

◆ 环境与残留 ◆

烟嘧磺隆、莠去津、2甲4氯异辛酯及其代谢物 在玉米和土壤中的残留分析

王 博,侯志广,刘良月,郭鸿莹,刘松健,逯忠斌*

(吉林农业大学 资源环境学院,长春 130118)

摘要:建立高效液相色谱-质谱/质谱法和气相色谱质谱法,分别检测玉米植株、玉米和土壤中烟嘧磺隆、莠去津、2甲4氯异辛酯及其代谢物2甲4氯的最终残留。样品中烟嘧磺隆、莠去津、2甲4氯经乙腈(含0.1%乙酸)提取,PSA净化,高效液相色谱-质谱/质谱仪测定;2甲4氯异辛酯经乙腈(含0.1%乙酸)提取,弗罗里硅土柱层析净化,气相色谱质谱联用仪测定。方法的平均添加回收率为71.4%~108.2%,相对标准偏差为0.8%~19.1%;烟嘧磺隆、莠去津、2甲4氯、2甲4氯异辛酯的最低检测质量浓度为0.01 mg/L。检测方法简单、高效,准确度和灵敏度能够满足残留检测要求。

关键词:烟嘧磺隆;莠去津;2甲4氯;2甲4氯异辛酯;玉米;残留分析

中图分类号:TQ 450.2+63 文献标志码:A doi:10.3969/j.issn.1671-5284.2018.06.012

Residual Analysis of Nicosulfuron, Atrazine, MCPA-isooctyl and Its Metabolite in Corn and Soil

Wang Bo, Hou Zhi-guang, Liu Liang-yue, Guo Hong-ying, Liu Song-jian, Lu Zhong-bin*

(College of Resource and Environmental Science, Jilin Agricultural University, Changchun 130118, China)

Abstract: A residual analysis method was developed for nicosulfuron, atrazine, MCPA, MCPA-isooctyl in corn plant, corn and soil by HPLC-MS and GC-MS. The residues of nicosulfuron, atrazine, MCPA in corn plant, corn and soil were extracted by acetonitrile (containing acetic acid 0.1%), purified by PSA, then detected by HPLC-MS. The residue of MCPA-isooctyl was extracted by acetonitrile (containing acetic acid 0.1%), purified by Florisil column and detected by GC-MS. The average recoveries of nicosulfuron, atrazine, MCPA, MCPA-isooctyl were 71.4%-108.2%, the relative standard deviations were 0.8%-19.1%. The limits of quantitation were all 0.01 mg/L. The methods were simple and efficient, the accuracy and the sensitivity of the method met the requirements of residue detection.

Key words: nicosulfuron; atrazine; MCPA; MCPA-isooctyl; corn; residual analysis

烟嘧磺隆为磺酰胺类除草剂,主要用于玉米,防除一年生禾本科杂草、阔叶杂草,对假高粱、偃麦草等多年生杂草也有效^{[1]621}。莠去津为三嗪类除草剂,主要用于玉米、高粱、甘蔗等,防除一年生阔叶杂草和禾本科杂草^{[1]44}。2甲4氯异辛酯为苯氧乙酸类除草剂,主要用于小麦、水稻、亚麻、马铃薯等,防除一年生禾本科杂草和阔叶杂草^[2-3]。2甲4氯异辛酯主要代谢物为2甲4氯,其亦为苯氧乙酸类除草剂,常用于谷物、水稻、马铃薯等,防除一年生或多年生

阔叶杂草^{[1]545}。

目前国内外报道的烟嘧磺隆、莠去津、2甲4氯和2甲4氯异辛酯残留检测方法主要有高效液相色谱串联质谱法^[4-7]、高效液相色谱法^[8-9]、气相色谱串联质谱法^[10-13]和气相色谱法^[14-16]等。本试验建立了高效液相色谱-质谱/质谱法和气相色谱质谱法分别检测玉米植株、玉米和土壤中的烟嘧磺隆、莠去津、2甲4氯和2甲4氯异辛酯残留。并对2016—2017年山东省蓬莱市和黑龙江省海伦市的玉米样品进行检测。

收稿日期:2018-04-21

基金项目:农药在北方玉米种植体系中流失区域差异与施用限量标准国家重点研发计划(2016YFD0200203)

