

# 多效唑在茄子中的消解动态与急性膳食摄入风险评估

兰珊珊, 林涛, 林昕, 杨芳, 沙凌杰, 刘宏程\*

(云南省农业科学院 质量标准与检测技术研究所, 农业部农产品质量安全风险评估实验室, 昆明 650205)

**摘要:** 建立了茄子中多效唑残留的分析方法, 开展了规范残留试验并监测了多效唑对茄子生长和品质的影响, 同时对茄子中多效唑残留带来的急性膳食摄入风险进行了评估。样品经乙酸-乙腈提取, 超高效液相色谱-串联质谱 (UPLC-MS/MS) 检测, 外标法定量。结果表明: 在 0.02~5.0 mg/L 范围内多效唑的质量浓度与对应的峰面积间线性关系良好, 方法的检出限 (LOD) 为 0.005 mg/kg, 在茄子中的定量限 (LOQ) 为 0.02 mg/kg。在 0.02、0.10 和 0.20 mg/kg 3 个添加水平下, 多效唑在茄子中的回收率为 88%~92%, 相对标准偏差为 5.1%~6.9%。其消解规律符合一级动力学方程, 半衰期为 1.45 d, 正常收获期茄子中的最大残留量为 0.02 mg/kg。多效唑可矮化茄子植株, 增加产量, 提高 Vc、可溶性糖和黄酮含量, 推荐使用剂量为有效成分 12 g/hm<sup>2</sup>, 喷施 2 次。茄子中多效唑残留对中国各类人群的膳食摄入暴露量为 0.70~1.9 μg/(kg bw·d), 仅占 ARfD 的 0.70%~1.9%, 在可接受范围内, 说明茄子中多效唑残留带来的膳食摄入风险极低。

**关键词:** 多效唑; 茄子; 残留; 消解动态; 风险评估

中图分类号: TQ450.2 文献标志码: A 文章编号: 1008-7303(2016)05-0612-07

## Dissipation and acute dietary intake risk assessment of paclobutrazol in *Solanum melongena*

LAN Shanshan, LIN Tao, LIN Xin, YANG Fang, SHA Lingjie, LIU Hongcheng\*

(Institute of Agro-food Quality Standard & Testing Technology, Yunnan Academy of Agricultural Sciences/Laboratory of Quality & Safety Risk Assessment for Agro-products Kunming, Ministry of Agriculture, Kunming 650205, China)

**Abstract:** In order to study the effect of paclobutrazol on *Solanum melongena*, and investigate the residue behavior and the dietary intake risk of paclobutrazol in *Solanum melongena*, the residual trial of paclobutrazol in *Solanum melongena* was carried. A new method was developed to determine the residue of paclobutrazol in *Solanum melongena* and the influence of paclobutrazol on the yield and quality of *Solanum melongena* was detected. The acute risk assessment of paclobutrazol in *Solanum melongena* to different population was conducted. The samples were extracted with acetic acid-acetonitrile and determined by UPLC-MS/MS. The calibration curve showed good linear relationship in the concentration of 0.02-5.0 mg/L. The limit of detection (LOD) and the limit of quantification (LOQ)

收稿日期: 2015-11-24; 录用日期: 2016-07-19.

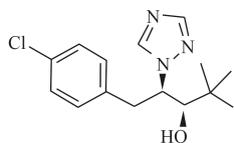
基金项目: 云南省社会发展科技计划项目 (2012CA005); 国家蔬菜产品质量安全风险评估专项 (GJFP201500101); 云南省科技创新人才计划 (2015HC025).

作者简介: 兰珊珊, 女, 硕士, 副研究员, 主要研究方向为食品安全与风险评估, E-mail: cindy\_iss@163.com; \*刘宏程, 通信作者 (Author for correspondence), 男, 博士, 研究员, 主要研究方向为食品安全与分析, E-mail: liuorg@163.com

were respectively 0.005 and 0.02 mg/kg. The recoveries ranged from 88% to 92%, and the relative standard deviation (RSD) was from 5.1% to 6.9%. The results indicated that the dissipation of paclobutrazol in *Solanum melongena* fitted to the first order kinetics with the half-life of 1.45 days and the highest residue of paclobutrazol in *Solanum melongena* was 0.02 mg/kg at the harvest period. The results also demonstrated that the application of paclobutrazol decreased the plant height, and increased the yield and content of vitamin C, soluble sugar and flavonoid. The recommended dosage of paclobutrazol applied to *Solanum melongena* was 12 a.i. g/hm<sup>2</sup> and applied twice. The national estimated short-term intake (NESTI) of paclobutrazol residue in *Solanum melongena* for different population was 0.70-1.9 µg/kg bw, the percentage of ARfD was 0.07%-1.9%, and both results were within an acceptable limits, which indicated the low risk of paclobutrazol in *Solanum melongena*.

