

醚菌酯在黄瓜和土壤中的残留及消解动态研究

李彩霞, 蔡云梅 (广东环境保护工程职业学院环境监测系, 广东佛山 528216)

摘要 在安徽、广西和山东 3 地开展 50% 醚菌酯水分散粒剂在黄瓜及土壤中的田间残留及消解动态试验。建立了测定黄瓜和土壤中醚菌酯的气相色谱-电子捕获检测器(GC-ECD)分析方法。样品经乙腈振荡提取, 离心分层进 GC-ECD 进行检测。结果表明, 在 0.005~5.000 mg/L 浓度时, 线性关系良好, r 均大于 0.999 7。在 4 个添加水平下, 醚菌酯的平均回收率在 88%~109%, 相对标准偏差(RSD) 小于 2.4%; 在黄瓜和土壤中的定量限(LOQ) 均为 0.005 mg/kg。田间试验结果表明, 醚菌酯在黄瓜和土壤中的消解符合一级动力学方程, 在黄瓜中的半衰期为 1.6~4.1 d, 在土壤中的半衰期为 2.4~6.2 d; 距末次施药后 3~10 d, 醚菌酯在黄瓜中的最高残留量为 0.081 mg/kg, 低于我国规定的黄瓜中醚菌酯最大残留限量值(0.500 mg/kg)。

关键词 醚菌酯; 黄瓜; 残留; 消解动态

中图分类号 S 481⁺.8 文献标识码 A

文章编号 0517-6611(2020)22-0087-03

doi: 10.3969/j.issn.0517-6611.2020.22.023



开放科学(资源服务)标识码(OSID):

Residue and Dissipation Dynamics of Kresoxim-methyl in Cucumber and Soil

LI Cai-xia, CAI Yun-mei (Department of Environmental Monitoring, Guangdong Polytechnic of Environmental Protection Engineering, Foshan, Guangdong 528216)

Abstract Field trials were conducted to evaluate the dissipation and residue of 50% kresoxim-methyl WG in cucumber and soil in Anhui Province, Guangxi Province and Shandong Province. A gas chromatography with electron capture detector (GC-ECD) method was developed for the determination of kresoxim-methyl in cucumber and soil samples. The samples were extracted with acetonitrile by oscillation, then centrifuged and filtered and detected by GC-ECD. The results showed that, the linearity of kresoxim-methyl was in the concentration range of 0.005-5.000 mg/L with correlation coefficients higher than 0.999 7. The average recoveries of kresoxim-methyl in cucumber and soil were in the ranges of 88% to 109% at four spiked levels of 0.005, 0.05, 0.5 and 5.0 mg/kg, and the relative standard deviation (RSD) was less than 2.4%. The limit of quantification (LOQ) of kresoxim-methyl was 0.005 mg/kg which was the lowest spiked concentration. The results demonstrated that dissipation of kresoxim-methyl in cucumber and soil was in accordance with the first-order kinetic equation with the half-lives from 1.6 d to 4.1 d in cucumber and 2.4 d to 6.2 d in soil. The highest residue of kresoxim-methyl in cucumber was 0.081 mg/kg, which was lower than the maximum residue limit (MRL, 0.500 mg/kg) of kresoxim-methyl in cucumber in China, when measured 3-10 d after final application. It was safe for human being when using this fungicide to control powdery mildew on cucumber.

Key words Kresoxim-methyl; Cucumber; Residue; Dissipation dynamics

醚菌酯(kresoxim-methyl, 分子式为 $C_{18}H_{19}NO_4$), 化学名称(E)-2-甲氧亚氨基-[2-(邻甲基苯氧基甲基)苯基]乙酸甲酯, 是巴斯夫公司开发的一种 strobilurins (丙烯酸甲酯类) 杀菌剂, 具有高效、广谱、低毒等特点, 对半知菌、子囊菌、担子菌、卵菌纲等真菌引起的多种病害具有良好的防治效果, 如葡萄和草莓白粉病、小麦锈病、马铃薯疫病、水稻稻瘟病等病害^[1-4]。醚菌酯杀菌谱广, 且具有良好的保护和治疗作用, 与其他常用的杀菌剂无交互抗性, 比常规杀菌剂持效期长^[5]。醚菌酯选择性好, 对人畜及非靶标生物安全, 对环境影响小。

