



农业资源与环境学报

中文核心期刊
中国科技核心期刊

JOURNAL OF AGRICULTURAL RESOURCES AND ENVIRONMENT

欢迎投稿 <http://www.aed.org.cn>

氟吡菌胺及其代谢物在黄瓜中的残留

于博驰, 陈超, 王平平, 满彦利, 刘新刚, 董丰收, 徐军, 吴小虎, 郑永权

引用本文:

于博驰, 陈超, 王平平, 等. 氟吡菌胺及其代谢物在黄瓜中的残留[J]. 农业资源与环境学报, 2020, 37(3): 419–423.

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.13254/j.jare.2019.0550>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

超高效液相色谱串联质谱检测啉菌唑等6种农药在我国典型土壤中的残留

焦斌, 徐军, 刘新刚, 董丰收, 吴小虎, 郑永权

农业资源与环境学报. 2020, 37(3): 424–431 <https://doi.org/10.13254/j.jare.2019.0581>

氯虫苯甲酰胺和毒死蜱在水稻中的分布降解研究

杨欢, 马有宁, 秦美玲, 柴爽爽, 何巧, 张涵彤, 陈铭学

农业资源与环境学报. 2018, 35(4): 342–348 <https://doi.org/10.13254/j.jare.2017.0323>

四种蔬菜对DBP和DEHP及其代谢物的吸收累积研究

李晓贝, 张腾, 周昌艳, 白冰, 陈珊珊

农业资源与环境学报. 2018, 35(1): 87–94 <https://doi.org/10.13254/j.jare.2017.0202>

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, 张勇, 王文博, 李瑞菊

农业资源与环境学报. 2016, 33(5): 477–481 <https://doi.org/10.13254/j.jare.2016.0077>

不同土壤水势下贝莱斯芽孢杆菌B006菌剂对茄子的促生增产作用

耿妍, 郭荣君, 张爱香, GOVRINERiMoshe, 李世东

农业资源与环境学报. 2020, 37(3): 398–406 <https://doi.org/10.13254/j.jare.2020.0026>



关注微信公众号, 获得更多资讯信息

于博驰, 陈超, 王平平, 等. 氟吡菌胺及其代谢物在黄瓜中的残留[J]. 农业资源与环境学报, 2020, 37(3): 419–423.

YU Bo-chi, CHEN Chao, WANG Ping-ping, et al. Fluopicolide residue and its metabolites in cucumber[J]. *Journal of Agricultural Resources and Environment*, 2020, 37(3): 419–423.



开放科学 OSID

氟吡菌胺及其代谢物在黄瓜中的残留

于博驰¹, 陈超¹, 王平平¹, 满彦利¹, 刘新刚^{1,2*}, 董丰收¹, 徐军¹, 吴小虎¹, 郑永权¹

(1. 中国农业科学院植物保护研究所, 植物病虫害生物学国家重点实验室, 北京 100193; 2. 农业农村部桂林作物有害生物科学观测实验站, 广西 桂林 541399)

摘要:为评价氟吡菌胺及其代谢物在黄瓜上的安全性,建立了同时检测氟吡菌胺及其代谢物 2,6-二氯苯甲酰胺的高效液相色谱-串联质谱法。前处理采用以乙腈提取,无水硫酸镁、石墨化碳(GCB)和乙二胺-N-丙基硅烷(PSA)为分散净化剂的 QuEChERS 方法,应用高效液相色谱-串联质谱仪在多反应监测(MRM)模式下进行检测。结果表明,在 0.05~5 mg·kg⁻¹ 的加标范围内,氟吡菌胺和 2,6-二氯苯甲酰胺的平均回收率分别为 82%~98% 和 90%~100%,相对标准偏差(RSD, n=5)分别为 1.6%~7.9% 和 3.2%~9.4%,定量检出限(LOQ)为 0.05 mg·kg⁻¹。最终残留试验表明:在氟吡菌胺推荐剂量(735 g·hm⁻²)下,施药 3 次,距最后一次施药间隔 1、3 d 和 5 d 时采收,氟吡菌胺及 2,6-二氯苯甲酰胺在黄瓜上的最高残留量均小于 0.05 mg·kg⁻¹,低于我国规定的氟吡菌胺在黄瓜中的最大残留限量 0.5 mg·kg⁻¹。该方法前处理过程简单、方便、快速,灵敏度、准确度和精密度均满足残留分析的要求,可用于氟吡菌胺及代谢物 2,6-二氯苯甲酰胺在黄瓜中的残留检测。

