

小麦-玉米轮作下苄嘧磺隆在土壤和作物 籽粒中的残留检测

程燕^{1,2}, 杨柳², 赵波², 任佳辉², 潘立刚¹, 杨宝东², 张志勇^{2*}

(1. 北京农业质量标准与检测技术研究中心, 北京 100097; 2. 农业应用新技术北京市重点实验室, 北京农学院植物科学技术学院, 北京 102206)

摘要: **目的** 通过获取苄嘧磺隆在土壤中、作物籽粒中的残留数据明确其对作物的影响。**方法** 使用固相萃取小柱前处理结合高效液相色谱分析方法(SPE-HPLC)检测苄嘧磺隆在土壤中、作物籽粒中的残留, 并对田间小区试验样品进行分析。**结果** 田间实验结果显示, 10%苄嘧磺隆可湿性粉剂推荐用药量为 750.0 g/hm², 其在土壤中的消解符合动态方程 $C=3.695e-0.36t$ ($r^2=0.992$), 半衰期是 1.92 d; 加倍用药量为 1500.0 g/hm² 时, 其在土壤中的消解动态方程 $C=6.782e-0.38t$ ($r^2=0.971$), 半衰期是 1.82 d。**结论** 苄嘧磺隆的残留在作物中未被检出, 不同剂量的苄嘧磺隆对小麦、玉米的千粒重、株高均没有影响。

关键词: 消解; 苄嘧磺隆; 残留; 株高; 千粒重

Residues determination of bensulfuron-methyl in soil and crop seeds in wheat-maize rotation system

CHENG Yan^{1,2}, YANG Liu², ZHAO Bo², REN Jia-Hui², PAN Li-Gang¹,
YANG Bao-Dong², ZHANG Zhi-Yong^{2*}

(1. Beijing Research Center for Agricultural Standards and Testing, Beijing 100097, China; 2. Key Laboratory of Agricultural Application of New Technolog of Beijing, Beijing University of Agriculture, Beijing 102206, China)

ABSTRACT: Objective To detect the residues of bensulfuron-methyl in soil and crops seeds to gain a series of reliable datum for analyzing its influence on crops. **Methods** The residues of bensulfuron-methyl in soil and crops seeds were detected by solid phase extraction with high performance liquid chromatography (SPE-HPLC), and the field plot test samples were analyzed. **Results** The results showed that when the dosage of 10% WP (wetable powder) bensulfuron-methyl was 750.0 g/hm², the degradation dynamic equation was $C=3.695e-0.36t$ ($r^2=0.992$), its T_{50} was 1.92 d. When the dosage of 10 % WP bensulfuron-methyl was 1500.0 g/hm², the degradation dynamic equation was $C=6.782e-0.38t$ ($r^2=0.971$), its T_{50} was 1.82 d. **Conclusion** The residues of bensulfuron-methyl in wheat and maize grains were not determined. It had no effect on wheat and maize grain thousand kernel weight and plant height in these rotational plants within different dosages.

KEY WORDS: degradation; bensulfuron-methyl; residue; plant height; thousand kernel weight

基金项目: 农业部农产品质量安全风险评估实验室(北京)开放课题(BRCAS-T-KFKT2014002)、粮经作物产业技术体系北京市创新团队专项(BAIC09-2016)

Fund: Supported by Open Project of Risk Assessment Lab for Agro-products (Beijing), Ministry of Agriculture (BRCAS-T-KFKT2014002) and Special Project for Rational Crop Industry Technology System of Beijing Innovation Team (BAIC09—2016)

*通讯作者: 张志勇, 教授, 主要研究方向农药残留与安全控制。E-mail: zzy@bua.edu.cn

*Corresponding author: ZHANG Zhi-Yong, Professor, Beijing University of Agriculture, Beijing 102206, China. E-mail: zzy@bua.edu.cn

1 引言

苄嘧磺隆(bensulfuron-methyl)是由美国杜邦公司开发的一种磺酰胺类除草剂, 常用于旱田粮经作物小麦、大麦、燕麦、玉米等田间阔叶杂草的防治^[1-3]。磺酰胺类除草剂与其他除草剂相比具有超高活性、低毒以及保证农产品稳产高产等优点, 应用越来越广泛^[6]。由于磺酰胺类除草剂的化学活性和低剂量, 使得这类除草剂在土壤中、水中的残留均是微量残留。因此, 检测此类除草剂在土壤中的残留的仪器和方法成为一项具有挑战意义的工作。