关于醚菌酯在农作物中残留行为及检测方法已有报道^[6-12], 但对其残留降解行为和对环境生态的研究相对较少。黄瓜(*Cucumis sativus* Linn.) 属葫芦科, 是我国主要出口蔬菜品种之一。黄瓜对环境条件要求严格且抗逆性较差, 随着栽培方式的变化, 病虫害成为黄瓜生产中突出的问题, 严重影响黄瓜的产量和品质, 其中白粉病是危害黄瓜生产的主要病害之一^[13]。为此, 笔者在我国 3 个不同试验地进行了田间试验, 利用气相色谱-电子捕获检测器(GC-ECD) 测定黄瓜和土壤中的醚菌酯残留量, 对醚菌酯在黄瓜和土壤中的残留消解动态和最终残留水平进行研究, 旨在确保 50% 醚菌酯

水分散粒剂在黄瓜上合理使用, 确保黄瓜产品安全。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂 Agilent 6890 气相色谱仪, 配有电子捕获检测器(美国 Agilent 公司); XW-80A 型涡旋混合器(江苏海门其林贝尔仪器制造有限公司); 上海 SCQ-2201B 型超声波清洗器(上海声彦超声波仪器有限公司); EYELA SB-1000 型旋转蒸发仪(EYELA 东京理化器械株式会社); DL-4000B 型冷冻离心机(上海安亭科学仪器厂); BS210 电子分析天平(德国赛多利斯公司)。

醚菌酯标准品(纯度 99.7%), 购自上海安谱公司; 氯化钠、无水硫酸钠均为分析纯, 由江苏强盛功能化学公司提供; 色谱纯正己烷和乙腈, 购置于上海安谱科学仪器有限公司; 0.22 μ m 滤膜, 购于上海安谱科学仪器有限公司。

1.2 试验方法 试验分别在广西壮族自治区南宁市、山东省济南市和安徽省宿州市 3 地进行, 供试黄瓜品种分别为丰元 168、京优选 1 号和津优 1 号。参照《农药登记残留田间试验标准操作规程》^[14] 和《农药残留试验准则》^[15], 设计农药消解动态试验和最终残留试验。供试药剂为 50% 醚菌酯水分散粒剂。每个试验处理设 3 个重复小区, 小区面积为 15 m²。另设清水空白对照小区。

1.2.1 醚菌酯在黄瓜中的消解动态试验。 于黄瓜生长至成熟个体 50% 大小时施药, 施药时应保证用于动态试验的黄瓜均匀着药, 并做标记。施药剂量为制剂量 600 g/hm², 施药 1

作者简介 李彩霞(1976—), 女, 山东郓城人, 讲师, 硕士, 从事分析化学方面教学科研工作。

收稿日期 2020-07-30

次。分别于施药后 2 h 和 1 d、2 d、3 d、5 d、7 d、10 d、14 d 采集黄瓜样品。

1.2.2 醚菌酯在土壤中的消解动态试验。在黄瓜地附近选一块 20 m² 的空白地,施药剂量为制剂量 1 500 g/hm²,施药 1 次。施药后间隔 2 h 和 1 d、2 d、3 d、5 d、7 d、10 d、14 d、21 d、30 d、45 d 分别采集土壤样本。

1.2.3 醚菌酯在黄瓜和土壤中的最终残留试验。设 2 个施药剂量,分别为制剂量 300 g/hm² (低剂量)和 450 g/hm² (高剂量),施药次数分别 3 次和 4 次,施药间隔为 7 d。于末次施药后 3、5、7、10 d,分别采集黄瓜和土壤样品。

