工大学化学化工学院, 天津 300191; 2.农业部环境保护科研监测所污染防治研究室, 天津 300191; 3.农业部农药检定所, 北京 100026)

摘要:采用田间试验方法,研究了 XDE-175 及其代谢物 N-demethyl-XDE-175-J 和 N-formyl-XDE-175-J 在甘蓝和土壤中的残留动态。试样经溶剂浸泡捣碎振荡提取、净化、浓缩,用液相色谱法定量。本方法甘蓝中 XDE-175 及其代谢物 N-demethyl-XDE-175-J 和 N-formyl-XDE-175-J 平均回收率分别为 86.53%~101.23%、85.41%~95.47%和 77.71%~85.19%; 土壤中 XDE-175 及其代谢物 N-demethyl-XDE-175-J 和 N-formyl-XDE-175-J 平均回收率分别为 77.24%~80.23%、75.61%~80.09%和 78.08%~84.46%。试验结果表明,XDE-175 及其代谢物在甘蓝和土壤中消解速率较快,在天津和安徽两地甘蓝中其消解半衰期分别为 3.39 和 2.83 d,土壤中消解半衰期分别为 2.98 和 1.80 d。在甘蓝上使用 5.87% XDE-175 悬浮液,按照推荐剂量 2.0 倍(75.00 g^{am}·hm⁻²)最多施药 4 次,采收期距最后一次施药 1 d,甘蓝中 XDE-175 及其代谢物残留量均小于 1.0 mg·kg⁻¹。说明该药为低残留、易消解农药($t_{1/2}$ <30 d),按推荐剂量在甘蓝上使用是安全的,该项结果的获得为制定 XDE-175 在甘蓝上的安全使用准则提供了重要的科学依据。

关键词:XDE-175; 甘蓝; 土壤; 残留

中图分类号:X592 **文献标志码:**A **文章编号:**1672-2043(2009)05-1032-05

Residue Dynamics of XDE-175 and Its Metabolites in Cabbage and Soil

ZHAO Yao-yao^{1,2}, QIN Xu², QIN Dong-mei³, SUN Yang², SUN You-guang¹, XU Ying-ming²

(1.School of Chemical and Chemical Engineering, Tianjin University of Technology, Tianjin 300191, China; 2.Pollution Control Department, Agro-Environmental Protection Institute, Ministry of Agriculture, Tianjin 300191, China; 3.Institute for the control of Agro chemicals, Ministry of Agriculture, Beijing 100026, China)

Abstract:In order to make up a standard procedure for safe use of XDE-175 on cabbage, a field experiment was conducted to reveal the residue dynamics and residues of XDE-175 and its metabolites N-demethyl-XDE-175-J and N-formyl-XDE-175-J in cabbage and soil in Tianjin and Hefei two places. The residues of XDE-175 and its metabolites in cabbage and soil were determined by HPLC with C₁₈ column at UV 245 nm and using methanol:acetonitrile:2% ammonium acetate=45:45:10 as mobile phase. Cabbage and soil samples were ultrasonic extracted with acetonitrile and methanol respectively and cleaned up by liquid-liquid distribution. When adding of XDE-175 at the concentration of 0.05~0.50 mg·kg⁻¹, the average recoveries of XDE-175 and its metabolites N-demethyl-XDE-175-J and N-formyl-XDE-175-J were in a range of 86.53%~101.23%, 85.41%~95.47% and 77.71%~85.19% and coefficient of variation were 6.35%~7.04%, 3.38%~7.99% and 3.83%~5.97% in cabbage respectively. The degradation of XDE-175 in 5.87% suspension concentrate of XDE-175 in canbbage and soil was investigated using above method. The results showed that the degradation of XDE-175 in cabbage and soil was in accord with the regression equation. The half-lives of XDE-175 in cabbage and soil were 2.83~3.39 d and 1.80~2.98 d, respectively. When the cabbage was sprayed four times with 5.87% suspension concentrate of XDE-175 (the concentration of XDE-175 was 75.00 g^{am}·hm⁻²), at the 1st day after the last application, the final residues of XDE-175 and its metabolites in cabbage were all less than 1.0 mg·kg⁻¹, demonstrating that XDE-175 belonged to non-persistent pesticides($t_{1/2}$ <30 days). The result could offer certain scientific experimental reference for reasonably using the XDE-175 and appraising its environmental security in China.