关键词: QuEChERS; 高效液相色谱-串联质谱法; 氟吡菌胺; 代谢物; 最终残留

中图分类号: S481.8; O657.63 文献标志码: A 文章编号: 2095-6819(2020)03-0419-05 doi: 10.13254/j.jare.2019.0550

Fluopicolide residue and its metabolites in cucumber

YU Bo-chi¹, CHEN Chao¹, WANG Ping-ping¹, MAN Yan-li¹, LIU Xin-gang^{1,2*}, DONG Feng-shou¹, XU Jun¹, WU Xiao-hu¹, ZHENG Yong-quan¹

(1. State Key Laboratory for Biology of Plant Disease and Insect Pests, Institute of Plant Protection, Chinese Academy of Agricultural Sciences, Beijing 100193, China; 2. Scientific Observing and Experimental Station of Crop Pests in Guilin, Ministry of Agriculture and Rural Affairs, Guilin 541399, China)

Abstract: In order to evaluate the safety of fluopicolide and its metabolites in cucumber, a high-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS) method was developed for the simultaneous determination of fluopicolide and its metabolite 2,6-dichlorobenzamide. The pretreatment method involved acetonitrile extraction. The QuEChERS method was used, in which anhydrous magnesium sulfate, graphitized carbon (GCB), and ethylenediamine-N-propylsilane (PSA) were dispersed as solid-phase purification agents and then detected by multi-reaction ion monitoring with HPLC-MS/MS. Three concentrations of fluopicolide and 2,6-dichlorobenzamide standard solutions were added to the cucumber samples. The results showed that the average recovery rates were 82%~98% and 90%~100%, respectively. The relative standard deviations (n=5) were 1.6%~7.9% and 3.2%~9.4%, respectively. The limit of detection was 0.05 mg·kg⁻¹, which indicated that it was simpler, faster, and safer than existing assays. The final residue test indicated that the drug was applied at three times at the recommended dose of fluopicolide (735 g·hm⁻²). The maximum residual amount of fluopicolide and 2,6-dichloro-

收稿日期: 2019-11-06 录用日期: 2020-02-06

作者简介: 于博驰(1996—),男,湖南长沙人,硕士研究生,从事农药环境行为研究。E-mail: yubochi56@163.com

*通信作者: 刘新刚 E-mail: liuxingang@caas.cn

基金项目: 中国农业科学院科技创新工程协同创新任务(CAAS-XTCX2016015)

Project supported: Cooperative Innovation Project of Agricultural Science and Technology Innovation Program of CAAS(CAAS-XTCX2016015)

benzamide in cucumber was less than $0.05 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ from the last application interval of 1, 3, and 5 d. Both were lower than the maximum residue limit of $0.5 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ for fluopicolide in cucumber in China. The pretreatment process of this method was simple, convenient, and fast. The method is sensitive, accurate, precise, and meets the requirements of residual analysis, and can be used for the determination of fluoxastrobin and the metabolite 2,6-dichlorobenzamide in cucumber.

Keywords: QuEChERS; high-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; fluopicolide; metabolites; final residue

氟吡菌胺(Fluopicolide), 化学式为2,6-二氯-N-[(3-氯-5-三氟甲基-2-吡啶基)甲基]苯^[1], 是德国拜耳作物科技有限公司开发的一种新型苯甲酰胺类杀菌剂, 主要用于防治卵菌纲病原菌引起的植物病害, 如疫病、霜霉病、晚疫病等^[2], 目前我国已在黄瓜、大白菜、番茄等作物上登记使用。氟吡菌胺具有独特的作用方式, 主要对细胞膜和细胞间的特异性蛋白表现杀菌活性, 且与其他类杀菌剂无交互抗性^[3], 因而被广泛使用。联合国粮农组织/世界卫生组织农药残留专家联席会议指出, 氟吡菌胺的代谢物2,6-二氯苯甲酰胺的急性和长期毒性高于氟吡菌胺。2,6-二氯苯甲酰胺的每日允许摄入量(ADI)为 $0.02 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$, 氟吡菌胺的每日允许摄入量为 $0.08 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ ^[4]。因此对氟吡菌胺及其代谢物的检测具有同等重要的意义。