1.2.4 采样。黄瓜样本的采集:随机在试验小区内不同方向及上下不同部位采集 6 条以上(不少于 2 kg)生长正常、无病害、成熟的黄瓜果实,粘好标签,装入塑封袋中包扎妥当,运回实验室(8 h 内)。在室内用不锈钢刀切成 1 cm 大小的碎块,在不锈钢盆中混匀,用四分法缩分样品,分取 2 份 150 g 的样品,贮存于 -20 ℃ 冰柜中保存。土壤样本的采集:随机取点 6~12 个,采用土钻采集 0~15 cm 的土壤 1~2 kg,除去土壤中的碎石、杂草和植物根茎等杂物,粉碎,过 1 mm 孔径筛,于 -20 ℃ 中保存。

1.3 样品前处理 准确称取打碎后黄瓜样品和过筛后的土壤样品 10 g 于 50 mL 离心管内,加入乙腈 20 mL,手摇 1 min,用超声波超声 10 min,加入氯化钠 5 g 和无水硫酸钠 5 g,剧烈摇动 1 min 后,以 3 000 r/min 离心 3 min。取上清液 10 mL 于 45 ℃ 旋转蒸发至近干,氮气吹干后,用 2 mL 正己烷定容,

过 0.22 μm 的滤膜后,待测。

1.4 检测条件 色谱柱为 Agilent DB-5, 30 m×250 μm(i.d.)×0.25 μm 石英毛细管柱。进样口温度:260 ℃,检测器温度:320 ℃,柱温:60 ℃ 保持 1 min,以 30 ℃/min 升至 180 ℃,保持 1 min,以 10 ℃/min 升至 280 ℃,保持 4 min。载气(氮气 ≥99.999%),流量:2 mL/min;氢气流量:2 mL/min;空气流量:60 mL/min。进样量:1 μL。

1.5 标准溶液配制及标准曲线绘制 精确称取醚菌酯标准品(精确至 0.1 mg),配成 100 mg/L 标准储备液。按照梯度稀释的原则,分别用黄瓜和土壤 2 种空白基质配成 0.005、0.010、0.050、0.100、0.500、1.000、5.000 mg/L 的系列标准工作液,按“1.4”(检测条件)进行测定。以醚菌酯的质量浓度为横坐标,相应的色谱峰面积为纵坐标绘制标准工作曲线,得到线性回归方程。

1.6 添加回收率试验 分别向空白黄瓜和土壤样品中添加 0.005、0.050、0.500 和 5.000 mg/kg 4 个水平的醚菌酯标准溶液,重复 5 次,用上述选定的分析与检测方法测定其回收率。

2 结果与分析

2.1 方法的线性范围、准确度及精密度 根据 NY/T 788—2018《农作物中农药残留试验准则》^[15] 进行方法有效性评价。在 0.005~5.000 mg/L 时,醚菌酯在黄瓜和土壤中的质量浓度(x)与色谱峰面积(y)呈良好的线性关系(图 1),回归方程: $y = 22\ 121x - 461.59$, $r = 0.999\ 7$ (黄瓜)和 $y = 22\ 213x - 103.8$, $r = 1.000\ 0$ (土壤)。

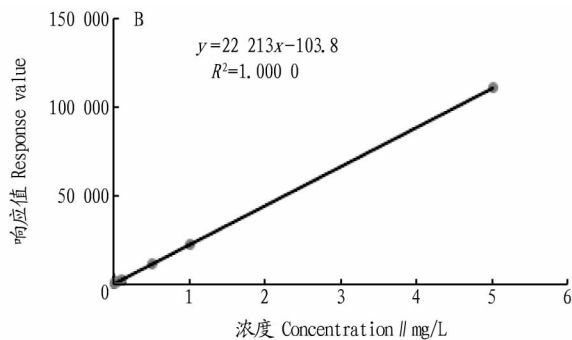
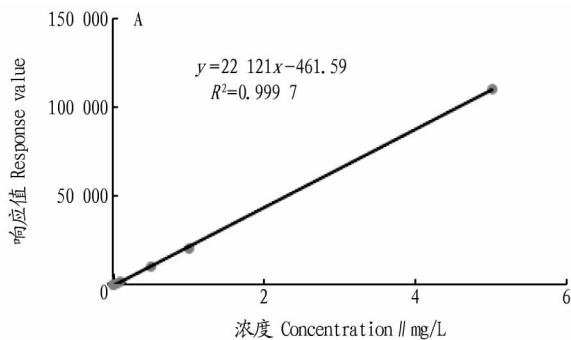