Keywords:XDE-175; cabbage; soil residue

XDE-175 英文名称为 Spinetoram,是由美国陶氏

益农公司研制的一种新颖的多杀菌素杀虫剂^[1], Spinetoram 能够控制果树和坚果上的极其广谱的重要虫害。尤其值得注意的是能够控制果树上的的一种棘手的主要害虫蠹蛾,但试验表明,Spinetoram 对果树、坚果、葡萄和蔬菜作物上的大多数主要有益昆虫没有有害影响,与大多数目前正在使用的杀虫剂相比,其

收稿日期:2008-09-17

基金项目:农业部农药残留试验项目

作者简介:赵瑶瑶(1983—),女,黑龙江人,在读硕士,研究方向为农药残留及安全性评价。

通讯联系人:徐应明 E-mail:ymxu1999@126.com

用量低,在环境中的持效期短^[2-3]。迄今,国内外仅见有多杀菌素及代谢物的分析方法研究报道^[4-5]。其他农药如吡虫啉、锐劲特、溴虫腈、毒死蜱和甲基毒死蜱在甘蓝中的残留降解动态已有研究报道^[6-10],但尚未见有XDE-175及代谢物在甘蓝上的残留动态研究报道。本文通过大田试验,研究了XDE-175及其代谢物N-demethyl-XDE-175-J和N-formyl-XDE-175-J在甘蓝和土壤中的消解动态规律及其最终残留量,以便为该农药的登记及其在甘蓝上安全使用准则的制定提供重要的科学依据。

1 材料与方法

1.1 田间试验

5.87%XDE-175悬浮剂(XDE-175标准品纯度为96.2%,N-demethyl-XDE-175-J和N-formyl-XDE-175-J标准品纯度为99.7%,由美国陶氏益农公司提供);试验作物:甘蓝;参照农业部农药检定所制定的《农药残留试验准则》(NY/T788)进行,于2007年在天津及安徽合肥两地进行消解动态试验及最终残留试验。试验均设空白对照区、高剂量试验区、低剂量试验区和消解动态试验区。

1.1.1 残留消解动态试验

(1)5.87%XDE-175悬浮剂在甘蓝上的残留动态试验设计

采用1次施药多次采样的方法进行,在供试的甘蓝地设4个小区,每个小区面积为20 m²,随机排列。其中3个小区为施药处理区,另一个小区为空白对照区,小区之间设保护行,在甘蓝莲座期(16~24叶)以手动喷雾施药,施药剂量为75.00 g^{ai}·hm⁻²。施药后分别于1 h、1、3、7、14、21、28和35 d以随机多点的方式采集甘蓝叶2 kg和土壤(0~15 cm)2 kg,缩分后各取500 g,所有样品用塑料袋封装、编号,存放于-20℃冰柜内保存待测。

(2)5.87%XDE-175悬浮剂在土壤上的残留动态试验

在试验地附近选一块10 m²表面平整、墒情适中的地块进行土壤消解动态模拟试验,与甘蓝消解动态试验同时喷雾施药,施药剂量为75.00 g^{ai}·hm⁻²。施药后1 h、1、3、7、14、21、28和35 d随机采集土壤(0~15 cm)kg,将土壤样品去除杂物后按四分法留样500 g,所有样品用塑料袋封装、编号,于-20℃冰柜内保存待测。

1.1.2 最终残留试验

两个施药剂量,分别为低剂量37.50 g^{ai}·hm⁻²和高

剂量75.00 g^{ai}·hm⁻²,于甘蓝莲座期(16~24叶)开始第1次施药,各设3、4次施药处理,施药间隔为7 d,共4个施药处理和1个空白处理。每个施药处理重复3次,共13个小区,每个小区面积为20 m²。距最后1次施药1、3、7、14和21 d每小区随机采集甘蓝茎球4~6个,切碎,按四分法留样500 g。每小区采集土壤(0~15 cm)2 kg,去除杂物后按四分法留样500 g。所有样品用塑料袋封装、编号,于-20℃冰柜内保存待测。

1.2 分析方法^[3-5]

1.2.1 甘蓝

(1)提取

称取20 g甘蓝于250 mL烧杯中,加入60 mL提取液(乙腈:水=80:20),组织捣碎,捣碎后超声提取15 min,真空抽滤,收集滤渣,再加入提取液40 mL,超声15 min,真空抽滤,将两次滤液合并转入500 mL分液漏斗。

