

# 基于 GB 2763-2021 金银花农药最大残留限量制定中药金银花农药限量标准的探索研究

刘雪婷, 吕浩锋, 曾利娜, 杜晓娟, 叶奕芬, 郭子瑜, 谢耀轩, 王淑红\*, 苏畅\* (深圳市药品检验研究院, 国家药品监督管理局中药质量研究与评价重点实验室, 广东 深圳 518057)

**摘要:**目的 结合《GB 2763-2021 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》和《中国药典》2020 年版农药限度及检测方法, 拟制定金银花中部分常用农药的检测方法及限量标准。方法 按照课题组提出的中药品种限量标准转化原则, 采用符合中药特点的风险评估模式对 GB 2763-2021 中金银花拟转化农药的最大残留限量值进行评估。采用乙腈为提取溶剂直接提取的前处理方法, 液相色谱-串联质谱(LC-MS/MS)法对金银花中拟转化的 3 种农药进行测定。结果 通过样品测定, 结合 GB 2763-2021 及《中国药典》2020 年版相关要求, 拟制定金银花中 3 种农药的最大残留限量规定为: 吡虫啉( $1 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ )、甲氨基阿维菌素苯甲酸盐( $0.1 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ )、啉虫脒( $15 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ )。结论 本研究对 57 批金银花中 3 种常用农药进行了检测, 建立了测定方法及限量标准, 对其种植过程中农药规范使用、质量标准进一步研究、市场流通监管, 均具有指导作用和重要意义。

**关键词:** 金银花; 农药; GB 2763-2021; 限量标准

doi: 10. 11669/cpj. 2024. 23. 009 中图分类号: R917 文献标志码: A 文章编号: 1001-2494(2024)23-2272-06

## Development of Limit Standard of Pesticide Residues in Honeysuckle Based on Conversion of Maximum Residue Limits for Pesticides in Honeysuckle in GB 2763-2021

LIU Xueting, LÜ Haofeng, ZENG Lina, DU Xiaojuan, YE Yifen, GUO Ziyu, XIE Yaoxuan, WANG Shuhong\*, SU Chang\* (NMPA Key Laboratory for Quality Research and Evaluation of Traditional Chinese Medicine, Shenzhen Institute for Drug Control, Shenzhen 518057, China)

**ABSTRACT: OBJECTIVE** To establish a method for determining the transformation of pesticide residues in honeysuckle and the development of limit standards in accordance with the requirements of GB 2763-2021 Food Safety Standards for Maximum Residue Limits of Pesticides in Food and the Chinese Pharmacopoeia. **METHODS** According to "the Principle of Conversion of Limit Standards of Traditional Chinese Medicine in <GB 2763-2021 National food safety standard-Maximum residue limits for pesticides in food>", using a risk assessment model that is in line with the characteristics of traditional Chinese medicine, the maximum residual limit value of the pesticide to be transformed from honeysuckle was evaluated. Using acetonitrile as the extraction solvent and direct extraction as the pre-treatment method. LC-MS/MS methods were used to screen three commonly used pesticides in 57 batches of honeysuckle. **RESULTS** Combined with the relevant requirements of GB 2763-2021 and the Chinese Pharmacopoeia, the maximum residue limit regulations for three pesticides in honeysuckle were proposed to be formulated through sample determination, namely imidacloprid ( $1 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ ), avermectin benzoate ( $0.1 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ ), and imidacloprid ( $15 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ ). **CONCLUSION** This study screened three commonly used pesticides in 57 batches of honeysuckle and establishes a method and limit standard for the determination of conversion pesticide residues in combination with GB 2763-2021, which has guiding and important significance for further research on the standardization, quality standards, and market circulation supervision of pesticide use during the planting process.