作者简介:王博(1994—),女,吉林省敦化市人,研究生,主要从事农药残留分析与环境毒理研究。E-mail:18844143949@163.com

通讯作者:逯忠斌(1961—),男,教授,博士生导师,主要从事农药环境化学理论与应用研究。E-mail:luzong1979@aliyun.com

该方法可以为其他作物中以上4种农药的残留分析提供参考。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

安捷伦1260-6460液相色谱-质谱/质谱仪、安捷伦7890A-5975C MSD气相色谱质谱联用仪、DS-1型组织捣碎机、FW-100型谷物粉碎机、HZQ型振荡培养箱、IKA RV10型旋转蒸发器、SX4-4-10型马弗炉、30 cm × 1.2 cm层析柱、KQ-250DE型超声波清洗器。

烟嘧磺隆标准品(质量分数99.0%),由Dr. Ehrenstorfer GmbH提供;莠去津标准品(质量分数98.9%),由ChemService公司提供;2甲4氯标准品(质量分数98.6%)、2甲4氯异辛酯标准品(质量分数100%),由DIKMA公司提供;36% 2甲·烟嘧·莠可分散油悬浮剂,吉林金秋农业有限公司提供;甲醇、乙腈(色谱纯);甲酸、氯化钠、正己烷、丙酮、石油醚、活性炭、无水硫酸钠、*N*-丙基乙二胺(PSA)、无水硫酸镁(分析纯);弗罗里硅土(农残级);助滤剂为进口分装。

1.2 检测条件

1.2.1 液相色谱条件

色谱柱:Agilent Zorbax RRHD Eclipse Plus C₁₈(100 mm × 2.1 mm 3.5 μm);流动相:乙腈-水(0.1%甲酸+5 mmol/L乙酸铵);进样量:5 μL;流速:0.3 mL/min;柱温:25 °C。梯度洗脱程序见表1。

表1 梯度洗脱条件

时间/min	体积分数/%	
	水溶液	乙腈
0	90	10
1.0	80	20
2.0	70	30
3.0	60	40
4.0	40	60
5.0~8.0	10	90
8.1	30	70
12.0	60	40
13.0~15.0	90	10

1.2.2 质谱条件

电离源模式:电喷雾离子化;电离源极性:正离子模式(ESI⁺,烟嘧磺隆和莠去津)、负离子模式(ESI⁻,2甲4氯);扫描方式:多反应监测(MRM);雾化气:氮气;雾化气压力:2.1 × 10⁵ Pa;毛细管电压:3 500 V;干燥气温度:300 °C;鞘气温度:300 °C;干燥

气流速:10 L/min;鞘气流速:7 L/min。其他参数见表2。

表2 质谱检测参数

被测物	母离子	子离子	源内碎裂电压/V	碰撞气能量/V
烟嘧磺隆	411.2	213.1	120	20
		181.2	120	15
莠去津	216.0	174.0	120	15
		132.0	120	20
2甲4氯	199.2	141.1	80	10

1.2.3 气相色谱条件

色谱柱:HP-5MS弹性石英毛细管柱(30 m × 0.25 mm 0.25 μm);进样口温度:260 °C;载气类型:He;载气流速:1.0 mL/min;进样方式:脉冲不分流进样;进样量:1 μL。柱温采用程序升温:100 °C保持1 min,以25 °C/min升到260 °C,保持13 min。

1.2.4 气相色谱质谱条件

四极杆温度:150 °C;离子源温度:230 °C;溶剂延迟:3.75 min;扫描模式:选择离子扫描(SIM),以2甲4氯异辛酯的特征离子71.0、200.0、321.1组成离子组,定量离子为200.0。

1.3 样品提取与净化

1.3.1 提取

准确称取玉米植株样品20.0 g,放入组织捣碎机中,加入含有0.1%乙酸的乙腈80 mL、蒸馏水20 mL,组织捣碎约2 min;准确称取玉米样品20.0 g(或土壤样品50.0 g)于250 mL具塞三角瓶中,加入含有0.1%乙酸的乙腈80 mL、蒸馏水20 mL,在恒温水浴振荡培养箱中振荡提取1 h。减压抽滤,将全部滤液收集至装有5~7 g NaCl的100 mL具塞量筒中,剧烈振摇150次,静置1 min,再次振摇100次,静置1 h,以使乙腈相和水相充分分离,待净化。

1.3.2 净化

1.3.2.1 烟嘧磺隆、莠去津和2甲4氯的净化

吸取上层清液4 mL至装有50 mg PSA和100 mg无水硫酸镁的5 mL离心管中,5 000 r/min离心5 min,过0.22 μm有机滤膜,待液相色谱-质谱/质谱仪检测。