最高残留限量是由国际组织和政府制定的, 以保护公众健康安全不受农药的有害影响。联合国粮农组织、欧盟、美国和加拿大已确定黄瓜中氟吡菌胺的最大残留限量为 $0.5 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ ^[5]。目前, 我国规定的氟吡菌胺在黄瓜中的最大残留限量为 $0.5 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ (GB 2763—2016)。

目前已报道的检测作物和环境介质中残留农药的方法包括气相色谱-质谱法^[6]、气相色谱法^[7]、液相色谱-质谱法^[8]、高效液相色谱法^[9]。关于氟吡菌胺的研究主要集中在其对不同作物的杀菌活性, 如南瓜^[10]、烟草^[11]。而关于同时测定氟吡菌胺及其代谢物的研究方法较少。Shi等^[5]建立了用气相色谱电子捕获检测器(GC-ECD)同时测定黄瓜中氟吡菌胺及其代谢物的方法。Manikrao等^[12]建立了利用气相色谱-质谱法(GC-MS)分析甘蓝和土壤中氟吡菌胺及其代谢物2,6-二氯苯甲酰胺的方法。但以上两种方法均使用气相色谱, 存在处理复杂、耗时长、有机溶剂损耗多的缺点。本研究首次建立了一种快速、简便、灵敏、安全、高效的液相色谱串联质谱分析方法, 可同时测定黄瓜中氟吡菌胺及其代谢物2,6-二氯苯甲酰胺的残留。通过评估田间条件下氟吡菌胺及其代谢物在黄瓜上的残留水平, 为氟吡菌胺的正确、安全使用提供指导。

1 材料与方法

1.1 仪器和试剂

高效液相色谱三重四极杆质谱联用仪(Agilent 6470); KQ500B型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司); FZ102微型组织粉碎机(天津泰斯特公司); CK-1000组织振荡混合仪(北京托摩根生物有限公司); TG16-WS型台式高速离心机(长沙湘仪离心机仪器有限公司); XW-80A型漩涡混合器(美国Scientific industries公司); Filter Unit型有机滤膜($0.22 \mu\text{m}$, Agela Technologies公司)。

氟吡菌胺标准品(99.3%)、2,6-二氯苯甲酰胺标准品(99.0%)均由北京勤诚亦信科技有限公司提供。乙腈为分析纯(北京化学试剂公司); 正己烷、甲醇为色谱纯(康科德有限公司); Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18色谱柱($50 \text{ mm} \times 2.1 \text{ mm}$, $1.8 \mu\text{m}$)(天津博纳艾杰尔科技有限公司); 无水 MgSO_4 、 NaCl 均为分析纯(国药集团化学试剂有限公司)。

准确称取一定量的氟吡菌胺、2,6-二氯苯甲酰胺标准品, 依次用乙腈做溶剂配制 $100 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 的储备液 100 mL , 而后用乙腈稀释梯度为10、5、1、0.5、0.1、0.05、0.01 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 的系列标准品混合溶液。

1.2 田间试验

残留试验参照《农作物中农药残留试验准则》(NY/T 788—2018)进行设计。选取12个试验地点, 分别是吉林长春市、内蒙古赤峰市、陕西杨陵区、贵州贵阳市、广西南宁市、河南济源市、北京通州区、安徽萧县、湖南长沙县、山东潍坊市(露地)、山东潍坊市(大棚)、浙江杭州市。每个田间试验包括1个试验小区和1个对照小区, 每小区面积至少 50 m^2 , 且小区之间设立缓冲带。于黄瓜收获前14 d喷雾施药, 按照施药剂量 $70 \text{ g} \cdot 667 \text{ m}^{-2}$ (有效成分 $735 \text{ g} \cdot \text{hm}^{-2}$), 3次施药处理, 施药间隔期为7 d, 施药方式为兑水喷雾, 每 667 m^2 兑水 50 L , 于最后一次施药后1、3 d和5 d采集黄瓜样品。采用随机法采样, 每个小区从不少于12株黄瓜植株上采集不少于12个果实, 每个样品质量不低于 2 kg , 每个样品至少制备2份样品(1份用于检