**KEY WORDS:** honeysuckle; pesticide; GB 2763-2021; limit standard

中药是我国的瑰宝, 除可治病防病外, 有的中药还可以当作烹饪佳肴里增香增味的调料, 或是滋补汤里的汤料; 我国亦是中药产业大国, 中药材资源丰富, 如山东是我国中药大省, 中药种植种类近 2 000

**基金项目:** 药品监管科学全国重点实验室第一批课题资助(2023SKLDRS0103); 国家药品监督管理局药品监管科学体系建设重点项目资助(RS2024Z006-110); 2024 年度国家药品标准制修订研究课题资助(2024Z01)

**作者简介:** 刘雪婷, 女, 主管中药师 研究方向: 中药质量控制与评价; 吕浩锋, 男, 主管中药师 研究方向: 中药质量控制与评价。刘雪婷与吕浩锋为共同第一作者 \* **通讯作者:** 王淑红, 女, 硕士, 主任中药师 研究方向: 中药质量控制及安全性、有效性评价与中药智能化及数字化研究 Tel: (0755) 26031929; 苏畅, 男, 博士, 主任中药师 研究方向: 中药 DNA 分子鉴定与质量控制方法研究 Tel: (0755) 26031742

种,道地药材金银花产量居全国产量第一<sup>[1]</sup>。金银花为忍冬科植物忍冬(*Lonicera japonica* Thunb.)的干燥花蕾或带初开的花,是药食两用品种,夏初花开放前采收、干燥<sup>[2]</sup>,具有清热解毒,疏散风热的作用。金银花在生长过程中易遭受病虫害的侵袭,目前主要的防治技术为化学农药,据文献报道<sup>[3]</sup>金银花普遍存在可检出农药残留及部分农药残留超标的现状。

农药的广泛使用可以提高农作物的产量但同时存在着对生物和环境的威胁,如栖息在树木上的鸟类等动物不可避免地会触碰或吸入农药,对它们的生命与繁衍造成威胁;而农药残留物不仅会附着在被喷洒的植物表面,还会溶入土壤、溪流等,危害环境的平衡<sup>[4]</sup>。早期研究报道检测指标仅针对有机氯农药,已难以满足当今农药残留检测的需要。近几年的报道中,虽然检测指标数量有大幅度提升,但缺乏系统性研究,如针对农业农村部的禁用农药检测指标不全面,且缺乏关于种植中使用的农药调研;虽然国内已初步开展中药材的农药风险评估,但诸多中药材品种的农药残留及风险评估研究不足,有的甚至尚属空白,且存在检测农药没有针对性、测定的禁用农药的种类不全等现象。

Gou等<sup>[5]</sup>在7种有代表性的川产道地药材及饮片的881批样品检测中发现,每种药材均有20种以上农药检出,一些为针对种植病虫害使用的农药,一些可能为间作或轮作中使用的农药。整体结果表明,7种药材种植中农药的使用及污染情况较为普遍。常用农药中多菌灵、毒死蜱、菊酯类等检出率较高,与我国使用农药习惯总体一致,滥用农药现象严重。

《中国药典》2020年版中收录了用液质联用技术对中药农药残留进行检测的方法。但查阅文献发现,在国内此技术在农残方面的新研究比较少;在国际上,目前尚没有针对金银花药材的农药残留限量标准<sup>[6]</sup>。2021年,我国农业农村部更新了食品安全国家标准《GB 2763-2021 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》,其中明确了金银花中常用农药的最大残留量<sup>[7]</sup>。按照农业农村部发布的《食品中农药最大残留限量制定指南》的相关要求<sup>[7]</sup>及标准流程,制定中药中常用农药最大残留限量(maximum residue limit, MRL)值需要通过种植、采样、分析及实验室认证等多个环节,是一个漫长而复杂的过程,故本课题组提出了“《GB 2763 食品安全国家标准食品中农药最大残留限量》中药品种限量标准转化原则”<sup>[8]</sup>。本研究以金银花为研究对象,通过确定金银花中常用农药指标,建立液相色谱-串联质谱(LC-MS/MS)检测方法、风险评估以及多批次样品筛查等步骤,初步拟定金银花中常用农药测定方法及限量标准,为金银花种植过程中农药规范使用、质量标准提高研究、市场流通监管,均具有指导作用和重要意义。

## 1 金银花转化农药指标及转化范围的确定

根据GB 2763-2021附录A分类,金银花属于药用植物。同时作为药食同源品种,药材金银花是指干燥花蕾或带初开的花,夏初花开放前采收,干燥。

对GB 2763-2021及GB 2763.1-2022中金银花中农药MRLs进行梳理可知,金银花农药残留限量标准共涉及5个农药指标,8个MRL值,见表1。

表1 金银花中最大农药残留限量标准及金银花农药汇总

Tab. 1 MRL standards of pesticides and summary of pesticide registration situation in Honeysuckle