**Keywords:** paclobutrazol; *Solanum melongena*; residue; dissipation dynamic; risk assessment

多效唑 (paclobutrazol, 图式 1) 是 20 世纪 70 年代末英国化学公司研制开发的三唑类植物生长调节剂, 可经由植物的根、茎和叶吸收, 再经木质部传导到幼嫩的分生组织部位, 通过抑制内源赤霉素的生物合成而抑制新梢生长, 同时对花芽形成、坐果等生殖生长有促进作用<sup>[1]</sup>。多效唑属于低毒农药, 大白鼠急性口服半数致死剂量 (LD<sub>50</sub>) 为 1 500 mg/kg, 每日允许摄入量 (ADI) 为 0.1 mg/(kg bw·d)<sup>[2]</sup>。



图式 1 多效唑结构式

Scheme 1 Structure of paclobutrazol

多效唑在中国的登记作物包括水稻 (育秧苗和直播苗)、小麦 (冬小麦)、大豆、花生、油菜、观赏菊花、荔枝、苹果和龙眼, 而美国和欧盟对多效唑登记情况则有很大不同。美国目前只允许在草坪草上使用, 欧盟允许其在苹果和梨上使用。目前欧盟、日本、澳大利亚等制定了多效唑在水果、蔬菜、粮食和油料等多种作物中的最大残留限量值 (MRL)<sup>[3-5]</sup>。虽然多效唑在中国的登记作物不包括蔬菜, 在作物上也未制定其相关最大残留限量, 但实际调研和市场监测的数据表明, 多效唑在中国蔬菜栽培中使用广泛, 尤其是在茄果类蔬菜中。研究表明, 用多效唑处理马铃薯可使其植株明显矮化, 茎变粗, 叶片光合速率、叶绿素、可溶性糖以及淀粉含量均升高<sup>[6-7]</sup>; 以 0.02% 的多效唑处理不同发育时期的番茄, 初花期喷施

的矮化效应明显, 初果期喷施的增产作用显著<sup>[8]</sup>。

目前, 多效唑残留的检测方法主要有气相色谱法 (GC)、气相色谱-串联质谱法 (GC-MS/MS) 和高效液相色谱法 (HPLC), 其在番茄和白菜等蔬菜中的残留研究也有相关报道<sup>[5, 9-11]</sup>, 但尚未见其在茄子中的残留行为和膳食暴露研究。为此, 本研究建立了茄子中多效唑的超高效液相色谱-串联质谱 (UPLC-MS/MS) 的分析方法, 并基于此方法和规范残留试验研究了多效唑在茄子中的最终残留与消解动态, 分析了多效唑对大田茄子生长和品质的影响, 同时根据残留结果进行了膳食摄入风险评估, 以期有多效唑在茄子中的合理使用、科学监管及 MRL 标准的制定提供依据。

## 1 材料与方

### 1.1 仪器与试剂

1290 超高效液相色谱仪 (美国 Agilent 公司); ZORBAX RRHD 色谱柱 (2.1 mm × 50 mm, 1.8 µm) (美国 Agilent 公司); API 4000 三重四极杆质谱仪 (美国 AB Sciex 公司); 双道原子荧光光度计 PF6 (北京普析通用仪器有限公司); K-360 半自动凯氏定氮仪 (瑞士 BUCHI 公司); 涡旋振荡器 (美国 Thermo Scientific 公司); TGL-15B 高速台式离心机 (上海安亭科学仪器厂)。

多效唑 (paclobutrazol) 标准品 (中国百灵威科技公司, 100 µg/mL); 15% 多效唑可湿性粉剂 (四川省兰月科技有限公司); NH<sub>2</sub> (正相硅胶键和氨基) 净化填料 (50 µm, 中国迪马科技公司); 纯净水 (杭州娃哈哈集团); 乙腈和甲醇均为色谱纯, 其他试剂均为分析纯。

## 1.2 田间试验设计

试验于 2014 年在云南省嵩明县进行, 供试药剂为 15% 多效唑可湿性粉剂。参照《农药残留试验准则》<sup>[12]</sup>和《农药登记残留田间试验标准操作规程》<sup>[13]</sup>中番茄的操作规程进行。

1.2.1 消解动态试验 试验设有效成分 18 g/hm<sup>2</sup> 1 个处理, 3 次重复, 共 3 个小区, 每小区 30 m<sup>2</sup>。在茄子第 3 层现果后以叶面喷雾法将多效唑水溶液喷施在茄子上。分别于施药后 2 h 及 1、3、5、7、10、14 和 21 d 以及施药前以五点法每小区取样 2.0 kg, 切碎混匀后采用四分法留样 200 g, 于 -20 °C 保存, 待测。