图 1 醚菌酯在黄瓜(A)和土壤(B)中的标准曲线

Fig.1 Standard curve of ethanolesters in cucumber and soil

添加回收试验(表 1)结果表明,在 0.005、0.050、0.500 和 5.000 mg/kg 4 个添加水平下,醚菌酯在黄瓜中的平均回收率在 95%~109%,RSD 为 1.8%~2.4%;醚菌酯在土壤中的平均回收率在 88%~99%,RSD 为 1.8%~2.4%。醚菌酯在黄瓜和土壤中的定量限(LOQ)均为 0.005 mg/kg,最小检出量为 1×10^{-9} g。均符合《农药残留试验准则》的要求^[12]。

2.2 醚菌酯在黄瓜和土壤中消解动态 醚菌酯在黄瓜和土壤中消解动力学方程见表 2。3 地田间试验结果表明,施药后 2 h 取样进行检测,黄瓜中醚菌酯的原始沉积量为 0.220~0.533 mg/kg,14 d 后在黄瓜中消解 90.5%~100%。土壤中醚菌酯的原始沉积量为 1.357~2.063 mg/kg,10 d 后在土壤中消解 90.4%~98.8%。醚菌酯在黄瓜和土壤中的消解是一个逐渐降低的过程,且均符合一级动力学方程式($C_t = C_0^{-kt}$)。醚

表 1 醚菌酯在黄瓜和土壤中的添加回收率、相对标准偏差和定量限
Table 1 Recovery, relative standard deviation and quantitative limits of ether esters in cucumber and soil

| 样品 Sample | 添加水平 Additive level mg/kg | 平均回收率 Average recovery (n=5) // % | 相对标准偏差 Relative standard deviation // % | LOQ mg/kg |
|--------------|---------------------------------|--|--|--------------|
| 黄瓜 Cucumber | 0.005 | 95 | 1.9 | 0.005 |
| | 0.050 | 102 | 2.4 | |
| | 0.500 | 100 | 1.8 | |
| | 5.000 | 109 | 2.1 | |
| 土壤 Soil | 0.005 | 96 | 2.2 | 0.005 |
| | 0.050 | 90 | 2.0 | |
| | 0.500 | 88 | 1.9 | |
| | 5.000 | 99 | 1.4 | |

菌酯在广西、山东和安徽 3 地黄瓜中的半衰期为 1.6~4.1 d。在广西、山东和安徽 3 地土壤中的半衰期为 2.4~6.2 d。醚菌

酯在黄瓜和土壤中的消解速度快,半衰期短,对黄瓜的食用性和土壤环境的影响较小。

表 2 醚菌酯在黄瓜和土壤中的消解参数

Table 2 Digestion parameters of ether esters in cucumber and soil

| 样品 Sample | 试验地点 Test site | 消解方程 Resolution equation | 原始沉积量 Primary deposition//mg/kg | 相关系数(<i>r</i>) Correlation coefficient | 半衰期 Half-life period//d |
|--------------|-------------------|-----------------------------|------------------------------------|---|----------------------------|
| 黄瓜 Cucumber | 广西 | $C_t = 0.244 e^{-0.219 t}$ | 0.258 | 0.991 2 | 3.2 |
| | 山东 | $C_t = 0.535 e^{-0.434 t}$ | 0.533 | 0.993 4 | 1.6 |
| | 安徽 | $C_t = 0.174 e^{-0.170 t}$ | 0.220 | 0.970 9 | 4.1 |
| 土壤 Soil | 广西 | $C_t = 1.170 e^{-0.287 t}$ | 2.063 | 0.936 7 | 2.4 |
| | 山东 | $C_t = 1.102 e^{-0.137 t}$ | 1.639 | 0.931 5 | 5.0 |
| | 安徽 | $C_t = 0.676 e^{-0.122 t}$ | 1.357 | 0.912 7 | 6.2 |