No.	Pesticides	MRL of honeysuckle(fresh)	MRL of honeysuckle(dry)	Registration status	HQc
1	Abamectin	1	1	Yes	1.232 9
2	Imidacloprid	1	1	Yes	0.020 5
3	Acetamiprid	5	15	Yes	0.264 2
4	Emamectin benzoate	0.05	0.1	Yes	0.246 6
5	Bifenthrin	7	15	Yes	1.849 3

注:HQc-慢性风险商。

Note:HQc-chronic risk quotient.

从表1中可看出,同大部分干、鲜药用植物相同,金银花(干)中的限量值大于或等于金银花(鲜),这可能与金银花干燥后,失水导致其农药残

留量增加相关。金银花8个农药指标里,所有指标均明确在金银花项下登记。最终根据前期拟定的标准转化原则,对金银花(干)的限量值进行转化,拟

转化的农药指标共有 5 个。

## 2 拟转化农药的风险评估

《中国药典》2020 年版四部“9302 中药有害残留物限量制定指导原则”中明确指出“在拟定一个有害残留物的限量标准时,为满足风险控制的需要,可以将我国食品安全国家标准、国际食品法典或国外药典标准、其他具有权威性的国际标准相关残留限量转化为我国药品标准”<sup>[9]</sup>。基于本课题组前期建立的中药中农药残留风险评估方法对金银花中拟转化的 5 个农药限量标准的慢性风险进行评价<sup>[10]</sup>, 风险评价按公式 1~2 计算。

$$\text{EXPc} = \frac{\text{EF} \times \text{Ed} \times I \times \text{MRL}}{\text{AT} \times \text{bw}} \times \text{PF} \quad \text{公式(1)}$$

$$\text{HQc} = \text{EXPc} \times 100 / \text{ADI} \quad \text{公式(2)}$$

公式 1 中:EXPc 为慢性膳食暴露量( $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{bw} \cdot \text{d}^{-1}$ );EF 为服用频率;Ed 为一生的暴露年限;AT 为平均寿命天数 = 365 天  $\times$  70 年;I 为平均日消费量( $\text{kg} \cdot \text{d}^{-1}$ );MRL 为金银花中该农药的最大残留限量值( $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ );bw 为平均体重(kg),以 60 kg 计。式中 EF、Ed 根据前期调研分别为每年 90 天、20 年;I 值根据《中国药典》2020 年版规定金银花平均日消费量为 10.5 g;PF 为安全系数,基于风险最大化考虑,本研究将 PF 值设定为 1。

公式 2 中 HQc 为慢性风险商,即慢性膳食暴露量与健康指导值的比值,再乘以一定安全系数以评价其风险;ADI 为每日允许摄入量,参考 GB 2763-2021 标准中农药相关数值;100 为安全因子。

通过以上公式计算金银花中 5 种农药 MRL 值

的 HQc, 所得结果见表 1。结果发现:金银花中 3 种农药的慢性风险商均低于 0.754 8, 而阿维菌素、联苯菊酯的慢性风险商分别达到 1.23、1.85。当 HQc  $\leq$  1 时,表示慢性膳食暴露风险可以接受, HQc 越小,风险越小;反之,当 HQc  $>$  1 时,表示有不可接受的慢性风险, HQc 越大,风险越大。故阿维菌素、联苯菊酯两个农药指标暂不予以转化。

## 3 检测方法的建立及方法学考察

### 3.1 材料与仪器

Acquity TQ-XS 超高效液相色谱-串联三重串联四极杆质谱仪(沃特世公司);AH-50 全自动均质器(Raykol 公司);L530 离心机(Cence 湘仪公司);SYNSOR000 纯水系统(Millipore 公司)。

乙腈、甲醇(色谱纯);甲酸、甲酸铵(质谱纯);氯化钠(分析纯);水为超纯水;吡虫啉、甲氨基阿维菌素苯甲酸盐、啶虫脒 3 种农药对照溶液(天津阿尔塔卡科技有限公司)。