许多研究已经报道了有关检测磺酰胺类除草剂残留的相关仪器, 包括气相-质谱联用仪(GC-MS)^[7], 高效液相色谱仪(HPLC)^[8-11], 高效液相-质谱联用仪(HPLC-MS)^[12-17], 超临界流体色谱法(SFC)^[18], 酶联免疫吸附剂法(ELISA)^[19-22]和毛细管电泳法(CE)^[23-24]等。相较于上述所提到的所有检测仪器, 由于高效液相色谱仪的费用较低和操作难易程度适中, 是较常用的检测仪器。

检测基质中的分析物需要合理的前处理方法, 减少基质对分析物的影响。有关的研究报道检测磺酰胺类除草剂在土壤中残留的前处理方法, 包括固相萃取法(SPE)^[9,10,25], 分子印迹固相萃取法(MISPE)^[26,27]和超临界流体萃取法(SFE)^[18]等。本研究选取固相萃取法作为分离土壤样品、作物籽粒样品中苄嘧磺隆的前处理方法。

基于以上有关检测苄嘧磺隆在基质中残留的检测仪器及前处理方法的相关研究报道, 本文选择固相萃取结合高效液相色谱仪进行检测苄嘧磺隆在土壤样品、作物籽粒样品中的检测技术。同时, 通过测量作物的株高、千粒重等相关因素, 明确施用适当剂量的苄嘧磺隆是否会对作物产生影响。

2 材料与amp;方法

2.1 仪器与试剂

苄嘧磺隆(bensulfuron-methyl)标准品(纯度 98.0%, 德国 Dr. Ehrenstorfer 公司); 10% 苄嘧磺隆可湿性粉剂(安徽华星科技有限公司)。

Agilent 1200(DAD 检测器)高效液相色谱仪(美国 Agilent 公司); 色谱柱: Eclipse XDB - C18 不锈钢色谱柱(4.6 mm× 150 mm, 5 μm)(美国 Agilent 公司); 固相萃取装置(SPE)(美国 SUPELCO 公司); THZ-22 台式恒温振荡器(江苏太仓市试验设备厂); 郑州恒岩 SHB-III 循环水式多用真空泵(郑州恒岩仪器有限公司); LABOROTA 4001 efficient 旋转蒸发器(德国 Heidolph 公司); 万分之一电子天平(赛多利斯科学仪器(北京)有限公司); 氮吹仪(美国 Organomation 公司)。

甲醇和乙腈(色谱纯), 美国 Tedia 公司; 85%磷酸(色

谱纯), 美国 Mreda 公司; 磷酸缓冲液, 北京博尔优生物技术有限公司。

小麦品种为京冬 10 号, 玉米品种为中玉 2 号。

2.2 试验方法

2.2.1 试验设计

试验于 2014 年 10 月~2015 年 12 月在北京市昌平区马池口镇亭自庄村北农业科技园进行。该试验地属于棕壤土, 土壤肥力中等, 在此试验前未施过苄嘧磺隆。于本试验实施前, 随机抽取此试验用地的 5 份土壤样品进行待测物检测的试验, 5 份土壤样品均未检测出含有待测物苄嘧磺隆。试验实施时, 设苄嘧磺隆推荐剂量浓度、加倍剂量浓度 2 个药剂处理, 1 个清水对照处理, 各重复 3 次。小区采取区组内随机分布设计, 每个小区面积是 20 m² (2 m×10 m), 小区间设保护行。于小麦返青期施药, 施药后 0 h、2 h、48 h、72 h、5 d、7 d、14 d、35 d、49 d 用 5 点取样法取 0~20 cm 土壤样品, 风干后过 20 目筛测定苄嘧磺隆在土壤中的残留量。

于小麦抽穗期, 玉米成熟期对 3 个处理的小麦植株株高、玉米植株株高进行测量, 分别取每个处理的 30 株进行株高测量, 用 SPSS 19.0 软件进行分析。于小麦成熟期、玉米成熟期测量其千粒重。

2.2.2 苄嘧磺隆的残留分析方法

①土壤中苄嘧磺隆的残留分析方法^[14]

