

水稻及稻田环境中烯啶虫胺残留消解动态及膳食风险评价

苑学霞¹, 张 勇^{2*}, 王文博¹, 李瑞菊¹

(1.山东省农业科学院农业质量标准与检测技术研究所, 山东省食品质量与安全检测技术重点实验室, 山东 济南 250100; 2.山东省土地调查规划院, 山东 济南 250014)

摘 要:为评价烯啶虫胺在水稻中的残留及膳食摄入风险,于山东、河南、安徽进行了两年三地的田间试验。结果表明:烯啶虫胺在水稻和田水中的半衰期分别小于 1.4 d 和 4.2 d,属于易降解农药。糙米最终残留量均低于 $0.05 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$,低于日本设定的最大残留限量(MRL) $0.5 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 。针对我国不同人群的膳食摄入及风险评估暴露,烯啶虫胺膳食暴露风险低,处于可接受的安全水平。

关键词:烯啶虫胺;水稻;土壤;消解;风险评价

中图分类号:X592

文献标志码:A

文章编号:2095-6819(2016)05-0477-05

doi: 10.13254/j.jare.2016.0077

引用格式:

苑学霞, 张 勇, 王文博, 等. 水稻及稻田环境中烯啶虫胺残留消解动态及膳食风险评价[J]. 农业资源与环境学报, 2016, 33(5):477-481.

YUAN Xue-xia, ZHANG Yong, WANG Wen-bo, et al. Dynamics, Residue and Risk Assessment of Nitenpyram in Rice and Paddy Field[J]. *Journal of Agricultural Resources and Environment*, 2016, 33(5): 477-481.

Dynamics, Residue and Risk Assessment of Nitenpyram in Rice and Paddy Field

YUAN Xue-xia¹, ZHANG Yong^{2*}, WANG Wen-bo¹, LI Rui-ju¹

(1.Institute of Agricultural Standards and Testing Technology for Agro-Products, Shandong Academy of Agricultural Sciences & Shandong Provincial Key Laboratory of Test Technology on Food Quality and Safety, Jinan 250100, China; 2.Land Surveying and Planning Institute of Shandong Province, Jinan 250014, China)

Abstract: Residues dynamics, final residual levels and dietary intake risk of nitenpyram in rice and paddy field were investigated in three different regions of China (Shandong, Henan and Anhui). A method was illustrated to detect nitenpyram residues in paddy, plant, brown rice, paddy water and soil. The residues in paddy and rice were extracted with methanol+phosphate buffer ($0.2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, pH=7.0) (60+40), adjust pH to 2.5, then cleaned up with solid phase extraction column and $0.22 \mu\text{m}$ filter membrane, and then analyzed by HPLC with an ultraviolet detector at 260 nm. When spiked 0.05, 0.5, 1.0 $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$, the recoveries of nitenpyram in paddy plant and brown rice were 78.4%~94.7% and 84.0%~94.2%, respectively. The residues in paddy water and soil were extracted with phosphate buffer ($0.2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, pH=7.0), when spiked 0.01, 0.5, 1.0 $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$, the recoveries of nitenpyram in paddy water and soil were 84.6%~98.0% and 93.7%~97.1%, respectively, which indicated this method match the requirement of the detection. Two years results showed that nitenpyram belongs to easily degraded pesticides, because all half-lives were below 1.4 d in rice plant, as well as below 4.2 d in paddy water. Final residual levels of nitenpyram in rice were all below $0.05 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$, which was far below the Japanese maximum residue limit ($0.5 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$). The risk quotients (RQs) were low for different populations in China, which indicated its low risk in rice. Therefore, the rice with nitenpyram applied, according to the recommend method, $45 \text{ g} \cdot \text{hm}^{-2}$ application once, with 21 days collection interval, was safe.