### 3.2 实验方法的建立

**3.2.1 混合对照品溶液的制备** 精密吸取吡虫啉等 3 种农药对照溶液各 1 mL,置于 25 mL 量瓶中,加乙腈稀释至刻度;再精密吸取 1 mL,置于 20 mL 量瓶中,加乙腈制成混合对照品储备溶液( $200 \text{ ng} \cdot \text{mL}^{-1}$ ),密封,于  $-20 \text{ }^\circ\text{C}$  避光储存。取不含待测指标的金银花样品 5 g,同供试品溶液制备方法处理成空白基质溶液。取空白基质溶液 0.8 mL,精密加入混合对照品储备溶液 5、10、20、50、100、200、500  $\mu\text{L}$  后用乙腈稀释定容至 1 mL,作为基质混合对照溶液,3 种农药的基质混合对照溶液质量浓度见表 2。

表 2 金银花中 3 种农药基质标准曲线质量浓度。 $\text{ng} \cdot \text{mL}^{-1}$

Tab. 2 Standard curve concentration of three pesticide substrates in honeysuckle.  $\text{ng} \cdot \text{mL}^{-1}$

No.	Pesticides	$\rho(\text{STD}1)$	$\rho(\text{STD}2)$	$\rho(\text{STD}3)$	$\rho(\text{STD}4)$	$\rho(\text{STD}5)$	$\rho(\text{STD}6)$	$\rho(\text{STD}7)$
1	Imidacloprid	1	2	4	10	20	40	100
2	Emamectin benzoate	1	2	4	10	20	40	100
3	Acetamiprid	1	2	4	10	20	40	100

**3.2.2 供试品溶液的制备** 取金银花粉末(过三号筛)5 g,精密称定,加氯化钠 1 g,立即摇散,再加入乙腈 50 mL,匀浆处理 2 min(转速不低于  $12\,000 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ ),离心( $4\,000 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ ),分取上清液,沉淀再加乙腈 50 mL,匀浆处理 1 min,离心,合并两次提取的上清液,用乙腈定容至 100 mL,摇匀。

①吡虫啉、甲氨基阿维菌素苯甲酸盐:精密量取上述溶液 8 mL,置 10 mL 量瓶中,用乙腈稀释至刻度,摇匀,即得。②啶虫脒:精密量取上述溶液 1 mL,置 20 mL 量瓶中,用乙腈稀释至刻度,摇匀,即得。

**3.2.3 测定方法** 色谱条件:十八烷基硅烷键合

硅胶柱 Agilent SB-C<sub>18</sub> (2.1 mm × 10 cm, 1.8 μm); 以 0.1% 甲酸溶液 (含 5 mmol · L<sup>-1</sup> 甲酸铵) 为流动相 A, 以甲醇-0.1% 甲酸溶液 (含 5 mmol · L<sup>-1</sup> 甲酸铵) (95:5) 为流动相 B, 进行梯度洗脱; 流速为 0.3 mL · min<sup>-1</sup>, 柱温 40 °C。进样量: 2 μL, 见表 3。

**表 3** 金银花中农药液相色谱-串联质谱 (LC-MS/MS) 法检测流动相梯度洗脱条件

**Tab. 3** LC-MS/MS mobile phase gradient elution conditions of pesticide substrates in honeysuckle

<i>t</i> /min	Mobile phase A/%	Mobile phase B/%
0~1	70	30
1~12	70→0	30→100
12~14	0	100

注: A-0.1% 甲酸溶液 (含 5 mmol · L<sup>-1</sup> 甲酸铵); B-甲醇-0.1% 甲酸溶液 (含 5 mmol · L<sup>-1</sup> 甲酸铵) (95:5)。

Note: A-0.1% formic acid solution (containing 5 mmol · L<sup>-1</sup> ammonium formate); B-methanol-0.1% formic acid solution (containing 5 mmol · L<sup>-1</sup> ammonium formate) (95:5).