提取: 将土壤样品按照四分法从储备样品(在取样时段, 按照五点法进行样品的采集, 去除杂质, 置于冰箱待用)中称取过 20 目筛粒径的风干土壤 20.0 g 移入 250 mL 具塞三角瓶中, 加入提取液(pH=7.8, 0.2 mol/L 磷酸缓冲液-甲醇(8:2, V:V))20 mL, 以 250 r/min 的速度在摇床上振荡 30 min, 取上清液, 4000 r/min 离心 10 min, 向盛有混浊液的三角瓶中加入 20 mL 提取液振荡 30 min, 提取上清液于 50 mL 离心管中涡旋振荡 3 min, 超声振荡 5 min, 重复提取 2 次, 合并上清液于 100 mL 三角瓶中。并用 85%磷酸调节上清液 pH 至 2.5 左右, 待净化浓缩。

净化与浓缩: 用 5 mL 甲醇淋洗, 活化 SPE(Cleanert HXN)小柱, 再用 5 mL 提取液(85%磷酸调节 pH=2.5)预淋洗, 上样, 将流速控制在 1.0 mL/min, 并弃去流出液。待样品过完后, 抽真空 10 min, 最后用 6 mL 乙腈: pH=7.8 磷酸缓冲液(9:1, V:V)洗脱, 同时收集洗脱液, 用氮气吹干后, 用色谱甲醇定容至 5 mL, 过 0.22 μm 膜, 待上机进行测定。

②作物籽粒中苄嘧磺隆的残留分析方法

提取: 称取粉末状小麦、玉米籽粒样品按照四分法从储备样品(在作物收获期采取五点采样法收集作物籽粒样品, 并磨成粉末)中称取 5.0 g 移入 50 mL 离心管中, 加入 20 mL 色谱纯乙腈提取液, 以 8000 r/min 离心 10 min, 取 10 mL 上清液于 15 mL 离心管中, 用氮气吹干, 用 5 mL 乙酸乙酯: 石油醚(1:1, V:V)复溶, 待净化浓缩。

用 5 mL 甲醇活化 SPE(Cleanert HXN)小柱, 上样, 将流速控制在 1 mL/min, 并弃去流出液。待样品过完后, 抽真空 10 min, 最后用 9 mL 甲醇洗脱, 同时收集洗脱液, 用氮气吹干后, 用色谱甲醇定容至 1 mL, 过 0.22 μm 膜, 待上机进行测定。

2.2.3 仪器方法参数

苄嘧磺隆残留检测的仪器方法参数: Agilent 1200 高效液相色谱仪(二极管阵列检测器及 Agilent 化学工作站), XDB-C₁₈(4.6 mm \times 150 mm, 5 μm)色谱柱, 流动相为乙腈-水(0.1% 乙酸溶液)(40: 60, V: V), 柱温 30 $^{\circ}\text{C}$, 流速 1.0 mL/min, 进样量 10 μL , 检测波长 254 nm。

2.2.4 苄嘧磺隆标准曲线的建立

准确称取苄嘧磺隆标准品 0.1 g(精确至 0.0001 g), 用乙腈溶解并定容配制质量浓度为 100.0 mg/L 的标准溶液。取一定量的标准溶液, 用乙腈逐级稀释, 制成浓度分别为 0.2、2.0、5.0、10.0、20.0、30.0 mg/L 系列的标准工作溶液, 以进样苄嘧磺隆的质量浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标做标准曲线。

2.2.5 添加回收试验

①苄嘧磺隆在土壤样品中的添加回收试验

在土壤空白样品中进行苄嘧磺隆的添加回收试验。土壤中的添加水平分别为 0.5、1.0、5.0 mg/kg。每个处理 5 次重复, 同时设空白对照。按所建立土壤样品的前处理方法提取, 净化待测样品, 运用 Excel 软件中 AVERAGE 与 STDEV 2 个函数结合, 计算添加回收率和相对标准差。

②苄嘧磺隆在作物籽粒样品中的添加回收试验

在小麦籽粒空白样品、玉米籽粒空白样品中进行苄嘧磺隆的添加回收试验。作物籽粒样品中的添加水平分别为 0.5、1.0、2.0 mg/kg。每个处理 3 次重复, 同时设空白对照。按所建立作物籽粒样品的前处理方法提取, 净化待测样品,

运用 Excel 软件中 AVERAGE 与 STDEV 2 个函数结合, 计算添加回收率和相对标准差。

3 结果与分析

3.1 基于磺酰胺类专用固相萃取小柱的前处理方法建立

3.1.1 标准曲线

按照本试验色谱条件进行测定, 苄嘧磺隆的保留时间为 8.139 min(如图 1 所示)。以标准溶液质量浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标做苄嘧磺隆的标准工作曲线(如图 2), 标准曲线方程为 $Y=17.957X-1.1508$, 相关系数 $r^2=0.9999$ ($n=6$), 结果表明, 在 0.2~30.0 mg/L 范围内, 标准曲线呈良好的线性关系。