Keywords: nitenpyram; paddy; soil; dissipation; risk assessment

烯啶虫胺(Nitenpyram)是一种新烟碱类杀虫剂,是国内新推广的一种替代高毒有机磷农药的新品

种^[1]。用于防治褐飞虱^[2]、白飞虱^[3-4]、烟粉虱^[5]、棉蚜^[6-7]等刺吸式口器害虫。主要作用于昆虫神经系统,对害虫的突触受体具有神经阻断作用,具有优异的内吸和渗透作用以及高效、无交互抗性、对作物无药害等特点,适用的作物有水稻、棉花、蔬菜、果树和茶叶等^[1]。目前,烯啶虫胺在日本已有登记使用,其在水稻(糙

收稿日期:2016-03-24

基金项目:国家“948”重点项目(2011-G30)

作者简介:苑学霞(1980—),女,博士,副研究员,研究方向为农产品质量安全与检测技术。E-mail: yuanxuexia@sohu.com

*通信作者:张 勇 E-mail: zhangyongjeff@163.com

米)上的最大残留限量(MRL, maximum residue limit)为 $0.5 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$,我国 GB 2763—2014 食品中农药最大残留限量中仅制定了烯啶虫胺在棉籽和柑橘中的临时 MRL 分别为 0.05 、 $0.5 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$,还未制定其在水稻上的 MRL。

目前国内外已有关于烯啶虫胺在甘蓝、苹果、柑橘、棉花等植物及土壤中残留及消解动态^[8-11]的研究,检测方法有气相色谱法^[8-9]、超高效液相色谱-串联质谱法^[10-12]、毛细管电泳串联质谱等^[13]。杨金川等^[14]采用二氯甲烷萃取高效液相色谱法研究了烯啶虫胺在一年一地水稻和稻田环境中的残留及消解动态,但制定合理的农药 MRL 标准需要更多具有充分代表性、不同年度、不同品种、不同生态环境试验点的残留数据,且未对其进行膳食风险评价。

本研究在山东省济南市、河南省郑州市、安徽省宿州市 3 地进行了 2 年试验,对烯啶虫胺在水稻、田水和土壤中的残留动态和最终残留量进行研究,针对所得的残留结果进行了膳食暴露风险评价,旨在为水稻种植过程中烯啶虫胺的合理使用及制定 MRL 值标准提供科学依据。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

高效液相色谱系统:Waters 2695 配紫外检测器(2487);高速分散匀浆机:IKA-WERLE T25BS2;旋转蒸发仪:德国 Heidolph;高速离心机:Sigma 3K30。

60%烯啶虫胺可湿性粉剂:由江苏丰山集团有限公司提供;烯啶虫胺标准品:购自农业部环境保护科研监测所(浓度 $1000 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$),使用时用流动相稀释;磷酸:分析纯;磷酸二氢钠:分析纯;磷酸氢二钠:分析纯;氨水:分析纯;甲醇:色谱纯。

色谱柱:Atlantis C18 $3.6 \times 250 \text{ mm}$;PCX 萃取柱:60 mg, 3 mL,均购自 Waters 公司。

1.2 分析方法

1.2.1 样品的提取

植株、糙米和稻壳:称取植株、糙米和稻壳 5.00 g,加入 20 mL 甲醇+磷酸盐缓冲液($0.2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, pH=7.0)(60+40),高速均浆 1 min, $4000 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ 离心 5 min,将上清液倒入另一离心管中。再加入 20 mL 甲醇+磷酸盐缓冲液($0.2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, pH=7.0)(60+40)提取 1 次,合并 2 次上清液。在旋转蒸发器上将甲醇蒸掉,用磷酸调节 pH 值至 2.5,待净化。

土壤:称取土壤 10.00 g,加入 20 mL 磷酸盐缓冲

液($0.2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, pH=7.0),剧烈旋涡 1 min, $4000 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ 离心 5 min,将上清液倒入另一离心管中。再加入 20 mL 磷酸盐缓冲液($0.2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, pH=7.0)提取 1 次,合并 2 次上清液。用磷酸调节 pH 值至 2.5,待净化。