质谱条件: 三重四级杆串联质谱仪; 电喷雾 (ESI) 离子源, Desolvation Gas Flow: 1 000 L · Hr<sup>-1</sup>;

Cone Gas Flow: 50 L · Hr<sup>-1</sup>; Desolvation Temperature: 500 °C; Capillary: 1 kV; 正离子扫描模式; 监测模式为多反应监测 (MRM), 各化合物保留时间、监测离子对、碰撞电压 (CE) 见表 4。

测定法: 分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 1 mL, 精密加入水 0.3 mL, 混匀, 滤过, 取续滤液, 分别精密吸取上述两种溶液各 2 μL, 注入液相色谱-串联质谱仪, 测定。

### 3.3 方法学验证

**3.3.1 线性方程及定量限** 3 种农药在 1~100 ng · mL<sup>-1</sup> 内具有良好的线性关系 ( $r^2 > 0.995$ , 见表 5), 以 10 倍信噪比 (S/N) 表示方法的定量限, 各指标定量限在 0.000 2~0.007 mg · kg<sup>-1</sup> (表 4), 满足农药残留分析要求。

**3.3.2 回收率及重复性试验** 在金银花空白样品中分别添加低、中、高 (相当于各指标浓度: 0.25、0.5、2.50 MRL) 3 个浓度水平的加标回收率试验, 每个浓度 3 份平行实验, 低、中、高浓度每个平行重复测定 3 次, 各个化合物的加标回收率和相对标准偏差结果见表 5。

**表 4** 金银花中 3 种农药的保留时间、检测离子对及碰撞电压

**Tab. 4** Retention time, monitoring ion pairs, collision energy (CE) and limit of quantitation (LOQ) of 3 pesticides in honeysuckle

No.	Pesticides	<i>t</i> <sub>R</sub> /min	<i>m/z</i> (Quantitative ion pair)	CE/V	<i>m/z</i> (Qualitative ion pair)	CE/V	LOQ/mg · kg <sup>-1</sup>
1	Imidacloprid	2.985	256.00 > 209.1	15	256.00 > 175.1	20	0.000 3
2	Emamectin benzoate	12.535	886.6 > 157.8	30	886.6 > 302.1	25	0.000 2
3	Acetamiprid	4.059	223.5 > 126.0	17	223.5 > 90.0	30	0.007

**表 5** 金银花中 3 种农药线性方程、回收率及重复性测定结果

**Tab. 5** Linear equation, recovery and repeatability of 3 pesticides in honeysuckle

No.	Pesticides	Linear equation	$r^2$	Low concentration level/%		Medium concentration level/%		High concentration level/%	
				Recovery	RSD	Recovery	RSD	Recovery	RSD
1	Imidacloprid	$y = 40\,448.1x + 28\,968.7$	0.998 8	107.8	1.2	100.9	1.4	111.5	0.9
2	Emamectin benzoate	$y = 18\,672x - 3\,105.44$	0.999 4	107.7	0.9	115.5	0.8	112.4	0.7
3	Acetamiprid	$y = 47\,918x + 2\,916.35$	0.999 5	103.8	1.4	100.6	1.3	93.3	0.7

### 3.4 农药测定关键参数优化

金银花中含有挥发油、黄酮、有机酸等成分, 另有少量色素等<sup>[11]</sup>。本试验考察了纯乙腈提取、加水浸润后乙腈提取两种提取方式。乙腈是农药残留分析中常用的提取溶剂, 适用于从基质中提取多种极性农药, 一些非极性杂质如叶绿素等不能与农药一起被提取<sup>[12]</sup>。根据 3 个浓度水平的加标回收试验考察各批次间的一致性, 纯乙腈提取结果见表 5 中

的精密度数据, 相对标准偏差 (RSD) 值均小于 1.4%; 加水浸润后乙腈提取结果, 特别是低浓度的加标回收率 RSD 分别为 2.5%、1.9%、2.2%。结果表明, 上述两种提取方式, 对 3 种拟转化农药成分的提取效果基本相同, 但加乙腈匀浆提取对各批次金银花的提取效果一致性较好, 故选择乙腈作为样品提取溶剂。