1.3.2.2 2甲4氯异辛酯的净化

吸取上层清液40 mL于250 mL平底烧瓶中,40 °C水浴旋转蒸发至近干,氮气吹干,正己烷定容至2 mL,待弗罗里硅土柱净化。

在层析柱(30 cm × 1.2 cm)中依次装入高度为1 cm的无水硫酸钠、5.0 g弗罗里硅土和1 cm的无水硫酸钠。先用30 mL石油醚预淋洗层析柱,待液面接近上层无水硫酸钠时,加入溶有样品的正己烷液,采

用 $V(\text{石油醚}):V(\text{丙酮})=7:3$ 的混合溶液100 mL分3次淋洗层析柱,淋洗液收集至250 mL平底烧瓶中,40℃水浴旋转蒸发至近干,氮气吹干。玉米植株和玉米样品用正己烷定容至2 mL,土壤样品用正己烷定容至5 mL,待气相色谱质谱联用仪检测。

1.4 田间试验

2016—2017年于山东省蓬莱市北沟镇刘家村(2016年)、山东省蓬莱市北沟镇下朱潘村(2017年)、黑龙江省海伦市建城乡连城村(2016年、2017年)进行田间残留试验。试验设2个施药剂量:低剂量(1 800 mL/hm²,有效成分用量648 g/hm²)、高剂量(2 700 mL/hm²,有效成分用量972 g/hm²)。茎叶喷雾施药1次,每个处理设3次重复,小区面积30 m²。收获时分别采集植株、玉米和土壤样本,另设清水空白对照,处理间设保护带。

2 结果与讨论

2.1 样品提取溶剂的选择

研究了丙酮、乙酸乙酯和乙腈3种溶剂的提取效果。试验结果表明:当以丙酮为提取溶剂时,由于丙酮与水难分层,难以用盐析方法分出其中的水分,而且丙酮提取的杂质较乙腈多,对质谱测定的基质影响较大;乙酸乙酯在提取玉米等油脂含量较高的样品时,可将一些非极性亲脂性杂质提取出来,相同条件下提取出的杂质较乙腈多。以乙腈为提取溶剂时,基质干扰较小,且所测4种农药的回收率、灵敏度、精密度均能满足农药残留分析的要求。而2甲4氯结构中含有羧基,加入乙酸可以抑制2甲4氯在溶液中电离形成离子的速度;在pH值2~7时,酯类农药遇水不会迅速水解,从而提高了回收率。因此,最终选择以含有0.1%乙酸的乙腈为提取溶剂。

2.2 仪器条件优化

研究了乙腈-水、乙腈-水(0.1%甲酸)、乙腈-水(0.1%甲酸+5 mmol/L乙酸铵)3种流动相对3种农药峰形、分离度及保留时间的影响。结果显示:以乙腈为有机相,在水相中加入0.1%甲酸可提高化合物离子化效率,加入少量的缓冲盐乙酸铵可以保证3种化合物的分离度、峰形及保留时间适宜。因此,选择乙腈-水(0.1%甲酸+5 mmol/L乙酸铵)为流动相,并通过优化其梯度洗脱程序使烟嘧磺隆、莠去津、2甲4氯得到较好分离。

分别配制1 mg/L的烟嘧磺隆、莠去津、2甲4氯标样溶液,在电喷雾正离子模式(ESI⁺,烟嘧磺隆和莠去津)和负离子模式(ESI⁻,2甲4氯)下,通过全扫描

(scan)模式找出母离子,在离子扫描(SIM)模式下对源内碎裂电压进行优化,采用二级扫描的方式根据母离子确定特征离子,以响应值最大的碎片离子为定量离子,次级响应离子为定性离子,在多反应监测(MRM)模式下对其碰撞能量进行优化,得到质谱条件(见表2)。标样溶液色谱图见图1。

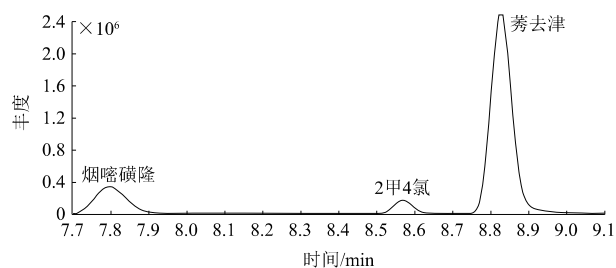


图1 烟嘧磺隆、莠去津、2甲4氯混合标样溶液色谱图

在上述条件下,烟嘧磺隆、莠去津和2甲4氯在液相色谱质谱联用仪上的相对保留时间分别约为7.78 min、8.82 min和8.57 min。

2甲4氯异辛酯的特征离子为71.0、200.0、312.1,选择相对丰度高、质荷比高的分子离子200.0为定量离子,71.0和312.1为定性离子。标准品色谱图见图2。