2.3 醚菌酯在黄瓜和土壤中的最终残留 在广西、山东和安徽 3 地田间试验结果(表 3 和 4)表明,50%醚菌酯水分散剂分别按有效剂量 150 和 225 g/hm² 施药,施药 3 和 4 次时,施药间隔 7 d,距最后一次施药 3、5、7 和 10 d 时采收,黄瓜中醚菌酯的残留量分别为 <0.005~0.081 mg/kg、<0.005~0.074 mg/kg、<0.005~0.045 mg/kg 和 0.006~0.041 mg/kg,均低于我国规定醚菌酯在黄瓜上的 MRL 值(0.500 mg/kg)。土壤中醚菌酯残留量分别为 <0.005~0.179 mg/kg、<0.005~0.147 mg/kg、<0.005~0.045 mg/kg 和 <0.005~0.027 mg/kg。总体上,随着施药剂量和施药次数的增加而增加,随采样时间的延长而降低。

表 3 醚菌酯在黄瓜中的最终残留

Table 3 Final residue of ethanoly ester in cucumber

| 采收 间隔期 Harvest interval d | 施药(有效 成分)量 Applying pesticide (agents) g/hm ² | 施药次数 Times of application | 残留量 Residual amount//mg/kg | | |
|---------------------------------------|---|---------------------------------|-------------------------------|----------------|-------------|
| | | | 广西 Guangxi | 山东 Shandong | 安徽 Anhui |
| 3 | 150 | 3 | <0.005 | 0.023 | 0.034 |
| | | 4 | 0.062 | 0.044 | 0.057 |
| | 225 | 3 | 0.081 | 0.022 | 0.028 |
| | | 4 | 0.034 | 0.030 | 0.036 |
| 5 | 150 | 3 | 0.006 | 0.018 | 0.029 |
| | | 4 | 0.037 | 0.016 | 0.019 |
| | 225 | 3 | 0.043 | 0.027 | 0.028 |
| | | 4 | 0.074 | 0.037 | 0.035 |
| 7 | 150 | 3 | 0.006 | 0.009 | 0.028 |
| | | 4 | 0.020 | 0.010 | 0.019 |
| | 225 | 3 | 0.045 | 0.045 | 0.036 |
| | | 4 | 0.029 | 0.024 | 0.011 |
| 10 | 150 | 3 | 0.009 | 0.007 | 0.028 |
| | | 4 | 0.006 | 0.016 | 0.027 |
| | 225 | 3 | 0.016 | 0.026 | 0.026 |
| | | 4 | 0.012 | 0.036 | 0.041 |

3 结论与讨论

该研究结果发现,醚菌酯在 3 地黄瓜中的原始沉积量为 0.220~0.533 mg/kg,在山东黄瓜中的原始沉积量大于其他 2 个地区,可能与植株形态及施药时的环境有关。结果表明,醚菌酯在黄瓜中的半衰期为 1.6~4.1 d,刘聪云等^[12]报道了

醚菌酯在黄瓜中半衰期为 1.5 和 2.1 d,葛谦等^[10]报道醚菌酯在黄瓜中的半衰期为 2.1~5.1 d,与该研究结果基本相似,表明醚菌酯在黄瓜易消解。醚菌酯在 3 地土壤中的半衰期为 2.4~6.2 d,而研究表明,醚菌酯在土壤中的半衰期为 4.9~10.8 d^[10]。农药在土壤中的降解速率受试验年份气温、降水情况、pH、土壤种类、有机质含量等综合因素的影响。