3.1.2 原土壤样品中苄嘧磺隆的检测

于本试验实施前, 从规划好的土壤中随机抽取 5 份土壤样品进行待测物的检测试验。试验结果如表 1 所示。从表 1 可以看出, 计划实施试验的土壤, 在此试验的仪器检测条件下未检出有苄嘧磺隆存在。

表 1 原土壤中苄嘧磺隆的检测($n=5$)

Table 1 Determination of bensulfuron-methyl in original soil ($n=5$)

土样名称	苄嘧磺隆残留量/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$
I	未检出
II	未检出
III	未检出
IV	未检出
V	未检出

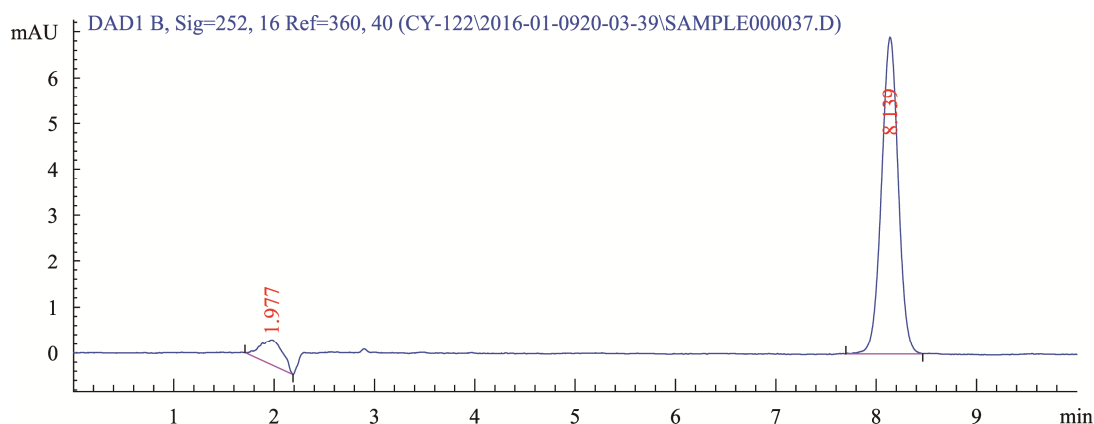


图 1 5.0 mg/L 苄嘧磺隆标准样品色谱图

Fig. 1 Chromatogram of 5.0 mg/L bensulfuron-methyl standard sample

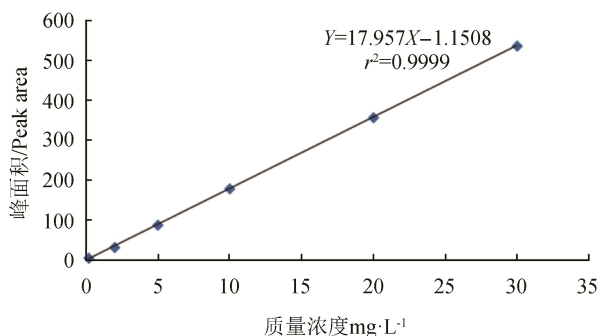


图 2 苯嘧磺隆标准曲线

Fig. 2 Standard curve of bensulfuron-methyl

3.1.3 固相萃取方法的准确度与精密度

①土壤样品

利用磺酰脲类专用固相萃取小柱, 处理待测土壤样品, 进行分析, 结果见表 2。从表 2 可以看出, 在本试验色谱条件下, 苯嘧磺隆不同水平平均添加回收率可达 76.87%~79.70%, 相对标准偏差在 2.51%~3.17%之间, 说明本方法准确度和精密度良好。

②作物籽粒样品

利用磺酰脲类专用固相萃取小柱, 处理待测作物籽粒样品, 进行分析, 结果见表 3。从表 3 可以看出, 在本试验色谱条件下, 苯嘧磺隆不同添加水平下, 小麦籽粒中平均添加回收率可达 89.07%~97.46%, 相对标准偏差在 0.017%~0.044%之间; 玉米籽粒中平均添加回收率可达 88.94%~93.58%, 相对标准偏差在 0.043%~0.063%之间,