提取后的金银花样品溶液需净化, 以降低基

质效应并减少对仪器的污染。2016年Wang等<sup>[13]</sup>建立了以乙腈为提取溶剂进行超声提取,石墨炭黑固相萃取柱净化,对花类、果实类中药材中禁限用农药的前处理方法,该方法线性良好、回收率大多在70%~120%之间。对金银花农残检测时常用的净化方法,包括QuEChers法、HLB固相萃取柱和NH<sub>2</sub>固相萃取柱净化等<sup>[14-16]</sup>。根据前期研究,不同批次的金银花在进行农残测定时基质效应存在差异,采用基质匹配法进行检测时,样品与空白的基质效应差异会对测定结果造成影响。结合金银花的MRL值并比较分散型净化材料、HLB固相萃取柱和NH<sub>2</sub>固相萃取柱净化等不同方式,

同时比较直接提取再稀释的提取方式,结果发现用HLB固相萃取柱净化和直接提取再稀释的样品基质影响一致。最终选择了直接提取再进行稀释的前处理方法。

#### 4 拟转化农药检出情况汇总及原因分析

按照已拟定的标准转化原则,需结合不少于50批次的中药品种市场监测数据,对拟转化标准的科学性和适用性进行市场风险评价。本研究从山东、河南、河北等地收集了57批次样品,所收样品来源包括了生产企业、药材市场和线上经营企业等。57批次金银花转化农药检出结果见表6。

表6 57批次金银花样品中3种农药测定结果

Tab. 6 Determination results of three pesticides in 57 batches of honeysuckle

No.	Pesticides	MRL/ mg · kg <sup>-1</sup>	Range of residual amount/ mg · kg <sup>-1</sup>	Detected rate/%	Over limits rate/%
1	Imidacloprid	1	0.04 - 1.14	96.5	3.5
2	Emamectin benzoate	0.1	0.04 - 0.12	64.9	7.0
3	Acetamiprid	15	0.65 - 0.95	5.3	0

从表6结果可得出:吡虫啉、甲氨基阿维菌素苯甲酸盐检出率达到60%以上,按拟定限量进行判定,吡虫啉、甲氨基阿维菌素苯甲酸盐超标率分别为3.5%、7.0%。

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐作为目前能够替代5种高毒农药的生物杀虫剂,具有触杀、胃毒作用,对鳞类、鳞翅目、鞘翅目、半翅目活性极高,且对人畜安全,可与大部分农药混用,因此广泛用于防治多种农作物上的害虫<sup>[17]</sup>。吡虫啉和啶虫脒属于新烟碱类杀虫剂,其主要作用于昆虫中枢神经系统的烟碱型乙酰胆碱受体(nAChRs),阻断昆虫中枢神经系统的正常传导,导致昆虫麻痹死亡<sup>[18]</sup>。吡虫啉和啶虫脒单剂和复配剂的产品数量很多,且使用广泛。

随着人们食品安全和环境保护意识的提高,《中国药典》2020年版对禁用农药监管的加强,高效、低残留、低毒、对环境友好的农药将会得到愈来愈广泛的应用<sup>[17]</sup>。部分中低毒性农药如吡虫啉、甲氨基阿维菌素苯甲酸盐等检出率有所上升,分析可能与高毒剧毒农药逐步退出市场有关,中低毒性农药可能成为了目前中药种植过程中使用最为广泛的品种。为了全面地评估常用农药的应用风险,亟须制定现阶段常用农药的限量标准,规范中药材种植过程中的农药使用,这对评估其施用后的用药质量和安全十分重要。

#### 5 结论

为了保证中药产业的健康发展和经济效益,不宜制定过于严苛的中药中农药MRL标准制度。根据已拟定的转化原则,作出标准是否适宜转化的主要依据为:检测结果没有超标或超标率小于等于10%,将GB 2763-2021标准转化为国家药品标准;超标率大于10%的,暂不予转化,应继续加强监测,积累数据,并需向国家药监局及主要地政府提出产品风险预警。

本研究对57批金银花中的3种拟转化农药进行检测,均有检出情况,但超标率均小于等于10%。根据转化原则,最终将GB 2763-2021金银花中3个农药残留限量标准转化为金银花中药材标准指标,分别为:吡虫啉(1 mg · kg<sup>-1</sup>)、甲氨基阿维菌素苯甲酸盐(0.1 mg · kg<sup>-1</sup>)、啶虫脒(15 mg · kg<sup>-1</sup>)。

