

液相色谱-串联质谱法检测仙草中甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的残留

何日安^{1*}, 徐巴居¹, 焦惠泽¹, 陆世清¹, 王腾¹, 蒙棕²

(1. 钦州海关综合技术服务中心, 钦州 535000; 2. 广西灵山宇峰食品有限公司, 钦州 535000)

摘要: 目的 建立高效液相色谱串联质谱法检测仙草中甲氨基阿维菌素苯甲酸盐含量的分析方法。

方法 用乙腈萃取样品中甲氨基阿维菌素苯甲酸盐, 固相萃取净化, 用岛津 C₁₈(2.1 mm×150 mm, 2.1 μm) 色谱柱分离, 以 0.5% 甲酸水溶液-乙腈为流动相等度洗脱, 采用多反应监测正离子模式检测, 外标法定量。

结果 在 0.1~5.0 μg/L 范围内线性关系良好, 相关系数 0.9996; 在 0.3、0.8、3.0 μg/L 加标水平的回收率为 73.2%~86.2%, 相对标准偏差 3.76%~6.94%, 检出限为 0.013 μg/kg, 定量限为 0.05 μg/kg。 **结论** 该方法快速简单、灵敏、稳定, 可满足仙草中甲氨基阿维菌素苯甲酸盐残留量的检测和确证。

关键词: 仙草; 高效液相色谱-质谱联用法; 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐; 确证

Determination of emamectin benzoate in *Mesona chinensis benth* by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

HE Ri-An^{1*}, XU Ba-Ju¹, JIAO Hui-Ze¹, LU Shi-Qing¹, WANG Teng¹, MENG Zong²

(1. Comprehensive Technology Service Centre of Qinzhou Customs, Qinzhou 535000, China; 2. Guangxi Ling Shan Yufeng Health Food Co., Ltd., Qinzhou 535000, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of aminoabamectin benzoate in *Mesona chinensis benth* by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry. **Methods** Abaminoabamectin benzoate was extracted from the sample with acetonitrile, purified by solid phase extraction, separated by Shimadzu C₁₈ (2.1 mm×150 mm, 2.1 μm) chromatographic column, eluted with 0.5% formic acid solution and acetonitrile as flow equal-degree, detected by multi-reaction monitoring and positive ion mode, and quantified by external standard method.

Results The linear range was 0.1–5.0 μg/L and the correlation coefficients was 0.9996. The average recoveries and relative standard deviations ranged from 73.2%–86.2 % and 3.76%–6.94% respectively at the spiked levels of 0.3, 0.8 and 3.0 μg/L. The limit of detection was 0.013 μg/kg, The limit of quantitation was 0.05 μg/kg. **Conclusion** This method is fast and simple, accurate and suitable for the determination and confirmation of emamectin benzoate in *Mesona chinensis benth*.

KEY WORDS: *Mesona chinensis benth*; high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; emamectin benzoate; confirmation

基金项目: 海关总署科研项目(2016IK074)

Fund: Supported by the General Administration of Customs Scientific Research Projects (2016IK074)

*通讯作者: 何日安, 硕士, 主要研究方向为食品农产品安全检测。E-mail: ciqhera@163.com

*Corresponding author: HE Ri-An, Master, Comprehensive Technology Service Centre of Qinzhou Customs, N0.181, Qinlian Road, Qinnan District, Qinzhou 535000, China. E-mail: ciqhera@163.com

1 引言

仙草(*Mesona chinensis benth*),又名凉粉草、仙人草,为唇形科一年生草本植物,是一种重要的药食两用的东方植物资源。全球有仙草属植物8~10种,星散分布于印度东北部至东南亚各国。在我国主要产于广东、福建、广西、江西、云南等省份^[1]。仙草经浸提、脱水浓缩干燥得仙草胶粉(凉粉),该产品具有很好的凝胶性能,主要成分是仙草多糖,由糖醛酸、半乳糖、鼠李糖、阿拉伯糖、葡萄糖、木糖、甘露糖等组成^[2]。据《中药大辞典》等书中记载,仙草味涩、甘、寒、性凉,具有凉血消暑、解热利尿的功能,是天然、安全、保健、营养食品较理想的原料,其加工利用价值也非常广泛。目前使用仙草为原材料加工的食品有:龟苓膏、烧仙草、凉粉、凉粉罐头、仙草露、仙草八宝粥、仙草凉茶等60多个产品,产品在东南亚国家及地区很受欢迎。