说明本方法准确度和精密度良好。

3.2 苯嘧磺隆在土壤中消解动态

用 10%的苯嘧磺隆可湿性粉剂分别配制成药剂推荐使用剂量 750.0 g/hm² 和加倍使用剂量 1500.0 g/hm² 2 种浓度于小麦返青拔节期同时施药, 于施药后的不同时间进行采样测定, 结合 Excel 软件制作苯嘧磺隆在土壤中的消解动态散点图(如图 3), 通过 Excel 软件中数据分析、计算, 得到苯嘧磺隆在土壤中降解的动力方程以及半衰期等数据。从图 3 中可以计算出, 不同浓度处理的苯嘧磺隆在土壤中的残留量随时间的延长而显著降低, 并且在 1~4 d 之间降解最快, 4 d 以后消解曲线相对平缓, 苯嘧磺隆的消解符合一级动力学方程, 其在土壤中的半衰期在 1.82~1.92 d 之间, 说明该除草剂在本试验土壤中降解较快。

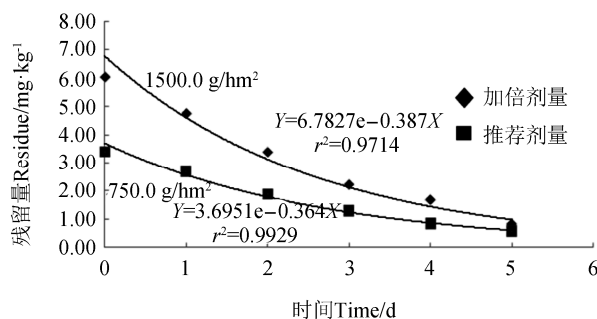


图 3 苯嘧磺隆在土壤中的消解动态

Fig. 3 Degradation dynamics of bensulfuron-methyl in soil

表 2 苯嘧磺隆在土壤中的平均回收率和相对标准偏差(n=5)

Table 2 Average recoveries and relative standard deviations of bensulfuron-methyl in soil(n=5)

添加水平 ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	回收率/%					平均回收率/%	相对标准偏差/%
	I	II	III	IV	V		
0.5	78.40	79.20	76.52	77.34	72.91	76.87	3.17
1.0	81.32	79.43	78.21	77.42	82.13	79.70	2.51
5.0	78.14	81.43	76.53	77.94	82.42	79.29	3.16

表 3 苯嘧磺隆在谷物中的添加回收试验(n=3)

Table 3 Average recoveries and relative standard deviations of bensulfuron-methyl in grains (n=3)

添加浓度 ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	回收率/%						平均回收率/%		相对标准偏差/%	
	小麦			玉米			小麦	玉米	小麦	玉米
	I	II	III	I	II	III				
0.5	99.01	97.68	95.69	86.41	87.74	93.7	97.46	89.28	0.017	0.043
1	89.16	88.37	89.69	88.61	96.9	95.24	89.07	93.58	0.007	0.047
2	94.74	96.99	89.07	95.36	85.9	85.57	93.6	88.94	0.044	0.063

3.3 苄嘧磺隆对作物株高的影响

从表4可以看出,施用推荐剂量的苄嘧磺隆小麦的株高为 60.30 ± 0.42 cm,施用加倍剂量的苄嘧磺隆小麦的株高为 60.30 ± 0.27 cm,与清水对照组处理的小麦株高 60.17 ± 0.59 cm在统计学上差异不显著。施用推荐剂量的苄嘧磺隆玉米的株高为 190.5 ± 0.12 cm,施用加倍剂量的苄嘧磺隆玉米的株高为 191.2 ± 1.67 cm,与清水对照组处理的玉米株高 190.2 ± 1.41 cm在统计学上差异不显著。通过表4数据显示,施用推荐剂量、加倍剂量的苄嘧磺隆对小麦、玉米的株高均没有影响。

表4 苄嘧磺隆对作物株高的影响
Table 4 Effect of bensulfuron-methyl on crop height

处理/(mg kg ⁻¹)	平均株高/(cm)	
	小麦	玉米
清水	60.17±0.59	190.2±1.41
推荐剂量	60.30±0.42	190.5±0.12
加倍剂量	60.30±0.27	191.2±1.67