表 4 醚菌酯在土壤中的最终残留

Table 4 Final residue of ethanolester in soil

| 采收 间隔期 Harvest interval d | 施药(有效 成分)量 Applying pesticide (agents) g/hm ² | 施药次数 Times of application | 残留量 Residual amount//mg/kg | | |
|---------------------------------------|---|---------------------------------|-------------------------------|----------------|-------------|
| | | | 广西 Guangxi | 山东 Shandong | 安徽 Anhui |
| 3 | 150 | 3 | 0.008 | 0.022 | 0.007 |
| | | 4 | 0.113 | 0.028 | 0.011 |
| | 225 | 3 | 0.179 | 0.059 | 0.015 |
| | | 4 | 0.114 | 0.066 | 0.026 |
| 5 | 150 | 3 | 0.011 | 0.039 | <0.005 |
| | | 4 | 0.083 | 0.039 | <0.005 |
| | 225 | 3 | 0.075 | 0.044 | 0.007 |
| | | 4 | 0.145 | 0.052 | 0.008 |
| 7 | 150 | 3 | <0.005 | 0.039 | <0.005 |
| | | 4 | 0.147 | 0.025 | <0.005 |
| | 225 | 3 | 0.059 | 0.022 | 0.005 |
| | | 4 | 0.095 | 0.011 | 0.009 |
| 10 | 150 | 3 | 0.019 | 0.010 | <0.005 |
| | | 4 | <0.005 | 0.010 | <0.005 |
| | 225 | 3 | 0.027 | 0.017 | 0.005 |
| | | 4 | 0.026 | 0.015 | 0.006 |

最终残留试验结果表明,50%醚菌酯水分散剂按有效剂量 150 和 225 g/hm²,施药 3、4 次,施药间隔期 7 d,距末次施药 3、5、7 和 10 d 后,黄瓜中醚菌酯残留量均低于我国规定的黄瓜中醚菌酯的最大残留限量(0.500 mg/kg)。因此,按照推荐剂量使用该农药不会造成农药残留超标,对人体健康是安全的。

参考文献

- [1] 关爱莹,胡耐冬.Strobilurin 类杀菌剂[J].世界农药,2002,24(2):16-19.
- [2] 吕国成.60%醚菌酯水分散剂防治黄瓜白粉病田间药效试验[J].广西植保,2011,24(4):20-21.
- [3] 丁佩,马海芹,戴德江,等.醚菌酯防治草莓白粉病的田间药效试验[J].浙江农业科学,2015,56(7):1058-1059,1066.
- [4] 赵琪君,刘世江,丁怡,等.稻瘟病菌对丙环唑和醚菌酯的敏感性检测[J].农药,2019,58(6):462-464,468.

运输(未产生休克)与未经历运输样本鱼的6种免疫学指标差异不显著,究其原因可能是由于机体受到应激胁迫后,首先进行一级、二级反应,严重时才导致三级反应,即免疫系统受到抑制等^[38-39],上述6种免疫学指标在机体内参与应激反应的时间相对滞后。

4 结论

综上所述,通过一定的育种手段可使新品种牙鲆获得一定的免疫优势;随着牙鲆个体的生长,体重增加,抗病力显著增强;牙鲆的抗病性能与黑化与否的关联性不显著;经过运输(未产生休克)与未经过运输样本鱼的6种免疫学指标差异不显著。该试验结果表明定向育种操作、体重、休克均可对牙鲆某种或某几种免疫学指标产生影响,无眼侧有无黑化、适度的运输操作对该试验中牙鲆6种免疫学指标的影响不显著。