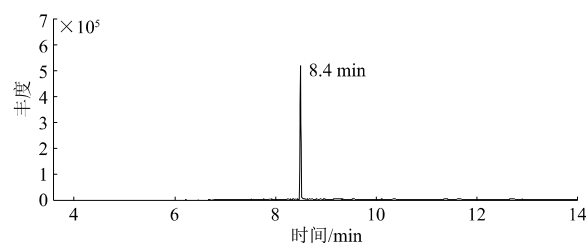


图2 2甲4氯异辛酯标准品色谱图

2.3 线性方程

分别准确称取烟嘧磺隆、莠去津、2甲4氯标准品0.010 1 g、0.010 2 g、0.010 2 g,用甲醇定容至10 mL,配制成1 000 mg/L标样母液,于-18℃避光保存。使用时先用甲醇将其稀释成10 mg/L的混合标样储备液,再分别用空白玉米植株、玉米和土壤样品的基质提取液逐级稀释,配制成0.002、0.005、0.01、0.02、0.05、0.1、0.2、0.5、1.0 mg/L系列基质标样溶液。按照上述液相色谱-质谱/质谱条件进行测定,以进样质量浓度为横坐标,对应的峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。烟嘧磺隆、莠去津、2甲4氯的线性回归方程分别为 $y=987\ 106x-10\ 339$ 、 $y=7 \times 10^6x+125\ 675$ 、 $y=401\ 581x-8\ 165.9$ 。相关系数分别为0.999 3、0.998 0、0.997 2。在质量浓度为0.002~1.0 mg/L,烟嘧磺隆、

莠去津、2甲4氯标样溶液的质量浓度与峰面积呈良好的线性关系。

准确称取2甲4氯异辛酯标准品0.010 1 g,用甲醇定容至10 mL,配制成1 000 mg/L标样母液,于-18℃避光保存。取适量标样母液,先用丙酮稀释成10 mg/L的标样储备液,再用正己烷逐级稀释成0.02、0.05、0.1、0.2、0.5、1 mg/L标样工作溶液。按照上述气相色谱质谱条件进行测定。以进样质量浓度为横坐标,对应的峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。2甲4氯异辛酯的线性回归方程为 $y=284\ 801x-7\ 643.2$,线性相关系数为0.997 5。在质量浓度为0.02~1.0 mg/L,2甲4氯异辛酯的质量浓度与峰面积呈良好的线性关系。

2.4 方法的灵敏度

在上述检测条件下,烟嘧磺隆、莠去津、2甲4氯、2甲4氯异辛酯最小检出量分别为 4.0×10^{-3} 、 7.0×10^{-5} 、 2.0×10^{-3} 、 5.0×10^{-3} ng。根据添加回收率试验,烟嘧磺

隆、莠去津、2甲4氯异辛酯和2甲4氯在玉米植株、玉米和土壤中的最低检测质量浓度为0.01 mg/L。

2.5 方法的准确度和精密度

分别取空白玉米植株20.0 g、玉米20.0 g、土壤50.0 g,进行5次平行添加试验,烟嘧磺隆添加水平为0.01、0.1、0.5 mg/L,莠去津、2甲4氯、2甲4氯异辛酯添加水平为0.01、0.05、0.5 mg/L。按照上述前处理方法和仪器条件进行测定,并计算该方法的回收率和相对标准偏差(RSD)。

试验结果见表3。在0.01、0.1、0.5 mg/L添加水平下,烟嘧磺隆的平均回收率为71.4%~103.2%,相对标准偏差为1.8%~13.2%。在0.01、0.05、0.5 mg/L添加水平下,莠去津的平均回收率为81.8%~106.9%,相对标准偏差为1.3%~6.0%。2甲4氯的平均回收率为84.7%~108.2%,相对标准偏差为0.8%~19.1%。2甲4氯异辛酯平均回收率为75.1%~98.1%,相对标准偏差为2.3%~12.8%。

表3 方法的平均回收率和相对标准偏差($n=5$)