1.2.2 最终残留试验 试验设有效成分高 (18 g/hm<sup>2</sup>)、中 (12 g/hm<sup>2</sup>)、低 (6 g/hm<sup>2</sup>) 3 个处理区和空白对照区, 各处理分别施药 2 次和 3 次, 共 7 个处理小区, 每个处理 3 次重复, 每小区 30 m<sup>2</sup>。采用叶面喷施, 于茄子初花期进行第一次施药, 间隔期 10 d。在茄子结果前完成所有施药。分别于末次施药后 34、48、62 d (施药 2 次) 和 24、38、52 d (施药 3 次) 后随机采集样品进行残留监测。取样方法同 1.2.1 节。

## 1.3 检测方法的建立

1.3.1 样品制备 准确称取 5.0 g 匀浆后的茄子样品 (精确至 0.01 g) 于 50 mL 离心管中, 加入 10.0 mL  $V(\text{乙酸}):V(\text{乙腈})=1:99$  溶液, 涡旋提取 5 min; 加入 1.0 g 氯化钠和 500 mg 无水硫酸镁, 于 5 000 r/min 下离心 5 min; 取上清液 2 mL 到预先加有 100 mg NH<sub>2</sub> 填料的离心管中, 涡旋提取 15 s, 于 5 000 r/min 下离心 5 min, 上清液过 0.22 μm 滤膜, 待分析。

1.3.2 色谱条件 流动相: A 为 0.1% 甲酸水溶液 (含 1 mmol/L 乙酸铵); B 为甲醇; 梯度洗脱程序: 0~2.50 min, 5% B; 2.50~8.00 min, 5% B→90% B; 8.00~10.00 min, 90% B; 10.00~10.50 min, 90% B→5% B; 10.50~12.00 min, 5% B。流速 0.2 mL/min。柱温 30 °C。进样量 1 μL。

1.3.3 质谱条件 ESI 离子源, 正离子多反应监测 (MRM) 模式; 雾化气流速 50 L/min; 辅助气流速 50 L/min, 温度 650 °C; 气帘气流速 22 L/min; 喷雾电压 5 500 V; 定量离子 294.7/128.4, 定性离子 294.7/93.2; 去簇电压 55 V; 碰撞能量: 50, 53 eV。

1.3.4 标准曲线绘制 采用外标法定量。取 1 mL 100 μg/mL 的多效唑标准品, 用甲醇溶解并配制成 10 mg/L 的母液, 用甲醇稀释成 5、2.5、1、0.5、

0.25、0.1、0.05 和 0.02 mg/L 的系列标准工作溶液, 按 1.3.2 和 1.3.3 节的条件测定。以样品质量浓度 ( $x$ , mg/L) 为横坐标, 峰面积 ( $y$ ) 为纵坐标, 绘制标准曲线。

1.3.5 添加回收试验 在空白茄子样品中分别添加 0.02、0.1 和 0.2 mg/kg 的多效唑标准溶液, 每个水平 5 次重复, 按本研究所建立的方法进行提取、净化及分析, 计算平均回收率和相对标准偏差 (RSD)。

## 1.4 茄子品质指标测定方法

维生素 C 含量测定参照 GB/T 6195—1986<sup>[14]</sup>; 可溶性糖含量测定参照 GB/T 5009.7—2008<sup>[15]</sup>; 粗蛋白含量参照 GB 5009.5—2010 测定<sup>[16]</sup>; 黄酮含量参照 NY/T 1295—2007 测定<sup>[17]</sup>。

## 1.5 膳食摄入风险评估

按文献[18]的方法对茄子中的多效唑残留进行急性膳食摄入风险评估, 即根据评估产品的具体情况分为情形 1、情形 2a、情形 2b 及情形 3 共 4 种情景来计算农药短期膳食摄入量。本研究涉及情形 2a 和情形 2b 2 种情景<sup>[18]</sup>。其中, 情形 2a (符合茄子在一般人群中的评估), 产品单个质量大于 25 g, 但小于个体每餐对该食品的最大消耗量, 混合样本残留数据不能反映该产品在一餐消耗的残留水平, 所食用的产品可能含有比混合样本更高的残留, 该情景下用公式 (1) 计算国家估计短期膳食摄入量 (NESTI), 用公式 (3) 计算安全界限 (SM)<sup>[18]</sup>; 情形 2b [符合茄子在低龄人群 (≤ 13 岁) 中的评估], 产品的单个质量大于大份餐, 该产品的一餐量可能含有高于混合样本的残留水平, 该情景下用公式 (2) 计算 NESTI, 用公式 (4) 计算 SM<sup>[18]</sup>。两种情景均用公式 (5) 计算急性风险<sup>[19]</sup>。