田水:称取田水 20.00 g,加入 20 mL 磷酸盐缓冲液($0.2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, pH=7.0),剧烈旋涡 1 min, $4000 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ 离心 5 min,将上清液用磷酸调节 pH 值至 2.5,待净化。

1.2.2 净化

PCX 柱(60 mg, 3 mL)分别用 5 mL 甲醇、5 mL 水、5 mL 磷酸盐缓冲液($0.2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, pH=2.5)预洗,上样,分别用 3 mL 水、5 mL 甲醇淋洗,最后用 3 mL 氨化甲醇(5%)洗脱并收集,氮气吹干洗脱液,用 2 mL 甲醇定容,过 $0.20 \mu\text{m}$ 滤膜上机测定。

1.2.3 分析测定

仪器条件:柱温:30℃;色谱柱:Atlantis C18 $3.6 \times 250 \text{ mm}$;流动相:水+乙腈(植株、糙米和稻壳:90+10;土壤和田水:80+20);流速: $1.0 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$;检测波长:260 nm;进样量:10 μL 。

1.2.4 添加回收率试验

对空白水稻植株、糙米样品在 0.05、0.5、1.0 $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 3 个浓度水平上进行添加,对空白土壤、田水样品在 0.01、0.5、1.0 $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 3 个浓度水平上进行添加,重复 5 次,按照以上方法进行提取净化并测定。

1.3 田间试验方法

按照 NY/T 788—2004 农药残留实验准则和农药登记残留田间试验标准操作规程^[15],分别在山东省济南市、河南省郑州市、安徽省宿州市 3 个试验点进行试验,水稻品种分别为粳稻 9047(山东)、郑稻 18(河南)、皖稻 54 粳熟常规型(安徽)。山东省济南市土壤类型属于褐土,有机质含量 1.42%;河南省郑州市土壤类型属于褐土,有机质含量 1.52%;安徽省宿州市土壤类型属于潮土,有机质含量 1.54%。试验连续进行 2 年。

设计试验小区,每个小区 30 m^2 。每个处理设 3 个重复小区,小区之间设保护行。试验小区可以按照用药量由低到高的顺序排列,避免交叉污染。再另设对照小区,与处理区设计隔离带,避免漂移、挥发和淋溶污染,喷药方法为背负式手动喷雾器。

1.3.1 烯啶虫胺在水稻、田水和土壤中的消解动态试验

施药剂量为推荐使用剂量(有效成分为 $45 \text{ g} \cdot \text{hm}^{-2}$)的 1.5 倍,有效成分为 $67.5 \text{ g} \cdot \text{hm}^{-2}$,采用喷雾法于飞

虱发生期施药 1 次,分别于施药后 2、6 h 和 1、2、3、7、14、21 d 采集水稻植株、田水和土壤。重复 3 次,同时设空白对照小区。

1.3.2 烯啶虫胺在水稻、田水和土壤中的最终残留试验

本药推荐使用方法:有效成分 45 g·hm⁻²,施药 1 次,采收间隔期 21 d。本试验中设 2 个施药剂量:推荐使用剂量和推荐使用剂量的 1.5 倍,有效成分分别为 45、67.5 g·hm⁻²,每个剂量分别设 1 次和 2 次施药次数。于飞虱发生期施药,施药间隔期为 7 d,距最后 1 次施药 14、21 d 后分别采集植株、糙米、田水和土壤样品。每个处理设 3 个重复,小区间设保护行,同时设空白对照小区。

1.4 慢性膳食摄入风险评价

慢性膳食暴露量和风险评价结果分别由公式(1)和(2)计算得出。

$$EED=(CRL\times Fi)/bw$$
 (1)

$$RQ=EED/ADI$$
 (2)