(2)净化

在分液漏斗中加入70 mL盐酸和氯化钠(0.16 mol·L⁻¹盐酸+5%氯化钠溶液=1:1,V/V)溶液,用1 mol·L⁻¹盐酸将溶液pH调节到2,用50 mL石油醚洗涤,弃去石油醚相。在水相中加入1 mol·L⁻¹氢氧化钠调节pH值至10~12,用石油醚50 mL萃取3次,收集石油醚相,旋转蒸发定容,待检测。

1.2.2 土壤

称取20 g土壤于250 mL三角瓶中,加入50 mL提取液(甲醇:0.1 mmol·L⁻¹NaOH=90:10),超声提取5 min,振荡30 min,真空抽滤,收集滤渣,加入50 mL提取液,超声5 min,过滤,真空抽滤,将两次滤液合并于250 mL平底烧瓶,旋转蒸发定容,待检测。

1.2.3 液相色谱测定

Waters Alliance 2695 高效液相色谱仪,PDA检测器,C-18色谱柱250 mm×4.6 mm,流速1 mL·min⁻¹,进样量20 μL,检测波长245 nm。流动相:甲醇:乙腈:2%乙酸铵水溶液=45:45:10(V/V/V)。

2 结果与讨论

2.1 方法灵敏度、准确度及精密性

采用外标峰面积定量计算。样品回收率用单点校正法定量,样品最终残留及消解动态试验采用标准曲线法定量。XDE-175: $y=21\,223x-773.77$,相关系数 $r=0.999\,1$;N-demethyl-XDE-175-J: $y=14\,573x+1\,424.5$,相关系数 $r=0.999\,9$;N-formyl-XDE-175-J: $y=12\,422x+1\,374.6$,相关系数 $r=0.998\,3$ 。

本方法最小检出量:XDE-175, 6×10^{-9} g, N-demethyl-XDE-175-J 和 N-formyl-XDE-175-J, 6×10^{-9} g; 最低检出浓度: 甘蓝和土壤, XDE-175, $0.01 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$, N-demethyl-XDE-175-J, $0.01 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$, NFJ 为 N-formyl-XDE-175-J, $0.01 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 。

本方法的准确度及精密度采用添加回收率和相对标准偏差来表示。在制备的空白甘蓝和土壤样品中添加适量的 XDE-175 及其代谢物 N-demethyl-XDE-175-J 和 N-formyl-XDE-175-J 标准溶液, 按上述的分析方法测定回收率, 空白样品均用 $(20 \pm 0.1) \text{ g}$, 添加浓度及测定结果列入表 1。

从表 1 可知, 甘蓝中 XDE-175、N-demethyl-XDE-175-J 和 N-formyl-XDE-175-J 平均回收率分别为 86.53%~101.23%、85.41%~95.47% 和 77.71%~85.19%, 相对标准偏差分别为 6.35%~7.48%、3.38%~7.99% 和 3.83%~5.97%; 土壤中 XDE-175、N-demethyl-XDE-175-J 和 N-formyl-XDE-175-J 平均回收率分别为 77.24%~80.23%、75.61%~80.09% 和 78.08%~84.46%, 相对标准偏差分别为 6.09%~9.13%、5.08%~5.94% 和 5.87%~7.34%, 符合农药残留分析的要求。

2.2 XDE-175 及其代谢物在甘蓝和土壤中的消解动态

南北两地样品分析结果分别列于表 2。XDE-175 的原始沉积量在天津地区甘蓝和土壤中分别为 2.016 6 和 $1.231 8 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$; 在安徽地区甘蓝和土壤中分别为

0.509 5 和 $0.744 0 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$, 如图 3 所示。随着时间的延长, XDE-175 的残留量逐渐下降, 其代谢产物在经过短暂增加后残留量也迅速下降, 两地的消解状况较为一致。施药后的农药在农作物、环境中的残留量一般随时间变化以近似负指数函数递减的规律变化, 可用

表 1 XDE-175 及其代谢物在甘蓝和土壤中的添加回收率

Table 1 Recoveries of XDE-175 and its metabolites in cabbage and soil				
项目		添加浓度/ $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$	5 次平均回收率/%	相对标准偏差/%
XDE-175	甘蓝	0.05	90.03	7.04
		0.10	86.53	7.48
		0.50	101.23	6.35
	土壤	0.05	79.94	7.45
		0.10	77.24	6.09
		0.50	80.23	9.13
N-demethyl-XDE-175-J	甘蓝	0.05	85.41	7.99
		0.10	93.24	3.38
		0.50	95.47	4.56
	土壤	0.05	75.61	5.81
		0.10	79.63	5.94
		0.50	80.09	5.08
N-formyl-XDE-175-J	甘蓝	0.05	77.71	5.97
		0.10	84.46	5.10
		0.50	85.19	3.83
	土壤	0.05	84.46	7.34
		0.10	80.23	5.87
		0.50	78.08	6.33