NESTI =

$$\frac{Ue \times HR(\text{或}HR-P) \times v + (LP - Ue) \times HR(\text{或}HR-P)}{bw} \quad (1)$$

$$NESTI = \frac{LP \times HR(\text{或}HR-P) \times v}{bw} \quad (2)$$

$$SM = \frac{ARfD \times bw}{Ue \times v + LP - Ue} \quad (3)$$

$$SM = \frac{ARfD \times bw}{LP \times v} \quad (4)$$

$$\%ARfD = \frac{NESTI}{ARfD} \times 100\% \quad (5)$$

式 (1)~式 (5) 中, NESTI 为国家估计短期摄入量, μg/(kg bw·d); LP 为涵盖 97.5% 食用者每天

消耗的该类食品的量, g/d; HR 为可食部分的混合样本中的最高残留量, mg/kg; HR-P 为加工农产品的最高残留量, mg/kg;  $U_e$  为单个食品质量(可食部分计), g;  $v$  为变异因子, 表示同一批产品中不同个体或同一个体中不同部位的残留变异, 定义为 97.5 百分位点残留量与平均残留量的比值, 参照 JMPR 建议取默认值 3<sup>[20]</sup>; bw 为体重, kg; ARfD 为急性参考剂量, mg/(kg bw·d), 本研究中多效唑的 ARfD 值采用 2011 年欧盟确定的 0.1 mg/(kg bw·d)<sup>[2]</sup>; %ARfD 表示占急性参考剂量的百分比; SM 表示安全界限, mg/kg。

当 %ARfD ≤ 100% 时, 表示急性风险可以接受, %ARfD 越小, 风险越小; 当 %ARfD > 100% 时, 表示有不可接受的急性风险, %ARfD 越大, 风险越大。当产品中多效唑残留量在安全界限以内时, 急性风险可以接受; 反之, 则有不可接受

的急性风险<sup>[9]</sup>。

## 2 结果与讨论

### 2.1 茄子中多效唑残留的色谱分析方法

2.1.1 方法的线性范围、检出限及定量限 外标法定量。结果表明: 在 0.02~5.0 mg/L 范围内多效唑的质量浓度与对应的峰面积间线性关系良好, 在此范围内定量准确, 相关系数  $r = 0.999 2$ 。根据 3 倍信噪比 ( $S/N = 3$ ) 测得方法的检出限为 0.005 mg/kg; 多效唑在茄子中的定量限为 0.02 mg/kg。

2.1.2 方法的准确度与精密度 结果表明: 在 0.02、0.10 和 0.20 mg/kg 3 个添加水平下, 多效唑在茄子中的平均回收率为 88%~92%, 相对标准偏差 (RSD) 在 5.1%~6.9%, 准确度与精密度均符合农药残留分析的要求<sup>[21]</sup>。典型色谱图如图 1 所示。

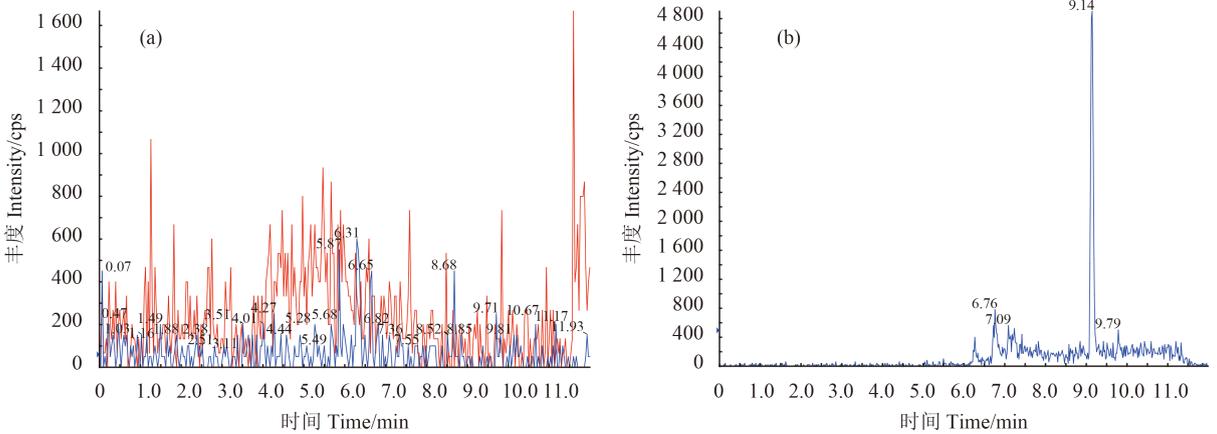


图 1 茄子空白 (a) 和添加 0.02 mg/kg 多效唑标准溶液 (b) 色谱图

Fig. 1 Chromatograms of *S. melongena* sample blank (a) and the spiked 0.02 mg/kg paclobutrazol standard (b)