农药名称	添加水平/ (mg·L ⁻¹)	玉米植株		玉米		土壤	
		平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%
烟嘧磺隆	0.01	80.1	4.6	88.3	8.5	71.4	1.8
	0.10	81.2	13.2	92.5	6.3	92.9	11.1
	0.50	103.2	7.9	99.9	7.4	76.9	13.2
莠去津	0.01	83.5	2.1	81.8	6.0	106.9	3.2
	0.05	83.4	1.4	92.0	2.0	90.5	1.3
	0.50	89.1	2.2	96.2	4.3	100.7	2.9
2甲4氯	0.01	107.6	1.0	84.7	11.5	93.7	8.9
	0.05	101.2	8.0	98.4	6.1	103.0	2.1
	0.50	108.2	0.8	88.5	19.1	97.9	6.3
2甲4氯异辛酯	0.01	75.1	3.2	85.8	8.5	96.0	4.9
	0.05	98.1	12.8	91.8	10.6	91.0	6.2
	0.50	98.1	5.4	85.1	6.5	86.7	2.3

2.6 最终残留试验结果

2016—2017年在山东省蓬莱市北沟镇、黑龙江省海伦市建城乡的2年残留试验结果表明:36% 2甲·烟嘧·莠可分散油悬浮剂制剂用量为1 800~2 700 mL/hm²(有效成分用量648~972 g/hm²),在玉米3~5叶期采用茎叶喷雾施药1次,收获期玉米植株、玉米中烟嘧磺隆的最终残留量均小于0.01 mg/L;收获期土壤中烟嘧磺隆的残留量≤0.021 mg/L。收获期玉米植株、玉米中莠去津的残留量均小于0.01 mg/L;收获期土壤中莠去津的最终残留量≤0.063 mg/L。收获期2甲4氯异辛酯和2甲4氯(以2甲4氯异辛酯计)在玉米植株中的残留量之和≤0.014 mg/L,两者在玉米中的残留量之和小于0.01 mg/L,在土壤中

的残留量之和≤0.017 mg/L。

3 结论

本试验通过对提取溶剂、液相色谱流动相梯度洗脱条件、质谱参数以及气相色谱质谱参数的优化,最终选择以含有1%乙酸的乙腈提取玉米植株、玉米和土壤样品中烟嘧磺隆、莠去津、2甲4氯和2甲4氯异辛酯。烟嘧磺隆、莠去津、2甲4氯经过PSA净化,液相色谱-质谱/质谱法进行检测,2甲4氯异辛酯经弗罗里硅土柱层析净化,气相色谱质谱联用法进行检测。采用该方法对2016—2017年山东省和黑龙江省玉米植株、玉米和土壤样品进行检测,该方法操作简单快捷,灵敏度、准确度、精密度均符合农药

残留分析的要求,在实际检测中具有较强的可行性和实用性,该方法同样也可为其他农产品中烟嘧磺隆、莠去津、2甲4氯、2甲4氯异辛酯的残留检测提供参考。

参考文献

- [1] Tomlin C D S. The e-Pesticide Manual [DB/CD]. 16th ed. Brighton: British Crop Production Council, 2011: 44; 545; 621.
- [2] 何健,周艳,孔德洋,等. 2甲4氯和2甲4氯异辛酯在斑马鱼体内生物富集性[J]. 农药, 2015, 54 (11): 822-824.
- [3] 宋敏,田枫,路兴涛,等. 48%双氟磺草胺·氯氟吡氧乙酸·2甲4氯异辛酯悬浮剂对冬小麦田间阔叶杂草的防除效果及安全性[J]. 农药, 2015, 54 (9): 697-699; 702.
- [4] Kaczyński P. Large-scale Multi-class Herbicides Analysis in Oilseeds by Rapid One-step QuEChERS-Based Extraction and Cleanup Method Using Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry [J]. Food Chemistry, 2017, 230: 411-422.
- [5] Dong X F, Liang S X, Shi Z H, et al. Development of Multi-Residue Analysis of Herbicides in Cereal Grain by Ultra-Performance Liquid Chromatography-Electrospray Ionization-Mass Spectrometry [J]. Food Chemistry, 2016, 192: 432-440.
- [6] Liu C M, Dou X W, Zhang L, et al. Determination of Triazine Herbicides and Their Metabolites in Multiple Medicinal Parts of Traditional Chinese Medicines Using Streamlined Pretreatment and UFLC-ESI-MS/MS [J]. Chemosphere, 2017, 190: 103-113.
- [7] 梁林,潘金菊,刘伟. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定玉米