#### REFERENCES

- [1] XYU S Q. Analysis of Development Strategies for Traditional Chinese Medicine Industry in Shandong Province [D]. Jinan: Shandong University, 2011.
- [2] Ch. P. (2020) Vol. I (中国药典2020年版·一部) [S]. 2020: 230-232.
- [3] LI K J, SHI L D, ZHOU H L. Research Progress on Quality of Lonicerae Japonicae Flos [J]. Food Drug (食品与药品), 2022, 24(2): 178-182.
- [4] MA S Z. Current Development and Utilization of Neonicotinoid Insecticides [J]. Southern Horticulture (南方园艺), 2023, 34(4): 69-73.

- [ 5 ] GOU Y. Study on Pesticide Residue Detection and Risk Assessment of 7 Genuine Medicinal Materials Produced in Sichuan [D]. Chengdu: Chengdu University of Traditional Chinese Medicine, 2021.
- [ 6 ] LU H, ZHOU B X, YANG G H, *et al.* Research progress on pesticide residues of *Lonicera Japonica* Flos [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 2022, 47(6):1453-1458.
- [ 7 ] GB2763-2021. National food safety standard-Maximum residue limits for pesticides in food(食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量)[S]. 2021
- [ 8 ] WANG Y, LIU Y X, ZHENG Z T, *et al.* A Preliminary Study on the Principle of Conversion of Limit Standards of Traditional Chinese Medicine in “GB2763 National Food Safety Standard-Maximum Residue Limits for Pesticides in Food” [J]. *Chin Pharm J* (中国药学杂志), 2023, 58(15):1416-1421.
- [ 9 ] *Ch. P*(2020) Vol IV(中国药典 2020 年版. 四部)[S]. 2020; 520-522.
- [10] WANG Y, ZHANG L, ZUO T T, *et al.* Formulation and Research of Guideline for Risk Assessment of Pesticide Residues in Traditional Chinese Medicine [J]. *Chin J Pharmacovigil* (中国药物警戒), 2021, 18(7):645-648, 662.
- [11] XIANG Z X, ZHAO W J, GUO Q S. Determination of 18 organophosphate pesticide residues in Flos *Lonicerae* [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 2006, 31(16):1321-1323.
- [12] ANASTASSIADES M, LEHOTAY S J, STAJNBAHER D, *et al.* Fast and easy multiresidue method employing acetonitrile extraction/partitioning and “dispersive solid-phase extraction” for the determination of pesticide residues in produce [J]. *J AOAC Int*, 2003, 86(2):412-431.
- [13] WANG Y, JING H Y, WEI H, *et al.* Determination of Forbidden and Restricted Pesticides in Flowers and Fruits of Traditional Chinese Medicines [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 2016, 51(5):404-412.
- [14] JIN L J. Determination of 12 Prohibited Pesticides Residues in Honeysuckle by Using the QuEChERS Method [J]. *Mod Agric Sci Technol* (现代农业科技), 2023(19):180-183.
- [15] LIANG J L, LIANG Y, ZHOU W, *et al.* Determination of organochlorine pesticide residues in *Lonicerae Japonicae* Flos by different pretreatment [J]. *Chin J Exp Tradit Med Form* (中国实验方剂学杂志), 2016(10):50-54.
- [16] XU Z L, LI L X Y, XU Y, *et al.* Pesticide multi-residues in *dendrobium officinale kimura et Migo*: method validation, residue levels and dietary exposure risk assessment [J]. *Food Chem* (食品化学), 2021, 343:128490.
- [17] SHEN Q, HE H G. Research progress on the sublethal effect of emamectin benzoate on pests [J]. *World Pesticide* (世界农药), 2024(1):32-37.
- [18] VAN LEXMOND M B, BONMATIN J M, GOULSON D, *et al.* World wide integrated assessment on systemic pesticides: global collapse of the entomofauna: exploring the role of systemic insecticides [J]. *Environ Sci Pollut Res Int*, 2015, 22(1):14.

(收稿日期:2024-06-12)