参考文献

- [1] 宋立民,于清海,袁立来,等.回捕牙鲆生长和摄食状况调查研究[J].天津农业科学,2019,25(5):33-38.
- [2] 尚妮,曲凌云,王玉芬,等.患腹水病牙鲆病原菌分离、鉴定及病原菌的特性[J].水产学报,2020,44(2):266-275.
- [3] 朱壮春,史相国,张淑杰,等.牙鲆腹水病病原研究[J].水产科学,2006,25(7):325-329.
- [4] 周丽,官庆礼,俞开康.牙鲆的疾病[J].青岛海洋大学学报,1997,27(2):173-180.
- [5] 陈松林.鱼类基因组学及基因组育种技术[M].北京:科学出版社,2017.
- [6] 米红波,侯晓荣,茅林春.鱼虾类保活运输的研究与应用进展[J].食品科学,2013,34(13):365-369.
- [7] 姜宏波.双单倍体牙鲆纯合不育个体的蛋白质组和转录组学研究[D].哈尔滨:东北农业大学,2015.
- [8] 郑清梅,吴锐全,叶星.水生动物溶菌酶的研究进展[J].上海水产大学学报,2006,15(4):483-487.
- [9] 谢明媚,彭士明,张晨捷,等.急性温度胁迫对银鲫幼鱼抗氧化和免疫指标的影响[J].海洋渔业,2015,37(6):541-549.
- [10] ZHU L Y, NIE L, ZHU G, et al. Advances in research of fish immune-relevant genes: A comparative overview of innate and adaptive immunity in teleosts[J]. Developmental & comparative immunology, 2013, 39(1/2): 39-62.
- [11] 王树芹,周洪琪.壳聚糖对异育银鲫溶菌酶和白细胞吞噬活性的影响[J].上海水产大学学报,2004,13(2):121-125.
- [12] 徐大伦,黄晓春,欧昌荣,等.浒苔多糖对华贵栉孔扇贝血淋巴中SOD酶和溶菌酶活性的影响[J].水产科学,2006,25(2):72-74.
- [13] 常杰.对虾和刺参敏感免疫学指标的筛选和评价[D].青岛:中国海洋大学,2010.
- [14] 陈启明.精氨酸对黄颡鱼生长、免疫及肠道健康的影响[D].广州:华南农业大学,2016.
- [15] SONG S K, BECK B R, KIM D, et al. Probiotics as immunostimulants in aquaculture: A review[J]. Fish & shellfish immunology, 2014, 40(1): 40-48.

(上接第89页)

- [5] SAUTER H, STEGLICH W, ANKE T. Strobilurians: Evolution of new class of active substances[J]. Angew Chem Int Ed, 1999, 38(10): 1328-1349.
- [6] 李国烈,覃明丽,苏旭,等.超高效液相色谱-串联质谱测定桑葚中醚菌酯残留量[J].农药,2017,56(12):905-907,911.
- [7] 宋天玮,熊胜,陈恒辉,等.气相色谱法快速检测小麦中醚菌酯和噻呋酰胺的残留[J].农药,2019,58(4):285-287.
- [8] 常宇毓,王晓梅,侯志广,等.醚菌酯在平菇和榆黄蘑及培养料中的残留动态研究[J].食用菌,2015(2):62-64.
- [9] 于雪骊,蔡磊明.30%醚菌酯悬浮剂在小麦及土壤中的残留动态[J].农药,2010,49(5):361-362,370.