测,一份试验结束后至少保存半年)。田间样本在采集后8 h内运回实验室,制样冷冻保存。黄瓜样品经粉碎后,按四分法缩分取300 g保存待测。无法立即检测的样品,低于-18℃条件下冷库储藏。

1.3 样品前处理

称取均质的黄瓜样品2.0 g于50 mL离心管中,加入10 mL乙腈,2000 r·min⁻¹振荡5 min后,加入1 g NaCl,2000 r·min⁻¹振荡3 min,在4000 r·min⁻¹离心5 min,取1.5 mL上清液,加入含有150 mg无水MgSO₄、50 mg PSA(乙二胺-N-丙基硅烷)和20 mg GCB(石墨化碳)的2 mL离心管中,涡旋1 min,在5000 r·min⁻¹离心5 min,取1 mL上清液过0.22 μm有机滤膜,待进样。

1.4 液相色谱与质谱条件

色谱条件:流动相为甲醇(A相)和超纯水(B相);流速0.4 mL·min⁻¹;进样量5 μL。进样梯度:0~1.5 min,10%~90% A;1.5~2.0 min,90% A;2.0~2.1 min,90%~10% A;2.1~5.0 min,10% A。

质谱条件:电喷雾离子源,正离子模式;干燥气温325℃;干燥气流速10 L·min⁻¹;毛细管电压4000 V;电喷雾压力35 psi(1 psi=6.895 kPa);多反应监测(MRM)模式下氟吡菌胺和2,6-二氯苯甲酰胺的质谱参数见表1。

2 结果与讨论

2.1 净化剂的选择

黄瓜等植物源农产品样品的提取液中含有脂肪酸、甾醇、色素和糖类等杂质,需选取不同种类的净化剂进行去除^[13]。研究对比了不同净化材料处理对回收率的影响,T1为150 mg无水MgSO₄+50 mg PSA,T2为150 mg无水MgSO₄+50 mg PSA+10 mg GCB,T3为150 mg无水MgSO₄+50 mg PSA+20 mg GCB。3种处理方式对3种农药的回收率见图1。结果表明,在T2处理条件下回收率最低,为62.98%~87.73%,T3处理条件下回收率最高,为94.13%~95.63%。最终确定150 mg无水MgSO₄+50 mg PSA+20 mg GCB为黄瓜样品提

取液的净化剂。

2.2 分析时间和定量限

经测定,氟吡菌胺和2,6-二氯苯甲酰胺的标准曲线回归方程分别为 $y=51\,888x+1\,174.5(R^2=0.994\,5)$; $y=226\,260x+2\,289.4(R^2=0.998\,5)$,在0.01~1 mg·kg⁻¹范围内线性关系良好。由氟吡菌胺和2,6-二氯苯甲酰胺标准品的MRM色谱图(图2)可知,其保留时间分别为1.697 min和2.371 min。Manikrao等^[12]建立的气相色谱-质谱法(GC-MS)中,氟吡菌胺和2,6-二氯苯甲酰胺的保留时间分别为35.9 min和21.4 min。Paramasivam等^[14]采用气相色谱-质谱法检测葡萄中的氟吡菌胺时,氟吡菌胺的保留时间为12.8 min。因此本实验方法可以大大缩短分析所需时间,为测定氟吡菌胺及其代谢物在黄瓜中的最终残留水平指供方法借鉴。

2.3 准确度与精密度

加标回收试验结果显示,在0.05~5 mg·kg⁻¹加标范围内,黄瓜样品中氟吡菌胺平均回收率为82%~98%,相对标准偏差(RSD,n=5)为1.6%~7.9%(表2),2,6-二氯苯甲酰胺平均回收率为90%~100%,相对标准偏差(RSD,n=5)为3.2%~9.4%(表3),该方法的重复性、精密度及准确度均满足氟吡菌胺、2,6-二氯苯