表 2 XDE-175 及其代谢物在甘蓝和土壤中的消解动态

Table 2 Degradation dynamics of XDE-175 and its metabolites in cabbage and soil

地点	施药后天数/d	甘蓝中含量/ $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$			甘蓝中消失率/%	土壤中含量/ $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$			土壤中消失率/%
		XDE-175	NDJ	NFJ		XDE-175	NDJ	NFJ	
天津	0	1.940	0.044	ND	—	1.822	0.053	0.032	—
	1	1.605	0.244	ND	17.30	1.054	0.128	0.129	42.15
	3	1.030	0.072	ND	46.96	0.910	0.113	0.079	50.05
	7	0.510	0.036	ND	73.74	0.433	0.084	0.100	76.29
	14	0.092	ND	ND	95.26	0.265	0.021	0.055	85.51
	21	ND	ND	ND	100	0.130	ND	0.030	92.86
	28	ND	ND	ND	—	0.091	ND	ND	94.95
	35	ND	ND	ND	—	ND	ND	ND	100
安徽	0	0.638	ND	0.096	—	0.966	ND	0.062	—
	1	0.502	0.054	0.199	21.32	0.750	0.060	0.052	22.36
	3	0.256	0.108	0.114	59.87	0.334	0.068	0.036	65.42
	7	0.104	0.068	0.082	83.70	0.074	0.096	0.016	92.34
	14	0.064	0.028	0.044	89.97	0.048	0.038	ND	95.03
	21	ND	ND	ND	100	ND	ND	ND	100
	28	ND	ND	ND	—	ND	ND	ND	—
	35	ND	ND	ND	—	ND	ND	ND	—

注:ND 表示“未检出”,NDJ 为“N-demethyl-XDE-175-J”,NFJ 为“N-formyl-XDE-175-J”。

一般反应动力学方程式计算:

$$C_t = C_0 e^{-kt}$$

式中: C_t 为时间 t (d 或 h) 时的农药残留量, 单位为 $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$, C_0 为施药后的原始沉积量, 单位为 $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$, k 为消解系数, t 为施药后时间, 单位为 d 或 h。

将表 2 中数据统计分析, 得到 XDE-175 在甘蓝及土壤中残留消解动态回归方程, 分别列于表 3。在

表 3 XDE-175 在甘蓝和土壤中的消解动态回归方程

Table 3 Residue dynamics of XDE-175 in cabbage and soil

项目	试验地点	原始沉积量/ $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$	回归方程	相关系数	半衰期/d
甘蓝	天津	2.016 6	$C_t = 2.016 6 e^{-0.216 0k}$	0.995 9	3.39
	安徽	0.509 5	$C_t = 0.509 5 e^{-0.165 7k}$	0.909 7	2.83
土壤	天津	1.231 8	$C_t = 1.231 8 e^{-0.101 4k}$	0.987 8	2.98
	安徽	0.744 0	$C_t = 0.744 0 e^{-0.223 2k}$	0.940 0	1.80

表 4 天津和安徽地区 XDE-175 及其代谢物在甘蓝和土壤中的最终残留量

Table 4 Final residues of XDE-175 and its metabolites in cabbage and soil in Tianjin and Anhui