- [16] 孙俊霄,韩广坤,刘娅,等.杂交黄颡鱼与普通黄颡鱼幼鱼生长性能及耐低氧能力的比较[J].水生生物学报,2019,43(6):1271-1279.
- [17] 张立颖,赵萌.鱼类免疫球蛋白的研究进展[J].水产科学,2009,28(11):701-705.
- [18] HOLLAND M C H, LAMBRIS J D. The complement system in teleosts[J]. Fish & shellfish immunology, 2002, 12(5): 399-420.
- [19] 王俊相,李玉萍,孔令富,等.鱼类免疫系统研究进展[J].四川畜牧兽医,2010,37(7):29-31.
- [20] KURODA N, NARUSE K, SHIMA A, et al. Molecular cloning and linkage analysis of complement C3 and C4 genes of the Japanese medaka fish[J]. Immunogenetics, 2000, 51(2): 117-128.
- [21] 姜宏波,王桂兴,刘海金,等.克隆牙鲆和普通牙鲆血液生理生化指标的比较[J].中国水产科学,2014,21(2):260-265.
- [22] 田岳强,郭建丽,黄智慧,等.大菱鲆家系选育二代7种免疫因子的分析[J].海洋科学,2016,40(9):9-17.
- [23] 刘莹,陈剑兴,陈胜峰,等.雌核发育抗病草鱼与普通草鱼的免疫学指标比较[J].生命科学研究,2015,19(3):213-217.
- [24] 杨启蓬,姚翠鸾,王志勇.大黄鱼选育群体与普通养殖群体部分免疫指标的比较[J].海洋科学,2012,36(10):48-53.
- [25] 李泽宇.牙鲆抗迟缓爱德华氏菌病 F4 代家系建立及世代抗病力的分析[D].上海:上海海洋大学,2017.
- [26] 郝美丽.仔猪自繁自养成活率低的原因及预防措施[J].现代畜牧科技,2015(1):4-5.
- [27] 侯吉伦,王桂兴,张晓彦,等.牙鲆抗淋巴囊肿病家系选育及生长和抗病性能分析[J].中国水产科学,2017,24(4):727-737.
- [28] 穆秀琼.吉富罗非鱼家系生长模型及免疫相关指标研究[D].南宁:广西大学,2014.
- [29] 彭康康,张博,鲍宝龙,等.黑化牙鲆不同部位皮肤黑色素细胞和鳞片形态的比较[J].上海海洋大学学报,2019,28(5):708-715.
- [30] 朱学武.养殖鲆类无眼侧黑化调控机制研究[D].上海:上海海洋大学,2016.
- [31] 臧坤,徐永江,柳学周,等.两种养殖条件下牙鲆的血液生理生化指标比较分析[J].渔业科学进展,2013,34(5):36-42.
- [32] 左腾,黄凯,汪婷,等.养殖密度对吉富罗非鱼幼鱼生长、免疫功能的影响[J].水产科学,2019,38(5):581-588.
- [33] 王莉苹.牙鲆(*Paralichthys olivaceus*)饲料中亮氨酸与异亮氨酸交互作用的研究[D].大连:大连海洋大学,2017.
- [34] 王哲,杨创业,李俊辉,等.马氏珠母贝金黄壳色选育群体与养殖群体血清免疫酶活力比较[J].中国农学通报,2019,35(11):160-164.
- [35] 李静,刘佳亮,曹学彬,等.光照对白刺参、青刺参和紫刺参生长、消化及免疫的影响[J].大连海洋大学学报,2020,35(2):184-189.
- [36] 吴波,谢晶.鱼类保活运输中应激反应诱发因素及其影响研究进展[J].食品与机械,2018,34(7):169-172,203.
- [37] 宋凯,翟少伟,张春晓,等.运输胁迫对牙鲆血浆 IGF-1 及 IGFBP-1 等指标的影响[J].黑龙江畜牧兽医,2013(7):141-142.
- [38] CIMINO E J, OWENS L, BROMAGE E, et al. A newly developed ELISA showing the effect of environmental stress on levels of hsp86 in *Cherax quadricarinatus* and *Penaeus monodon*[J]. Comparative biochemistry and physiology part A: Molecular & integrative physiology, 2002, 132(3): 591-598.
- [39] WANG S Y, STICKLE W B. Biochemical composition of the blue crab *Callinectes sapidus* exposed to the water-soluble fraction of crude oil[J]. Marine biology, 1988, 98(1): 23-30.

- [10] 葛谦,苟春林,姜瑞.30%醚菌酯悬浮剂在黄瓜和土壤中的残留降解行为及安全使用技术[J].安徽农业科学,2014,42(22):7422-7425.
- [11] 赵尔成,朱晓丹,郑涛涛,等.醚菌酯和腐霉利在温室草莓中的残留行为及其膳食摄入风险评估[J].农药学报,2015,17(1):75-82.
- [12] 刘聪云,王有成,万凯,等.黄瓜中醚菌酯的残留及风险评估[J].农药学报,2012,14(6):685-688.
- [13] 郝俊杰,李磊,王波,等.黄瓜白粉病抗性基因定位及候选基因分析[J].中国农业科学,2018,51(7):3427-3434.
- [14] 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,2007:395.
- [15] 农业部农药检定所.农药残留试验准则:NY/T 788—2004[S].北京:中国标准出版社,2004.