3.4 苄嘧磺隆对作物千粒重的影响

如表5所示,施用推荐剂量的苄嘧磺隆小麦的千粒重为 45.17 ± 0.92 g,施用加倍剂量的苄嘧磺隆小麦的株高为 45.27 ± 0.67 g,与清水对照组处理的小麦株高 45.09 ± 0.21 g在统计学上差异不显著。施用推荐剂量的苄嘧磺隆玉米的千粒重为 290.7 ± 2.03 g,施用加倍剂量的苄嘧磺隆玉米的株高为 290.7 ± 2.52 g,与清水对照组处理的玉米株高 290.0 ± 1.76 g在统计学上差异不显著。通过表5数据显示,施用推荐剂量、加倍剂量的苄嘧磺隆对小麦、玉米的千粒重均没有影响。

表5 苄嘧磺隆对作物千粒重的影响
Table 5 Effect of bensulfuron-methyl on wheat thousand kernel weight

处理/(mg kg ⁻¹)	千粒重/(g)	
	小麦	玉米
清水	45.09±0.21	290.0±1.76
推荐剂量	45.17±0.92	290.7±2.03
加倍剂量	45.27±0.67	290.7±2.52

4 结论

本文研究了使用固相萃取结合高效液相色谱检测土壤样品、作物籽粒样品中苄嘧磺隆的残留方法。试验优化

后的高效液相色谱条件为: Agilent 1200 高效液相色谱仪(二极管阵列检测器及 Agilent 化学工作站), XDB-C₁₈(4.6 mm×150 mm, 5 μm)色谱柱,流动相为乙腈-水(0.1 %乙酸溶液)(40: 60, V: V),柱温 30 °C,流速 1.0 mL/min,进样量 10 μL,检测波长 254 nm。本研究优化、简化了土壤样品、作物籽粒样品中苄嘧磺隆的前处理方法,确保了苄嘧磺隆在样品中的前处理方法满足农药残留标准;研究了苄嘧磺隆在土壤中残留消解动态,明确了苄嘧磺隆在土壤中半衰期为 1.82~1.92 d,说明苄嘧磺隆在土壤中的降解速度较快;明确了推荐剂量、加倍剂量苄嘧磺隆对小麦、玉米株高及千粒重均没有影响。

本研究为小麦-玉米轮作制度下施用推荐剂量、加倍剂量苄嘧磺隆,提供了可依靠苄嘧磺隆在土壤中消解动态的参考依据,同时,为生产实践中使用苄嘧磺隆是否会对当茬作物小麦、下茬作物玉米的株高及千粒重产生影响,提供了一定的理论参考依据。

参考文献

- Grandoni JA, Marta PT, Schloss JV, *et al.* Inhibitors of branched-chain amino acid bio-synthesis as potential anti-tuberculosis agents [J]. *J Antimicrob Chemot*, 1998, 68: 551-572.
- Jennifer A, Court M, Pang S, *et al.* Duggle by Herbicide binding sites revealed in the structure of plant ace to hydroxyl acid synthase [J]. *P Natl Acad Sci USA*, 2006, 41:478-489.
- 樊翠芹, 王贵启, 李香菊, 等. 醚苯磺隆在小麦田的除草效果及其残留对后茬作物的安全性[J]. *华北农学报*, 2006, S2: 196-202.
Fan CQ, Wang GQ, Li XJ, *et al.* Application of triasulfuron to control weeds in wheat fields and its residue effect on after reap crops [J]. *Acta Agric Boreali-sin*, 2006, S2:196-202.
- 沈国辉. 磺酰脲类除草剂的应用技术[J]. *世界农药*, 2010, 03: 7-12, 25.
Shen GH. Application technique of sulfonyleurea herbicides [J]. *World Pest*, 2010, 2010, 03: 7-12, 25.
- 李新安, 赵华, 李广领, 等. 噻吩磺隆在不同类型土壤中的降解行为[J]. *农药*, 2012, 01: 55-57.
Li XA, Zhao H, Li GL, *et al.* Degradation behavior of thifensulfuron-methyl in the different soils [J] *Agrochemicals*, 2012, 01: 55-57.
- 胡兰英, 张华, 张风海, 等. 磺酰脲类麦田除草剂的间接药害及预防[J]. *安徽农业科学*, 2005, 03: 399.
Hu LY, Zhang H, Zhang FH, *et al.* Indirect phytotoxicity and prevention method of sulfonyleurea herbicides for wheat farmland [J]. *J Anhui Agric Sci*, 2005, 33(3): 399
- 陈晓水, 侯宏卫, 边照阳, 等. 气相色谱-串联质谱(GC-MS/MS)的应用研究进展[J]. *质谱学报*, 2013, 05: 308-320.
Chen XS, Hou HW, Bian ZY, *et al.* Research progress on application of GC-MS/MS [J]. *J Chin Mass Spectrom Soc*, 2013, 05: 308-320.
- 叶凤娇, 孔德洋, 单正军, 等. 固相萃取-高效液相色谱法同时测定水中 12 种磺酰脲类除草剂[J]. *环境监测管理与技术*, 2011, 23(2): 36-40.
Ye FJ, Kong DY, Shan ZJ, *et al.* Determination of twelve sulfonyleurea herbicides in water by SPE/HPLC [J]. *Adm Technol Environ Monit*, 2011, 23(2): 36-40.
- 王和兴, 黎源倩, 雍莉, 等. 固相萃取-高效液相色谱法同时测定大豆和大米中的磺酰脲类和二苯醚类除草剂残留[J]. *色谱*, 2007, 04: 536-540.