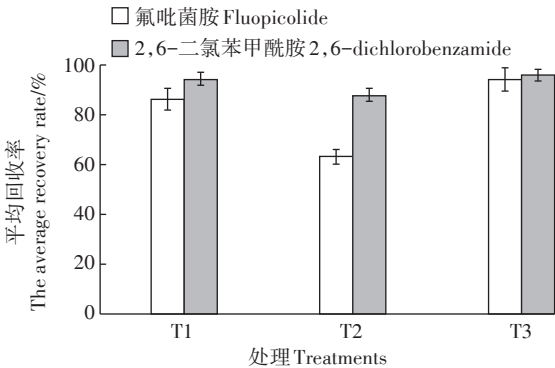


图1 不同净化剂对氟吡菌胺和2,6-二氯苯甲酰胺回收率的影响(n=5)

Figure 1 Effect of different purification treatments on pesticide recovery (n=5)

表1 多反应监测模式下氟吡菌胺和2,6-二氯苯甲酰胺的质谱参数

Table 1 Mass spectrometry parameters of fluopicolide and 2,6-dichlorobenzamide in multi-reaction monitoring(MRM)

化合物 Compound	保留时间 Retention time/min	母离子 Precursor ion	子离子 Product ion	碎裂电压 Fragmentation voltage/V	锥孔电压 Cone voltage/V
氟吡菌胺 Fluopicolide	2.07	383.0	172.8*/144.8	111	25,50
2,6-二氯苯甲酰胺 2,6-dichlorobenzamide	1.34	190.0	144.9*/108.9	92	33,45

注:*定量离子。
Note:*Quantitative ion.

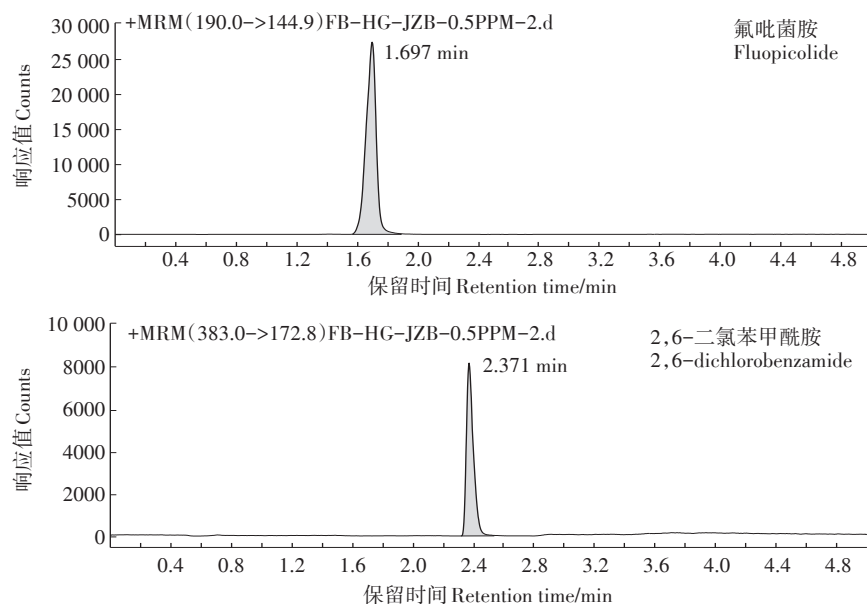
图2 氟吡菌胺和2,6-二氯苯甲酰胺0.5 mg·kg⁻¹标准品色谱图Figure 2 Chromatogram of fluopicolide and 2,6-dichlorobenzamide in cucumber(0.5 mg·kg⁻¹)

表2 氟吡菌胺在黄瓜中加标回收率及相对标准偏差
Table 2 Recovery and relative standard deviation(RSD) of fluopicolide in cucumber

加标质量分数 Concentration/ mg·kg ⁻¹	回收率 Recovery rate/%					相对标准偏差 RSD/%
	1	2	3	4	5 Average value	
0.05	91	77	83	78	82	6.6
0.5	99	98	95	97	95	1.6
5	87	93	107	102	98	7.9