式中:*EED*(Estimated exposure dose)估计暴露量,μg·kg⁻¹; *CRL*(Calculated residue level)为理论残留量,mg·kg⁻¹; *Fi*(Food intake)为食物摄入量,g; *bw* 为体重,kg; *RQ*(Risk quotient)为风险商值; *ADI*(Acceptable daily intake)为每日允许摄入量,μg·kg⁻¹。*RQ*>1 时,表示存在不可接受的较大风险,数值越大,风险越大;当 *RQ*<1 时,表示风险是可接受的,数值越小,风险越小^[16]。

2 结果与讨论

2.1 烯啶虫胺添加回收率及最低检出浓度

试验结果表明,在 0.05、0.5、1.0 mg·kg⁻¹ 3 个浓度水平上,在水稻植株中回收率为 78.4%~94.7%,在糙米中的回收率为 84.0%~94.2%;在 0.01、0.5、1.0 mg·kg⁻¹ 3 个浓度水平上,在田水中的回收率为 84.6%~98.0%,在土壤中的回收率为 93.7%~97.1%,相对标准偏差(RSD)为 2.2%~9.7%(见表 1),符合农药残留实验准则中分析要求,本检测方法所得结果可靠。

表 1 烯啶虫胺在水稻植株、糙米、田水和土壤中的添加回收率及相对标准偏差(*n*=5)

Table 1 Recovery and RSD of nitenpyram in paddy, rice, water and soil(*n*=5)

样本	添加水平/mg·kg ⁻¹	回收率/%	相对标准偏差/%
水稻植株	0.05	94.7	3.7
	0.5	88.0	7.3
	1.0	78.4	5.1
糙米	0.05	94.2	3.2
	0.5	89.1	7.1
	1.0	84.0	3.9
田水	0.01	84.6	3.5
	0.5	96.3	8.0
	1.0	98.0	4.8
土壤	0.01	93.7	3.5
	0.5	97.1	2.2
	1.0	95.6	9.7

本试验方法中的烯啶虫胺在水稻植株和糙米中的最低检出浓度为 0.05 mg·kg⁻¹,在田水和土壤中的最低检出浓度为 0.01 mg·kg⁻¹。

2.2 烯啶虫胺在水稻、田水和土壤中的消解动态试验

烯啶虫胺在水稻植株和田水中的消解动态结果见表 2、表 3。其消解规律均符合一级动力学方程,在水稻植株中的半衰期为 0.90~1.4 d,在田水中的半衰期为 0.60~4.2 d。两年三地的消解趋势基本一致,施药 7 d 后烯啶虫胺残留均小于最低检出浓度(植株:0.05 mg·kg⁻¹;田水:0.01 mg·kg⁻¹),消解速率快,属于易降解农药(半衰期<30 d)^[17]。

水稻田中施烯啶虫胺 2 h 后,在土壤中的原始残留量很低,两年三地的结果表明:施药后 2 h 和 6 h 土壤中烯啶虫胺的浓度在 0.01~0.023 mg·kg⁻¹ 之间,1 d 后残留量均低于 0.01 mg·kg⁻¹,其原因可能是农药施用后,迅速溶解于水中,故吸附于土壤中的烯啶虫胺较少。本试验与杨金川等^[14]的研究结果有所不同,他在水稻土壤中 2 h 采样未检测到烯啶虫胺,可能因为其采用的检测方法的最低检出浓度为 0.04 mg·kg⁻¹,高于本试验中的 0.01 mg·kg⁻¹。其未设置施药

表 2 烯啶虫胺在水稻植株中的消解动态
Table 2 Dissipation of nitenpyram in paddy plant

试验地点	第 1 年			第 2 年		
	消解动态方程	相关系数 <i>R</i> ²	半衰期/d	消解动态方程	相关系数 <i>R</i> ²	半衰期/d
山东	<i>C_t</i> =0.354 0e ^{-0.741 4<i>T</i>}	0.834 5	0.94	<i>C_t</i> =0.244 1e ^{-0.533 1<i>T</i>}	0.876 7	1.3
河南	<i>C_t</i> =0.441 3e ^{-0.773 5<i>T</i>}	0.936 2	0.90	<i>C_t</i> = 0.179 3e ^{-0.478 1<i>T</i>}	0.846 8	1.4
安徽	<i>C_t</i> =0.284 6e ^{-0.695 7<i>T</i>}	0.785 7	1.0	<i>C_t</i> = 0.280 3e ^{-0.654 3<i>T</i>}	0.782 2	1.1