### 2.2 多效唑在茄子中的消解动态

消解动态试验结果 (图 2) 表明: 用有效成分 18 g/hm<sup>2</sup> 的多效唑喷施茄子植株, 多效唑在茄子果实上的原始沉积量为 3.09 mg/kg, 其消解动态符合一级动力学方程  $c_t = 3.093 5e^{-0.4776t}$  ( $r = 0.989 8$ ), 半衰期 ( $t_{1/2}$ ) 为 1.45 d, 消解 90% 所用的时间  $t_{0.90} = 4.82$  d, 10 d 即可降解 99.16%。多效唑的水解特性等级为一级, 属于易降解农药 ( $T_{1/2} < 30$  d)<sup>[22]</sup>。包媛媛等的研究表明, 多效唑在番茄植株中的残留半衰期为 1.66 d<sup>[9]</sup>; 于声等用 15% 多效唑可湿性粉剂喷施白菜, 其在白菜叶片中的残留半衰期为 2.41 d<sup>[10]</sup>。

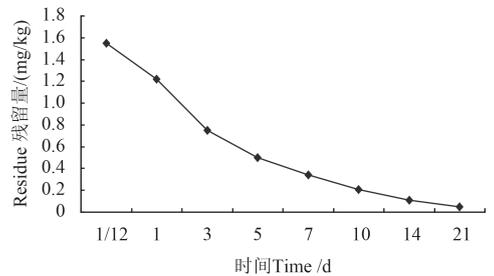


图 2 多效唑在茄子植株中的消解动态曲线

Fig. 2 Decline curves of paclobutrazol in *S. melongena*

### 2.3 多效唑在茄子中的最终残留

在距末次施药 34 d (施药 2 次) 或 24 d (施药 3 次) 采样测定, 以有效成分 6、12 和 18 g/hm<sup>2</sup> 施药

2次, 茄子中多效唑的残留量均为 0.02 mg/kg, 以有效成分 18 g/hm<sup>2</sup> 多效唑施药 3 次, 茄子中的残留量为 0.045 mg/kg, 残留中值 (STMR) 为 0.02 mg/kg; 在距末次施药 48 d (施药 2 次) 或 38 d (施药 3 次) 茄子中多效唑的残留量为 0.02 mg/kg, STMR 为 0.02 mg/kg; 距末次施药 62 d (施药 2 次) 或 52 d (施药 3 次) 茄子中的多效唑残留和 STMR 也均为 0.02 mg/kg。

## 2.4 多效唑对茄子生长和品质的影响

由表 1 可知: 在茄子初花期喷施多效唑, 与对照相比, 可显著矮化茄子植株, 使植株变粗, 极显著提高茄子产量。同时, 其可有效提高茄子

的 Vc、可溶性糖和黄酮含量。其中, 施药剂量为有效成分 12 g/hm<sup>2</sup> 喷施 3 次时 Vc 含量最高, 为 12.3 mg/100 g, 其次为该浓度下喷施 2 次, 且两者与 CK 均差异极显著, 各不同处理间 Vc 含量也有差异; 12 g/hm<sup>2</sup> 剂量喷施 2 次时可溶性糖含量最高, 与 CK 差异极显著, 且各处理间含量也有显著差异; 多效唑处理对茄子中粗蛋白含量影响不大, 除 18 g/hm<sup>2</sup> 剂量处理 2 次可显著提高粗蛋白含量外, 其他处理与 CK 均差异不显著; 另外, 多效唑处理可显著提高茄子中的黄酮含量, 与 CK 相比差异显著, 但各处理水平之间无显著差异。

表 1 多效唑不同施用方式对茄子生长和品质的影响

Table 1 Effect of paclobutrazol with different concentrations and times on the yield and quality of *S. melongena*

施药剂量 (有效成分) Dosage, a.i. (g/hm <sup>2</sup> )	施药次数 Times	株高 Plant height/cm	茎粗 Stem diameter/mm	小区产量 Plot yield/kg	Vc 含量 Vc content/ (mg/100 g)	可溶性糖含量 Soluble sugar content/(g/kg)	粗蛋白含量 Crude protein content/(mg/kg)	黄酮含量 Flavonoid content/%
CK	—	136 aA	19.2 fE	116 cDE	8.3 eD	160.1 dD	8.44 abA	0.005 3 bB
6	2	110 bB	22.7 dBC	121 cC	9.2 dC	173.4 cC	9.06 aA	0.013 aAB
	3	97 dCD	23.5 cB	127 bBC	8.7 deCD	168.5 cCD	8.79 abA	0.014 aA
12	2	95 deD	25.7 aA	139 aA	12.1 abA	190.1 aA	8.99 aA	0.013 aAB
	3	90 eD	25.1 bA	132 bAB	12.3 aA	187.6 aAB	9.12 aA	0.015 aA
18	2	110 bB	20.2 eD	120 cCD	11.6 bAB	188.2 aAB	8.36 bA	0.011 aAB
	3	104 cBC	22.6 dC	108 dE	10.9 cB	179.9 bB	9.01 aA	0.010 abAB