地点	施药剂量/ $\text{g}^a \cdot \text{hm}^{-2}$	施药次数	末次施药距采样期/d	甘蓝中含量/ $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$			土壤中含量/ $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$		
				XDE-175	NDJ	NFJ	XDE-175	NDJ	NFJ
天津	37.50	3	1	0.371	ND	ND	0.061	ND	ND
			3	0.196	0.098	0.056	0.032	0.146	ND
			7	0.136	ND	ND	0.024	ND	ND
			14	0.098	0.014	ND	ND	ND	ND
			21	ND	ND	ND	ND	ND	ND
		4	1	0.396	ND	ND	0.187	ND	ND
			3	0.220	0.032	ND	0.098	0.065	ND
			7	0.074	0.014	0.126	0.002	0.054	ND
			14	0.038	0.028	ND	ND	ND	ND
			21	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	75.00	3	1	0.546	ND	ND	0.164	ND	ND
			3	0.406	ND	0.335	0.088	0.014	ND
			7	0.228	ND	ND	0.066	0.126	ND
			14	0.119	0.024	0.017	ND	ND	ND
			21	ND	ND	ND	ND	ND	ND
		4	1	0.873	ND	ND	0.253	ND	ND
			3	0.469	0.173	0.378	0.128	0.024	0.024
			7	0.167	0.084	0.185	0.082	0.096	0.014
安徽	37.50	3	14	0.137	0.066	0.032	ND	ND	ND
			21	ND	ND	ND	ND	ND	ND
		4	1	0.143	ND	ND	0.140	ND	ND
			3	0.066	0.024	ND	0.053	ND	ND
			7	0.028	0.008	ND	0.026	0.022	0.018
			14	ND	ND	ND	ND	ND	ND
			21	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	75.00	3	1	0.192	ND	ND	ND	ND	ND
			3	0.084	0.044	0.084	ND	0.074	0.028
			7	0.026	ND	0.032	0.022	ND	0.031
			14	ND	ND	ND	ND	ND	ND
			21	ND	ND	ND	ND	ND	ND
		4	1	0.330	ND	ND	0.033	ND	ND
			3	0.130	0.035	0.096	0.053	0.078	ND
			7	0.028	0.034	0.064	0.057	0.042	ND
			14	ND	ND	ND	ND	0.026	ND
			21	ND	ND	ND	ND	ND	ND
			1	0.397	ND	ND	0.430	ND	ND
			3	0.162	0.044	0.116	0.249	0.126	0.046
			7	0.047	0.039	0.016	0.032	0.012	0.042
			14	ND	ND	ND	ND	ND	ND
			21	ND	ND	ND	ND	ND	ND

注: ND 表示“未检出”, “NDJ”为 N-demethyl-XDE-175-J, “NFJ”为 N-formyl-XDE-175-J。

天津地区 XDE-175 在甘蓝和土壤中的半衰期分别为 3.39 和 2.98 d。在安徽地区 XDE-175 在甘蓝茎叶和土壤中的半衰期分别为 2.83 和 1.80 d。XDE-175 在甘蓝及土壤中的消解速率南方明显比北方快,这可能与南方气温比北方高等因素有关。

2.3 XDE-175 及其代谢产物在甘蓝和土壤中的最终残留量

按前述的田间试验设计,施药剂量分别为 $37.50 \text{ g}^{\text{ai}} \cdot \text{hm}^{-2}$ 和 $75.00 \text{ g}^{\text{ai}} \cdot \text{hm}^{-2}$,施药次数为 3 次和 4 次,距最后 1 次施药 1、3、7、14 和 21 d 分别采集甘蓝和土壤样品进行检测(表 4),试验结果表明,距最后 1 次施药间隔 1 d 时,XDE-175 及其代谢物 N-demethyl-XDE-175-J 和 N-formyl-XDE-175-J 在甘蓝中的最高残留量均小于 $1.0 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 。说明 XDE-175 及其代谢物在甘蓝中消解速率较快,残留量较低。

3 结论

施用 5.87% XDE-175 悬浮剂,施药剂量为 $75.00 \text{ g}^{\text{ai}} \cdot \text{hm}^{-2}$,XDE-175 及其代谢物在甘蓝和土壤中消解速率较快,甘蓝中 XDE-175 消解半衰期分别为 3.39 d(天津)和 2.83 d(安徽),土壤中 XDE-175 消解半衰期分别为 2.98 d(天津)和 1.80 d(安徽),其两种代谢产物 N-demethyl-XDE-175-J 和 N-formyl-XDE-175-J 一般在 3 d 后达到最高,随后逐渐降低,在 21 d 均未检出,其降解速率比其母体 XDE-175 要快 1 d 左右。试验结果表明,按推荐使用剂量 $37.50 \text{ g}^{\text{ai}} \cdot \text{hm}^{-2}$ 和 2.0 倍使用剂量 $75.00 \text{ g}^{\text{ai}} \cdot \text{hm}^{-2}$ 兑水喷施 3 次和 4 次,采收期距最后 1 次施药 1 d 时,XDE-175 及其代谢产物 N-demethyl-XDE-175-J 和 N-formyl-XDE-175-J 在甘蓝中检出量均小于 $1.0 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 。

据检索,美国环保署[EPA]规定,XDE-175 残留的许可限量:甘蓝, $10 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$;叶类植物(除芸苔类外), $8 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$;豆叶类植物, $8.0 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ [11]。

本试验结果表明,按推荐使用剂量 2 倍使用 5.87% XDE-175 悬浮剂,最多施药 4 次,采收期距最后 1 次施药 1 d 时,XDE-175 及其代谢产物在甘蓝上的最高残留量均低于 $1.0 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 。说明 5.87% XDE-175 悬浮剂按推荐剂量使用,采收期距最后 1 次施药 1 d 时在甘蓝上的残留是安全的。

参考文献:

[1] 朱 秦. 陶氏益农公司获得 spinetoram 的第一个全球登记[J]. 农药市

场信息, 2007, 21: 25.