- Wang HX, Li YQ, Yong L, *et al.* Simultaneous determination of sulfonylurea and diphenylether herbicide residues in soybean and rice by high performance liquid chromatography [J]. *Chin J Chromatogr*, 2007, 04: 536-540.
- [10] 隋凯, 李军, 卫锋, 等. 固相萃取-高效液相色谱法同时检测大米中 12 种磺酰脲类除草剂的残留[J]. *色谱*, 2006, 02: 152-156.
- Sui K, Li J, Wei F, *et al.* Simultaneous determination of twelve sulfonyl urea herbicide residues in rice by high performance liquid chromatography with solid-phase extraction[J]. *Chin J Chromatogr*, 2006, 02: 152-156.
- [11] 闫凤丽, 马继平, 谭培功, 等. 固相膜萃取-高效液相色谱法测定环境水体中的磺酰脲类除草剂[J]. *分析测试学报*, 2013, 11: 1328-1332.
- Y FL, Ma JP, Tan PG, *et al.* Determination of sulfonylurea herbicides in environmental water using solid phase extraction disk followed by high performance liquid chromatography [J]. *J Instrum Anal*, 2013, 11: 1328-1332.
- [12] 李娜, 李辉, 邵辉, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定人参中磺酰脲类除草剂残留量[J]. *色谱*, 2011, 04: 346-352.
- Li N, Li H, Shao H, *et al.* Simultaneous determination of sulfonylurea herbicides in ginseng by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. *Chin J Chromatogr*, 2011, 04: 346-352.
- [13] 刘锦霞, 张莹, 丁利, 等. 高效液相色谱-串联质谱法测定动物源性食品中 20 种磺酰脲类除草剂残留[J]. *分析化学*, 2011, 05: 664-669.
- Liu JX, Zhang Y, Ding L, *et al.* Determination of 20 sulfonylurea herbicides residues in animal origin foods by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Anal Chem*, 2011, 05: 664-669.
- [14] 叶贵标, 张微, 崔昕, 等. 高效液相色谱-质谱法测定土壤中 10 种磺酰脲类除草剂多残留[J]. *分析化学*, 2006, 09: 1207-1212.
- Ye GB, Zhang Z, Cui X, *et al.* Determination of ten sulfonylurea herbicides in soil samples by liquid chromatography with electrospray ionization mass spectrometric detection [J]. *Chin J Anal Chem*, 2006, 09: 1207-1212.
- [15] 周平勇, 占春瑞, 李海燕, 等. 高效液相色谱-质谱联用法测定茶叶中 30 种磺酰脲类除草剂的残留量[J]. *理化检验(化学分册)*, 2010, 03: 292-295, 299.
- Zhou YP, Zhan CR, Li HY, *et al.* HPLC MS determination of residual amounts of 30 sulfonylurea herbicides in tea [J]. *Phys Test Chem Anal (Part B: Chem Anal)*, 2010, 03: 292-295, 299.
- [16] 胡开峰, 孙涛, 刘圣红, 等. 土壤中 13 种磺酰脲类除草剂多残留的超高效液相色谱-串联质谱法测定[J]. *分析测试学报*, 2010, 11: 1216-1220.
- Hu KF, Sun T, Liu SH, *et al.* Determination of multi-residues of thirteen sulfonylurea herbicides in soil by ultra performance liquid chromatography-electrospray ionization tandem mass spectrometry [J]. *J Instrum Anal*, 2010, 11: 1216-1220.
- [17] 祁彦, 李淑娟, 占春瑞, 等. 高效液相色谱-质谱法测定大豆中磺酰脲类除草剂多残留量的研究[J]. *分析化学*, 2004, 11: 1436-1440.