注: 用最小显著差数法 (LSD) 对数据进行多重比较, 表中同列数据不同小写字母表示在 0.05 水平上有差异 ( $P < 0.05$ ), 不同大写字母表示在 0.01 水平上有差异 ( $P < 0.01$ )。

Note: Values followed by different lowercase letters within a column are significantly different at  $P < 0.05$ , and values followed by different capital letters are significantly different at  $P < 0.01$  by LSD.

结合 2.3 节的残留结果和对产量品质的影响结果, 认为在茄子初花期施用多效唑, 采用有效成分 12 g/hm<sup>2</sup> 浓度喷施 2 次是较为合适的施药方式。该处理下, 不仅可显著提高茄子的产量, 还可改善品质, 在正常采收期茄子中的多效唑残留已低于检出限。

## 2.5 急性膳食暴露和风险评估

通过膳食摄入量和试验所得最终残留值, 可以计算不同人群的膳食暴露量, 从而对其风险情况进行评估。本研究中, 最高残留量采用所有处理中残留量的最大值 0.045 mg/kg, 茄子单个食品质量取 WHO (世界卫生组织) 提供的各国的平均值 268 g<sup>[23]</sup>, 多效唑的 ARfD 值采用 2011 年欧盟确定的 0.1 mg/(kg bw·d)<sup>[2]</sup>。结果 (表 2) 表明: 茄子中多效唑残留对中国各类人群的短期膳食摄入暴露量为 0.70~1.9 μg/(kg bw·d), 虽然不同人群的评估结果有差异, 儿童 (≤ 6 岁) 的暴露量高于其

他人群, 但总体均较低, 仅占急性参考剂量 ARfD 的 0.70%~1.9%, 远低于 100%, 说明急性风险很低, 而且基于残留试验获得的多效唑残留水平均远低于茄子中多效唑残留在一般人群和儿童中的安全界限。

由于本研究数据仅来源于典型代表地区一年一地的试验结果, 在数据量上有所不足。因此, 本着最大风险原则, 本研究在计算暴露量和进行风险评估时采用的最高残留量是所有处理中的最大残留量, 且由于中国目前一些基础膳食数据缺失, 茄子的日摄入量是参照全球环境监测系统/食品污染监测与评估计划 (GEMS/Food) 提供的大份餐 (large portion consumed) 数据计算的<sup>[24]</sup>, 与中国居民的实际情况可能会有所差异, 很大程度上是偏高的。因此, 本研究的评估结果可能偏高, 但基于此得到的茄子中多效唑残留的急性风险也非常低, 因此对最终评估结果基本无影响。

表 2 茄子中多效唑残留对各类人群的短期膳食暴露量和急性风险评估

Table 2 Short-term dietary intake and acute risk assessment of paclobutrazol residue in <i>S. melongena</i> for different population						
年龄 Age	性别 Sex	体重 <sup>[25]</sup> Body weight/kg	茄子大份餐值 <sup>[26]</sup> LP/[g/(kg bw·d)]	国家估计短期摄入量 NESTI/[ $\mu$ g/(kg bw·d)]	占急性参考剂量百分比 ARfD/%	安全界限 SM/(mg/kg)
2~3	男 Male	13.2	13.79	1.9	1.9	2.4
	女 Female	12.3	13.79	1.9	1.9	2.4
4~6	男 Male	16.8	13.79	1.9	1.9	2.4
	女 Female	16.2	13.79	1.9	1.9	2.4
7~10	男 Male	22.9	7.27	0.98	0.98	4.6
	女 Female	21.7	7.27	0.98	0.98	4.6
11~13	男 Male	34.1	7.27	0.98	0.98	4.6
	女 Female	34.0	7.27	0.98	0.98	4.6
14~17	男 Male	46.7	7.27	0.84	0.84	5.3
	女 Female	45.2	7.27	0.86	0.86	5.2
18~29	男 Male	58.4	7.27	0.74	0.74	6.1
	女 Female	52.1	7.27	0.79	0.79	5.7
30~44	男 Male	64.9	7.27	0.70	0.70	6.4
	女 Female	55.7	7.27	0.76	0.76	5.9
45~59	男 Male	63.1	7.27	0.71	0.71	6.3
	女 Female	57.0	7.27	0.75	0.75	6.0
60~69	男 Male	61.5	7.27	0.72	0.72	6.3
	女 Female	54.3	7.27	0.77	0.77	5.8
>70	男 Male	58.5	7.27	0.74	0.74	6.1
	女 Female	51.0	7.27	0.80	0.80	5.6