表3 2,6-二氯苯甲酰胺在黄瓜中加标回收率及相对标准偏差
Table 3 Recovery and relative standard deviation(RSD) of 2,6-dichlorobenzamide in cucumber

加标质量分数 Concentration/ mg·kg ⁻¹	回收率 Recovery rate/%					相对标准偏差 RSD/%
	1	2	3	4	5 Average value	
0.05	97	94	77	86	96	9.4
0.5	98	97	104	99	104	3.2
5	88	86	100	86	90	6.4

甲酰胺残留分析的要求。

2.4 氟吡菌胺和2,6-二氯苯甲酰胺在黄瓜中的最终残留量

氟吡菌胺和2,6-二氯苯甲酰胺在12个试验地点的最终残留量见表4。在氟吡菌胺最大推荐剂量(735 g·hm⁻²)下,施药3次,距最后一次施药间隔1、3 d和5 d采收,氟吡菌胺、2,6-二氯苯甲酰胺在黄瓜中残留均未检出(定量检出限0.05 mg·kg⁻¹),即残留量均低于国家标准规定的氟吡菌胺在黄瓜中的最大残留限量0.5 mg·kg⁻¹(GB 2763—2016)。由表4可以看出,距最后一次施药间隔1、3、5 d采收,氟吡菌胺、2,6-二氯苯甲酰胺在黄瓜中的残留量总和均小于0.05 mg·kg⁻¹,符合联合国粮农组织/世界卫生组织农药残留专家联席会议提出的氟吡菌胺在动植物商品中的残留量标准。

3 结论

(1)首次建立了QuEChERS前处理方法联合液相

色谱串联质谱同时测定黄瓜中氟吡菌胺及其代谢物(2,6-二氯苯甲酰胺)的高效分析方法。该方法前处理过程简便、快速,结果重复性、精密度及准确度均能达到残留分析要求。

(2)田间实际样品检测结果表明,氟吡菌胺在最大推荐剂量下(735 g·hm⁻²)施药3次,距最后一次施药间隔1、3 d和5 d时采收,氟吡菌胺及2,6-二氯苯甲酰胺在黄瓜中的残留量均低于国家标准规定的氟吡菌胺在黄瓜中的最大残留限量。本研究为氟吡菌胺及其代谢物在黄瓜上的安全性评价提供技术支撑。

参考文献:

- [1] Sahoo S K, Mandal K, Kumar R, et al. Analysis of fluopicolide and propamocarb residues on tomato and soil using QuEChERS sample preparation method in combination with GLC and GCMS[J]. *Food Analytical Methods*, 2014, 7(5):1032-1042.
 - [2] 朱卫刚, 胡伟群, 张蕊蕊, 等. 新型杀菌剂氟吡菌胺室内杀菌活性[J]. *农药*, 2012, 51(12):922-923.
- ZHU Wei-gang, HU Wei-qun, ZHANG Rui-rui, et al. Study on the

表4 黄瓜中氟吡菌胺和2,6-二氯苯甲酰胺的最终残留量($\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$)Table 4 Summary of final residue of fluopicolide and 2,6-dichlorobenzamide in cucumber($\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$)

地点 Location	氟吡菌胺 Fluopicolide	2,6-二氯苯甲酰胺 2,6-dichlorobenzamide	总和 Sum	平均值 Average value
吉林长春市 Changchun, Jilin	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
北京通州区 Tongzhou, Beijing	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
内蒙古赤峰市 Chifeng, Inner Mongolia	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
湖南长沙县 Changsha, Hunan	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
浙江杭州市 Hangzhou, Zhejiang	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
贵州贵阳市 Guiyang, Guizhou	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
安徽萧县 Xiaoxian, Anhui	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
河南济源市 Jiuyuan, Henan	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
陕西杨陵区 Yangling, Shaanxi	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
广西南宁市 Nanning, Guangxi	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
山东潍坊市(露地) Weifang, Shandong(Open field)	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
山东潍坊市(大棚) Weifang, Shandong(Greenhouse)	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05

注:0.05为定量检出限。

Note:0.05 is the limit of detection.

fungicidal activity of novel fungicide fluopicolide[J]. *Pesticides*, 2012, 51 (12):922-923.