- Qi Y, Li SJ, Zhan CR, *et al.* Simultaneous determination of sulfonylurea herbicides residues in soybeans by high performance liquid chromatography - mass spectrometry [J]. *Chin J Anal Chem*, 2004, 11: 1436-1440.
- [18] 史艳伟. 超临界 CO₂ 流体萃取土壤中苯嘧磺隆的研究[D]. 武汉: 华中农业大学, 2009.
- Shi YW. Study on supercritical CO₂ fluid extraction of bensulfuron-methylin soil [D]. Wuhan: Huazhong Agricultural University, 2009
- [19] 于伟. 磺酰脲类除草剂免疫分析化学研究[D]. 扬州: 扬州大学, 2007.
- Yu W. Studies on immunochemistry for analysis of sulfosulfuron [D]. Yangzhou: Yangzhou University, 2007.
- [20] 王庆华. 豆磺隆酶联免疫分析方法的研究[D]. 哈尔滨: 东北农业大学, 2002.
- Wang QH. Study on enzyme-linked immunosorbent assay for residue of chlorimuron-methyl [D]. Harbin: Northeast Agricultural University, 2002.
- [21] 邵秀金. 绿黄隆残留免疫分析化学研究[D]. 扬州: 扬州大学, 2002.
- Shao XJ. Studies on immunochemistry for residue analysis of chlorsulfuron [D]. Yangzhou: Yangzhou University, 2002.
- [22] 任蕾. 苯磺隆分子印迹仿生酶联免疫检测方法研究[D]. 天津: 天津科技大学, 2012.
- Ren L. Development of a biomimetic enzyme-linked immunosorbent assay for the determination of tribenuron-methyl [D]. Tianjin: Tianjin University of Science & Technology, 2012.
- [23] 谢晓梅, 廖敏. 毛细管电泳定量测定稻田土壤中痕量磺酰脲类除草剂残留[J]. *农药学报*, 2004, 02: 57-61.
- Xie XM, Liao M. Quantitative determination of sulfonylurea herbicides in a paddy soil at trace level by capillary electrophoresis [J]. *Chin J Pest Sci*, 2004, 02: 57-61.
- [24] 张荷丽, 丁德刚, 马志伟. 超声萃取-毛细管电泳测定土壤中磺酰脲类除草剂[J]. *杂草科学*, 2015, 02: 69-72.
- Zhang HL, Ding DG, Ma ZW. Quantitative determination of residues of sulfonylurea herbicides in soil by ultrasonic extraction and capillary electrophoresis [J]. *Weed Sci* 2015, 02: 69-72.
- [25] 何成艳, 黎源倩, 王和兴. 固相萃取-高效液相色谱测定水中 5 种磺酰脲类除草剂[J]. *现代预防医学*, 2008, 03: 538-540.
- He CY, Li YQ, Wang HX. Determination on five sulfonylurea herbicides in water by high performance liquid chromatography with solid phase extraction [J]. *Mod Prev Med*, 2008, 03: 538-540.
- [26] 陈小明, 杨慧, 陈春燕, 等. 分子印迹固相萃取-高效液相色谱法测定土壤及水中磺酰脲类除草剂[J]. *湘潭大学自然科学学报*, 2009, 02: 66-71.
- Chen XM, Yang H, Chen CY, *et al.* Determination of four sulfonylurea herbicides in soil samples and water samples by MIPS-SPE-HPLC [J]. *Nat Sci J Xiangtan Univ*, 2009, 02: 66-71.
- [27] 汤凯洁, 顾小红, 陶冠军, 等. 分子印迹固相萃取-液相色谱质谱联用对 4 种磺酰脲类除草剂残留的测定[J]. *分析测试学报*, 2009, 12: 1401-1404.
- Tang KJ, Gu XH, Tao GJ, *et al.* Determination of four sulfonylurea herbicides residues by high performance liquid chromatography-mass spectrometrywith molecular imprinting solid phase extract [J]. *J Instrum Anal*, 2009, 12: 1401-1404.

(责任编辑: 白洪健)

作者简介



程 燕, 研究生, 主要研究方向为农药残留与安全控制。

E-mail: yanzibua@163.com



张志勇, 教授, 主要研究方向为农药残留与安全控制。

E-mail: zzy@bua.edu.cn