ZHU Qin. DOW agro sciences obtained the first spinetoram world register[J]. *Agriculture Market Information*, 2007, 21: 25.

[2] 邓天福, 莫建初. 多杀菌素的应用研究进展[J]. 城市害虫防治, 2006 (1): 15-20.

DENG Tian-fu, MO Jian-chu. Advanced in the application research of spinosyns[J]. *City Pest Prevention*, 2006(1): 15-20.

[3] 李 姐, 汪清民, 黄润秋. 多杀菌素的研究进展[J]. 农药学学报, 2003, 5(2): 1-12.

LI Da, WANG Qing-min, HUANG Run-qiu. Advanced in the research of spinosyns[J]. *Chinese Journal of Pesticide Science*, 2003, 5(2): 1-12.

[4] 张 苑, 金志华, 林建平, 等. 多杀菌素的高效液相色谱法测定[J]. 农药, 2003, 42(10): 27-28.

ZHANG Yuan, JIN Zhi-hua, LIN Jian-ping, et al. Determination of spinosyns by HPLC[J]. *Pesticides*, 2003, 42(10): 28-29.

[5] West S D, Yeh I T, Turner L G, et al. Determination of spinosyns and its metabolites in food and environmental matrices. high-performance liquid chromatography with ultraviolet detection[J]. *J Agric Food Chem*, 2000, 48(11): 5131-5137.

[6] 楼建晴, 程敬丽, 朱国念. 吡虫啉在甘蓝上的残留动态[J]. 农药, 2004, 43(1): 40-43.

LOU Jian-qing, CHENG Jing-li, ZHU Guo-nian. Residues of imidacloprid in cabbage and soil[J]. *Chinese Journal of Pesticide*, 2004, 43(1): 40-43.

[7] 李培征, 邓新平, 罗公树, 等. 锐劲特在甘蓝中的残留动态研究[J]. 西南农业大学学报(自然科学版), 2005, 27(3): 331-334.

LI Pei-zheng, DENG Xin-ping, LUO Gong-shu, et al. Study on residues of fipronil in cabbage[J]. *Journal of Southwest Agricultural University (Natural Science)*, 2005, 27(3): 331-334.

[8] 陈九星, 曹永松, 王跃龙, 等. 溴虫腈在甘蓝及土壤中的残留检测及降解动态[J]. 环境科学学报, 2005, 25(10): 1373-1377.

CHEN Jiu-xin, CAO Yong-song, WANG Yue-long, et al. Residue detection and dissipation of chlorfenapyr in cabbage and soil[J]. *Acta Scientiae Circumstantiae*, 2005, 25(10): 1373-1377.

[9] 袁玉伟, 司朝光, 林 桓, 等. 毒死蜱、氰戊菊酯和高效氯氟菊酯在甘蓝中的残留动态研究[J]. 农业环境科学学报, 2008, 27(3): 1199-1202.

YUAN Yu-wei, SI Chao-guang, LIN Huan, et al. Residual dynamics of chlorpyrifos, fenvalerate and beta-cypermethrin in cabbage[J]. *Journal of Agro-Environment Science*, 2008, 27(3): 1199-1202.

[10] 范志先, 朱杰丽, 许允成, 等. 甲基毒死蜱在甘蓝及土壤上的残留动态研究[J]. 农业环境科学学报, 2003, 22(2): 235-237.

FAN Zhi-xian, ZHU Jie-li, XU Yun-cheng, et al. Dynamics of chlorpyrifos-methyl residues on cabbage and soil[J]. *Journal of Agro-Environment Science*, 2003, 22(2): 235-237.

[11] 国家食品安全信息中心. 美国拟定各种商品内/表杀虫剂 XDE-175 限量 (<http://www.fsi.gov.cn/news.view.jsp?id=7697>)

National Food Safety Information Center. American drafted kinds of good internal and external XDE-175 limited quantity. (<http://www.fsi.gov.cn/news.view.jsp?id=7697>)