- [3] 刘春艳, 郝永娟, 王 勇, 等. 氟吡菌胺·霜霉威(银法利)悬浮剂对番茄晚疫病和黄瓜霜霉病的防治效果[J]. *中国蔬菜*, 2008, 1(1): 26-27.

LIU Chun-yan, HAO Yong-juan, WANG Yong, et al. Control effect of fluoxastrobin-carbamycin (silver aliment) suspension on tomato late blight and cucumber downy mildew[J]. *China Vegetables*, 2008, 1(1): 26-27.

- [4] FAO/WHO. Report of 40th session of the Codex Committee on pesticide residues[R]. Food Standard Programme, Codex Alimentarius Commission, 2008.

- [5] Shi K W, Li W, Yuan L F, et al. Dissipation, terminal residues and risk assessment of fluopicolide and its metabolite in cucumber under field conditions[J]. *Environmental Monitoring & Assessment*, 2015, 187 (11):698.

- [6] 沈伟健, 余可垚, 桂茜雯, 等. 分散固相萃取-气相色谱-串联质谱法测定蔬菜中107种农药的残留量[J]. *色谱*, 2009, 27(4):391-400.

SHEN Wei-jian, YU Ke-yao, GUI Qian-wen, et al. Determination of 107 pesticide residues in vegetables using off-line dispersive solid-phase extraction and gas chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chinese Journal of Chromatography*, 2009, 27(4):391-400.

- [7] 崔雁娜, 姚伟忠, 王 俊, 等. 鳊肌肉中有机磷农药GPC净化条件的选择[J]. *安全与环境学报*, 2015, 15(3):279-284.

CUI Yan-na, YAO Wei-zhong, WANG Jun, et al. On the selection of GPC purifying conditions for organophosphorus pesticides in the muscle of *Parabramis pekinensis*[J]. *Journal of Safety & Environment*, 2015, 15(3):279-284.

- [8] 王 超, 王绍俊, 陈 烨, 等. 基于超高压液相色谱荧光检测法的空气中苯胺类化合物测定[J]. *安全与环境学报*, 2016, 16(2):343-346.

WANG Chao, WANG Shao-jun, CHEN Ye, et al. Determination of ani-

line derivatives in the air using ultrahigh-pressure liquid chromatography through fluorescent detection[J]. *Journal of Safety & Environment*, 2016, 16(2):343-346.

- [9] 陆澄滢, 殷 星, 王鸣华. 氟铃脲降解与土壤降解的研究[J]. *安全与环境学报*, 2014, 14(2):123-127.

LU Cheng-ying, YIN Xing, WANG Ming-hua. Research on the hydrolysis and soil degradation of hexaflumuron[J]. *Journal of Safety & Environment*, 2014, 14(2):123-127.

- [10] Jackson K L, Yin J, Csinos A S, et al. Fungicidal activity of fluopicolide for suppression of *Phytophthora capsici* on squash[J]. *Crop Protection*, 2010, 29(12):1421-1427.

- [11] Ren X, Ji X, Qi W, et al. Evaluation of the combination of propamocarb hydrochloride and fluopicolide for management of black shank on tobacco[J]. *Crop Protection*, 2018, 114:12-17.

- [12] Manikrao G, Mohapatra S. Persistence and dissipation of fluopicolide and propamocarb on cabbage and soil under semi-arid climatic conditions[J]. *International Journal of Environmental Analytical Chemistry*, 2016, 96(1):68-86.

- [13] 赵民娟, 郭虹娜, 邵 华, 等. 高效液相色谱-串联质谱法测定黄瓜与土壤中烯酰吗啉和氟霜唑及其代谢物的残留量[J]. *分析测试学报*, 2018, 37(11):1316-1321.

ZHAO Min-juan, GUO Hong-na, SHAO Hua, et al. Determination of dimethomorph, cyanofamid and its metabolite residue in cucumber and soil using high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. *Journal of Instrumental Analysis*, 2018, 37 (11): 1316-1321.

- [14] Paramasivam M, Chandrasekaran S. Determination of fluopicolide in grapes and soil using an easy sample preparation method and gas chromatography-mass spectrometry[J]. *Toxicological & Environmental Chemistry*, 2014, 95(9):1470-1476.