- 及土壤中烟嘧磺隆和2甲4氯残留[J]. 农药学报, 2012, 14 (6): 659-663.
- [8] 苏趋,刘彬,洪军,等. 加速溶剂萃取-高效液相色谱法测定土壤中11种三嗪类除草剂[J]. 环境化学, 2017, 36 (3): 628-634.
- [9] 胡玖,乔桂芳,刘惠婉,等. 38%辛·烟·莠去津可分散油悬浮剂高效液相色谱分析[J]. 农药, 2016, 55 (11): 808-810.
- [10] 方灵,苏德森,刘文静,等. 多壁碳纳米管固相萃取气相色谱-串联质谱法测定乌龙茶及土壤中10种三嗪类除草剂残留[J]. 农药学报, 2017, 19 (5): 617-623.
- [11] 王峰恩,邓立刚,李霞,等. QuEChERS-气相色谱-串联质谱法同时测定饲草中10种农药残留[J]. 农药学报, 2017, 19 (1): 68-75.
- [12] 杜鹏飞,金茂俊,石梦琪,等. 分散固相萃取-气相色谱-质谱法同时测定玉米中百草胺、莠去津和2,4-滴异辛酯[J]. 农药, 2015, 54 (10): 748-751.
- [13] 黄亮,刘芯成,朱萌萌,等. 气相色谱-串联质谱法测定灌溉水中二甲四氯异辛酯的残留量[J]. 浙江农业科学, 2017, 58 (3): 504-507.
- [14] 郭和光,吴丹青,邵国健,等. 顶空-固相微萃取-气相色谱法测定甘蔗中的莠去津[J]. 中国卫生检验杂志, 2016, 26 (18): 2614-2615; 2619.
- [15] 刘亚娟,侯志广,梁爽,等. 42%丁草胺·异丙草胺·莠去津悬乳剂在玉米植株及土壤中的残留分析方法[J]. 农药, 2016, 55 (9): 684-687.
- [16] 柴化鹏. 23%烟嘧·莠去津可分散油悬浮剂气相色谱分析[J]. 现代农药, 2018, 17 (1): 37-39.

(责任编辑:柏亚罗)

(上接第 19 页)

2.4 方法准确度测定

准确称取5份已知含量的40%阿维菌素干悬浮剂试样,分别置于50 mL容量瓶中,每份试样中加入一定量的阿维菌素标准品,在上述色谱条件下测定。阿维菌素的回收率为99.39%~102.11%,平均回收率为100.37%(见表2)。

表 2 40%阿维菌素干悬浮剂回收率测定结果

序号	添加量/mg	实测值/mg	回收率/%	平均回收率/%
1	16.27	16.17	99.39	
2	13.28	13.56	102.11	
3	15.12	15.20	100.53	100.37
4	14.37	14.31	99.58	
5	15.78	15.82	100.25	

3 结论

本方法以C₁₈反相色谱柱为分离柱,乙腈+水(体积为80:20)为流动相,245 nm为检测波长,测

定40%阿维菌素干悬浮剂中有效成分的质量分数。方法具有操作简便,分离效果好,线性关系良好,准确度和精密度高等优点,适用于制剂中阿维菌素的定量分析。

参考文献

- [1] 张敏恒. 新型高效广谱杀虫杀螨剂阿维菌素 [J]. 农药, 1998, 37 (3): 36-37.
- [2] 李保同,裴春梅,石庆华,等. 阿维菌素对二化螟和稻纵卷叶螟的生物活性及稻田天敌的影响 [J]. 植物保护学报, 2009, 36 (6): 550-554.
- [3] 闫文涛,张怀江,孙丽娜,等. 7种阿维菌素复配剂对苹果全爪螨的田间防效评价 [J]. 中国果树, 2015 (6): 63-65.
- [4] 李素霞,张杰,张文娟,等. 不同加工剂型阿维菌素对南方根结线虫的防治效果 [J]. 植物保护学报, 2013, 40 (6): 575-576.
- [5] 秦岭. 1.8%阿维菌素水乳剂高效液相色谱分析方法的研究 [J]. 安徽化工, 2006 (5): 64-65.
- [6] 何娟,卢奎,李永香. 阿维菌素微乳剂高效液相色谱分析方法研究 [J]. 分析试验室, 2007, 26 (1): 119-121.

(责任编辑:顾林玲)