表 3 烯啶虫胺在水稻田水中的消解动态
Table 3 Dissipation of nitenpyram in paddy water

试验地点	第 1 年			第 2 年		
	消解动态方程	相关系数 R^2	半衰期/d	消解动态方程	相关系数 R^2	半衰期/d
山东	$C_T=0.157\ 4e^{-0.872T}$	0.891 1	0.79	$C_T=0.167e^{-0.924\ 7T}$	0.899 3	0.75
河南	$C_T=0.187\ 4e^{-0.104\ 6T}$	0.952 4	0.66	$C_T=0.218\ 4e^{-1.157\ 4T}$	0.886 6	0.60
安徽	$C_T=0.208\ 6e^{-0.166\ 3T}$	0.958 2	4.2	$C_T=0.174e^{-0.451\ 1T}$	0.810 2	1.5

后 6 h 时间采样,没有这个采样时间的数据。因此,应采用更灵敏的检测方法和布置合理的采样时间才能得到更真实的试验结果。另外,杨金川等^[14]也认为由于外界环境、土壤类型、土壤理化性质、pH 值、土壤微生物等因素的不同而造成结果的不同。

2.3 烯啶虫胺在水稻、田水和土壤中的最终残留试验

在两年三地的试验中,距末次施药后 14 d 和 21 d,按推荐使用剂量(有效成分分别为 $45\text{ g}\cdot\text{hm}^{-2}$)和推荐使用剂量的 1.5 倍($67.5\text{ g}\cdot\text{hm}^{-2}$)喷施的水稻植株、糙米中最终残留量均低于 $0.05\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$;在田水和土壤中的最终残留量均低于 $0.01\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 。这与其他人的研究结果一致^[14]。在糙米中的最终残留量 $<0.05\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$,远低于日本设定的 MRL 标准($0.5\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$)。

2.4 慢性膳食摄入风险评价

根据膳食摄入结构和所得最终残留结果,可计算出不同人群的膳食摄入暴露量,从而进行风险评估。不同国家和不同年龄组成均可导致不同的风险评估结果。计算 EED 和 RQ 时,GB 2763—2014 食品中农药最大残留限量中烯啶虫胺的 ADI 为 $0.53\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$,CRL 采用 $0.05\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$,由于本试验中糙米的最终残留量均小于 $0.05\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$,因此本试验所得的 EED 和 RQ 均小于表 4 中估计暴露量和风险商值。

慢性膳食暴露结果显示,对于不同年龄段及性别人群,风险商值低于 0.000 4~0.001,远小于 1,其膳食暴露风险低,处于可接受的安全水平。

3 结论

本实验中建立的烯啶虫胺在水稻植株、糙米、田水和土壤中残留的检测方法满足农药残留分析的要求。

烯啶虫胺在水稻和田水中的半衰期分别小于 1.4、4.2 d,属于易降解农药。两年三地最终残留试验结果,水稻植株、糙米、田水和土壤中的最终残留量低于最低检出浓度,低于日本设定的 MRL 标准($0.5\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$)。