### 3 结论

本研究建立了检测茄子中多效唑残留的UPLC-MS/MS分析方法,该方法重现性良好,灵敏度高,准确度与精确度均符合农药残留检测分析的要求。

多效唑在茄子中的消解动态符合一级动力学方程,半衰期为1.45 d,属于易降解农药;最终残留试验结果表明,在正常采收期茄子中多效唑残留量为0.02 mg/kg,残留量较低。

在茄子初花期喷施多效唑,可起到矮化植株、提高坐果率和产量的作用,以有效成分12 g/hm<sup>2</sup>喷施2次,与对照相比,可极显著增产。喷施多效唑后,茄子的Vc含量、可溶性糖含量和黄酮含量均高于对照,粗蛋白含量变化不明显。说明在茄子种植过程中合理应用多效唑,可以提高茄子的产量和改善品质,建议的施用浓度和方式为12 g/hm<sup>2</sup>初花期施用2次,施药间隔10 d以上。

茄子中多效唑残留带来的短期膳食暴露量和急性风险均很低,在可接受范围内。

以上结果可为制定多效唑在茄子中的使用规

程,规范多效唑在茄子栽培中的使用,制定其MRL值,加强对多效唑残留的监管提供理论基础和依据。

### 参考文献(Reference):

- [1] UPRETI K K, REDDY Y T N, PRASAD S R S, et al. Hormonal changes in response to paclobutrazol induced early flowering in mango cv. Totapuri[J]. *Sci Hortic*, 2013, 150: 414-418.
- [2] European Commission. Pesticides residues[DB/OL]. (2011-08-30)[2015-11-22]. [http://ec.europa.eu/sanco\\_pesticides/public/index.cfm](http://ec.europa.eu/sanco_pesticides/public/index.cfm).
- [3] 农业部农药检定所. 农药登记数据 [DB/OL]. (2016-07-27) [2016-09-02]. <http://www.china-pesticide.gov.cn/sydwsj/index.jhtml>. Institute for the Control of Agrochemicals. Pesticides registration data [DB/OL]. (2016-07-27) [2016-09-02]. <http://www.china-pesticide.gov.cn/sydwsj/index.jhtml>.
- [4] 农业部农药检定所. 农药最大残留限量 [DB/OL]. (2012-05-29) [2016-09-02]. <http://202.127.42.84/tbt-sps/mrlsdb/queryMrlsdb.do>. Institute for the Control of Agrochemicals. Pesticides maximum residue limit [DB/OL]. (2012-05-29) [2016-09-02]. <http://202.127.42.84/tbt-sps/mrlsdb/queryMrlsdb.do>.
- [5] 史晓梅. 多效唑等5种植物生长调节剂检测技术及多效唑在桃上的残留研究[D]. 北京: 中国农业科学院, 2012: 10.  
SHI X M. Study on testing technology for five plant growth