表 4 我国不同人群对稻米平均摄入量、估计暴露量和风险商值

Table 4 Average intake of rice, EED and RQ for different population in China

年龄	性别	体重 ^[18] / kg	稻米平均 摄入量 ^[18] / $\text{g}\cdot\text{d}^{-1}$	估计暴露量/ $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$	风险 商值
2~3	男	13.2	135.5	0.51	0.001
	女	12.3	133.7	0.54	0.001
4~6	男	16.8	179.7	0.53	0.001
	女	16.2	159.5	0.49	0.000 9
7~10	男	22.9	230.8	0.5	0.001
	女	21.7	212	0.49	0.000 9
11~13	男	34.1	266.2	0.39	0.000 7
	女	34	238.4	0.35	0.000 7
14~17	男	46.7	308.7	0.33	0.000 6
	女	45.2	240.7	0.27	0.000 5
18~29	男	58.4	309.6	0.27	0.000 5
	女	52.1	260.9	0.25	0.000 5
30~44	男	64.9	316.2	0.24	0.000 5
	女	55.7	278.6	0.25	0.000 5
45~59	男	63.1	314.9	0.25	0.000 5
	女	57	272.8	0.24	0.000 5
60~69	男	61.5	274	0.22	0.000 4
	女	54.3	242.9	0.22	0.000 4
>70	男	58.5	258.3	0.22	0.000 4
	女	51	223.5	0.22	0.000 4

慢性膳食摄入风险评价结果表明,按本药推荐使用方法:有效成分 $45\text{ g}\cdot\text{hm}^{-2}$,施药 1 次,采收间隔期 21 d,膳食暴露风险处于可接受的安全水平。

参考文献:

- [1] 李海屏,成四喜,李 敏,等.新烟碱类杀虫剂烯啶虫胺述评[J].精细与专用化学品,2013,21(3): 11-15.
LI Hai-ping, CHENG Si-xi, LI Min, et al. A review of neonicotinic insecticides nitenpyram [J]. *Fine and Specialty Chemicals*, 2013, 21 (3): 11-15. (in Chinese)
- [2] 李燕芳,张 扬,崔百元,等.褐飞虱对噻虫嗪和烯啶虫胺的抗性风险评估[J].环境昆虫学报,2013,35(4): 539-543.
LI Yan-fang, ZHANG Yang, CUI Bai-yuan, et al. Resistance risk as-

- assessment to thiamethoxam and nitenpyram for nilaparvata lugens Stål [J]. *Journal of Environmental Entomology*, 2013, 35(4): 539–543. (in Chinese)
- [3] 李淑勇, 刘学, 高聪芬, 等. 防治水稻白背飞虱高毒农药替代药剂的室内筛选及对吡虫啉的抗性风险评估[J]. *中国水稻科学*, 2009, 23(1): 79–84.
- LI Shu-yong, LIU Xue, GAO Cong-fen, et al. Laboratory screening of alternatives to highly-toxin insecticides for controlling the white backed planthopper, *Sogatella furcifera* and resistance risk assessment to imidacloprid in rice[J]. *Chin J Rice Sci*, 2009, 23(1): 79–84. (in Chinese)
- [4] Muhammad B, Ali H S, Mushtaq A S, et al. Cross-resistance, inheritance and stability of resistance to acetamiprid in cotton whitefly, *Bemisia tabaci* Genn (Hemiptera: Aleyrodidae)[J]. *Crop Protection*, 2011, 30(6): 705–712.
- [5] 李兴东. 几种防治烟粉虱的药剂评价及烯啶虫胺应用研究[D]. 扬州: 扬州大学, 2009.
- LI Xing-dong. Evaluation of effectiveness of several insecticides on *Bemisia Tabaci* (Gennadius) and application study of nitenpyr[D]. Yangzhou: Yangzhou University, 2009. (in Chinese)
- [6] 姚文权. 烯啶虫胺可湿性粉剂配制与对棉蚜的防治研究[D]. 杨凌: 西北农林科技大学, 2014.
- YAO Wen-quan. Nitenpyram wettable powder preparation and effects against cotton aphids[D]. Yangling: Northwest A&F University. 2014. (in Chinese)
- [7] Zhang P, Zhang X F, Zhao Y H, et al. Efficacy of granular applications of clothianidin and nitenpyram against *Aphis gossypii* (Glover) and *Apolys lucorum* (Meyer-Dür) in cotton fields in China[J]. *Crop Protection*, 2015, 78: 27–34.
- [8] 张贵群, 聂思桥, 龙丽萍, 等. 气相色谱法分析甘蓝及其土壤中的烯啶虫胺残留[J]. *色谱*, 2010, 28(11): 1103–1106.
- ZHANG Gui-qun, NIE Si-qiao, LONG Li-ping, et al. Determination of nitenpyram residue in cabbage and soil using gas chromatography[J]. *Chinese Journal of Chromatography*, 2010, 28(11): 1103–1106. (in Chinese)
- [9] 陈才俊, 段婷婷, 李汶钡, 等. 烯啶虫胺在苹果中的残留分析及消解动态[J]. *贵州农业科学*, 2011, 39(8): 193–195.
- CHEN Cai-jun, DUAN Ting-ting, LI Wen-kun, et al. Residue and degradation of nitenpyram in apple and soil [J]. *Guizhou Agricultural Sciences*, 2011, 39(8): 193–195. (in Chinese)
- [10] 付岩, 林婷, 陈梦丽, 等. 烯啶虫胺在柑橘和土壤中的残留及消解动态[J]. *农药学报*, 2012, 14(4): 423–428.
- FU Yan, LIN Ting, CHEN Meng-li, et al. Residue decline study of nitenpyram in orange and soil[J]. *Chinese Journal of Pesticide Science*, 2012, 14(4): 423–428. (in Chinese)
- [11] 路彩红, 刘新刚, 董丰收, 等. 烯啶虫胺在棉花和土壤中的残留及消解动态[J]. *环境化学*, 2010, 29(4): 614–618.
- LU Cai-hong, LIU Xin-gang, DONG Feng-shou, et al. Residue and degradation of nitenpyram in cotton and soil[J]. *Environmental Chemistry*, 2010, 29(4): 614–618. (in Chinese)
- [12] Malgorzata G S, Tomasz S, Andrzej P, Determination of neonicotinoid insecticides and their metabolites in honey bee and honey by liquid chromatography tandem mass spectrometry[J]. *Journal of Chromatography B*, 2015, 990, 15: 132–140.
- [13] Laura S, Deamelys H D, José B, et al. Capillary electrophoresis-mass spectrometry as a new approach to analyze neonicotinoid insecticides [J]. *Journal of Chromatography A*, 2014: 1359: 317–324.
- [14] 杨金川, 胡德禹, 张钰萍, 等. 烯啶虫胺在水稻和稻田环境中的残留及消解动态[J]. *农药学报*, 2012, 14(5): 521–526.
- YANG Jin-chuan, HU De-yu, ZHANG Yu-ping, et al. Residue and decline dynamics of nitenpyram in rice and rice field[J]. *Chinese Journal of Pesticide Science*. 2012, 14(5): 521–526. (in Chinese)
- [15] 农业部农药检定所. 农药登记残留田间试验标准操作规程[M]. 北京: 中国标准出版社. 2007.
- Institute for the Control of Agrochemicals, Ministry of Agriculture. Standard operating procedures on pesticide registration residue field trials[M]. Beijing: Standard Press of China. 2007. (in Chinese)
- [16] 中国农业科学院农业产品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. (in Chinese)
- [17] 刘丰茂. 农药质量与残留实用检测技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2011.
- LIU Feng-mao. Practical analytical technology of pesticide and residue [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2011. (in Chinese)
- [18] 张志恒, 袁玉伟, 郑蔚然, 等. 三唑磷残留的膳食摄入与风险评估[J]. *农药学报*, 2011, 13(5): 485–495.
- ZHANG Zhi-heng, YUAN Yu-wei, ZHENG Wei-ran, et al. Dietary intake and its risk assessment of triazophos residue [J]. *Chinese Journal of Pesticide Science*, 2011, 13(5): 485–495. (in Chinese)