- regulators and dynamics of paclobutrazol residues in peach[D]. Beijing: Chinese Academy of Agricultural Sciences, 2012: 10.
- [6] 秦丽, 张月辰. 不同浓度多效唑对大棚马铃薯生长调控的效果[J]. 贵州农业科学, 2010, 38(4): 85-87.
- QIN L, ZHANG Y C. Effect of different paclobutrazol concentration on growth of potato planted in greenhouse[J]. Guizhou Agric Sci, 2010, 38(4): 85-87.
- [7] MARIANA M, HAMDANI J S. Growth and yield of *Solanum tuberosum* at medium plain with application of paclobutrazol and paranet shade[J]. Agric Agric Sci Procedia, 2016, 9: 26-30.
- [8] 蔡华, 赵荣. 番茄应用多效唑的效应[J]. 安徽农业技术师范学院学报, 2000, 14(3): 33-35.
- CAI H, ZHAO R. Influence of paclobutrazol on tomato[J]. J Anhui Agrotech Teach Coll, 2000, 14(3): 33-35.
- [9] 包媛媛, 张新永, 邵金良, 等. 多效唑在番茄和土壤中的残留与降解动态研究[J]. 生态环境学报, 2014, 23(5): 864-869.
- BAO Y Y, ZHANG X Y, SHAO J L, et al. Dynamics of the residue and degradation of paclobutrazol in tomato and soil[J]. Ecol Environ Sci, 2014, 23(5): 864-869.
- [10] 于声, 程波, 袁志华. 多效唑15%可湿性粉剂在小白菜和土壤中残留动态研究[J]. 农业环境科学学报, 2007, 26(5): 1768-1771.
- YU S, CHENG B, YUAN Z H. Residual dynamics of 15% paclobutrazol wettable powder on cabbage and soil[J]. J Agro-Environ Sci, 2007, 26(5): 1768-1771.
- [11] 余佳荣, 杨仁斌, 王海萍, 等. 多效唑在油菜植株、油菜籽和土壤中的残留[J]. 农药学学报, 2008, 10(1): 113-116.
- SHE J R, YANG R B, WANG H P, et al. Paclobutrazol residue in rapeseed plant, rapeseed and soil[J]. Chin J Pestic Sci, 2008, 10(1): 113-116.
- [12] 农药残留试验准则: NY/T 788—2004[S]. 北京: 中国农业出版社, 2004.
- Guideline on pesticide residue trials: NY/T 788—2004[S]. Beijing: China Agriculture Press, 2004.
- [13] 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. Standard operating procedures on pesticide registration residue field trials[M]. Beijing: Standards Press of China, 2007.
- [14] 水果、蔬菜维生素C含量测定法(2, 6-二氯靛酚滴定法): GB/T 6195—1986[S]. 北京: 中国标准出版社, 1986.
- Determination of vitamin C in vegetables and fruits (2, 6-dechloro-indophenol titration method): GB/T 6195—1986[S]. Beijing: Standards Press of China, 1986.
- [15] 食品中还原糖的测定: GB/T 5009.7—2008[S]. 北京: 中国标准出版社, 2009.
- Determination of reducing sugar in foods: GB/T 5009.7—2008[S]. Beijing: Standards Press of China, 2009.
- [16] 食品中蛋白质的测定: GB/T 5009.5—2010[S]. 北京: 中国标准出版社, 2010.
- Determination of protein in foods: GB/T 5009.5—2010[S]. Beijing: Standards Press of China, 2010.
- [17] 荞麦及其制品中总黄酮含量的测定: NY/T 1295—2007[S]. 北京: 中国农业出版社, 2007.
- Determination of flavones in buckwheat and its products: NY/T 1295—2007[S]. Beijing: China Agriculture Press, 2007.
- [18] FAO. Submission and evaluation of pesticide residues data for the estimation of maximum residue levels in food and feed[R]. Rome: FAO, 2009: 123-133.
- [19] 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 Agriculture Science. Risk assessment for quality and safety of agro-foods: principles methodologies and applications[M]. Beijing: Standards Press of China, 2007.
- [20] HAMILTON D, AMBRUS A, DIETERLE R, et al. Pesticide residues in food — acute dietary exposure[J]. Pest Manage Sci, 2004, 60(4): 311-339.
- [21] 郑征伟, 苗木, 毛秀红, 等. 食品分析水平测试计划农药残留能力验证中分析方法的选择及其结果评价[J]. 农药学学报, 2011, 13(3): 293-298.
- JIA Z W, MIAO M, MAO X H, et al. Selection of the analytical methods and the results evaluation for the determination of pesticides residue in FAPAS proficiency tests[J]. Chin J Pestic Sci, 2011, 13(3): 293-298.
- [22] 化学农药环境安全评价试验准则 第2部分: 水解试验: GB/T 31270.2—2014[S]. 北京: 中国标准出版社, 2015.
- Test guidelines on environmental safety assessment for chemical pesticides – Part 2: hydrolysis: GB/T 31270.2—2014[S]. Beijing: Standards Press of China, 2015.
- [23] GEMS/food. Unit weight of commodities[DB/OL]. (2003-05-01)[2014-12-01]. [http://www.who.int/foodsafety/chem/acute\\_hazard\\_db3.pdf](http://www.who.int/foodsafety/chem/acute_hazard_db3.pdf).
- [24] 张志恒, 汤涛, 徐浩, 等. 果蔬中氯吡啶残留的膳食摄入风险评估[J]. 中国农业科学, 2012, 45(10): 1982-1991.
- ZHANG Z H, TANG T, XU H, et al. Dietary intake risk assessment of forchlorfenuron residue in fruits and vegetables[J]. Scientia Agricultura Sinica, 2012, 45(10): 1982-1991.
- [25] 石凯威, 汤丛峰, 李莉, 等. 叶菌唑在小麦中的残留消解及膳食风险评估[J]. 农药学学报, 2015, 17(3): 307-312.
- SHI K W, TANG C F, LI L, et al. Dissipation, residues and risk assessment of metconazole in wheat[J]. Chin J Pestic Sci, 2015, 17(3): 307-312.
- [26] GEMS/food. Highest reported 97.5th percentile consumption figures (eaters only) for various commodities by the general population and children ages 6 and under[DB/OL] (2008-04)[2015-11-22]. [http://www.who.int/foodsafety/chem/en/acute\\_hazard\\_db1.pdf](http://www.who.int/foodsafety/chem/en/acute_hazard_db1.pdf).

(责任编辑: 曲来娥)