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐(甲维盐)(emamectin benzoate),是以阿维菌素B₁为原料,经过化学结构修饰得到的大环内酯类化合物,其结构式见图1。甲维盐是一种新型高效的半合成生物源杀虫剂,具有B_{1a}和B_{1b}两种组分,其中B_{1a}组分含量大于90%,属于神经性毒剂,对鳞翅目、同翅目、鞘翅目等害虫具有良好的防治效果^[3]。由于具有高效、广谱、有效期长、不易产生抗药性等特点,甲维盐已成为高毒农药的替代品种。近年来,我国专家学者对甲维盐在防治虫害的机制效果上有较多研究,如其对玉米象成虫^[4]、锯谷盗成虫^[5]、玉米螟和蜘蛛^[6]、茶尺蠖^[7]、甜菜夜蛾^[8]、库蠖^[9]以及在我国水果、蔬菜以及大田作物的害虫防治中的广泛应用^[10]。随着甲维盐在我国广泛使用,其残留问题也得到了广泛关注。各国纷纷制定甲维盐在不同作物中的最高残留限量(maximum residue limit, MRL),如我国规定甲维盐在不同作物的最大残留限量为0.02~0.1 mg/kg^[11]。

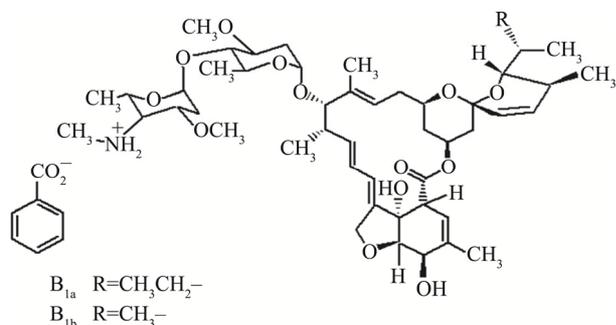


图1 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的化学结构图
Fig.1 Chemical structure of emamectin benzoate

关于甲氨基阿维菌素苯甲酸盐残留检测,液相色谱法^[12,13]、液质联用法均有报道^[14-17]。而关于药食两用仙草中甲维盐的残留检测研究的报道较少。本研究通过对比不

同净化处理方法,建立高效液相色谱-质谱联用法(high performance liquid chromatography-mass spectrometry, LC-MS/MS)测定仙草中甲维盐,多重反应监测(multiple reaction monitoring, MRM),以对仙草中甲维盐残留量进行准确定量,以期为企业深加工把控甲维盐的残留量,减少因甲维盐残留带来的食品安全问题。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

LCMS8040 高效液相色谱-质谱联用仪[配电喷雾离子源(ESI),日本岛津公司];HSC-12B 氮吹浓缩仪(天津恒奥科技有限公司);Sartorius-comfort-I-8-TOC 超纯水仪(德国赛多利斯公司);YAMATO SA300 振荡仪(日本 Yamato Scientific Co., Ltd)。

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐甲醇溶液(BW9000768-1000-A, 1000 μg/mL)(北京坛墨质检科技有限公司);甲酸(HPLC级, MACKLIN 麦克林);乙腈(HPLC级, 美国默克公司);氯化钠(AR, 国药集团化学试剂有限公司);氨水(AR, 西陇化工有限公司);氨基固相萃取柱(Supelclean™ LC-NH₂ 500 mg/3 mL, 使用前5 mL 甲醇活化);MCX 阳离子交换柱(poly-sery MCX 60 mg/3 mL)、酸性氧化铝柱(Supelclean™ LC-Alumina-A 500 mg/3 mL 使用前用5 mL 甲醇和5 mL 水活化);C₁₈柱(Cleanert 500 mg/6 mL 使用前5 mL 甲醇活化)。

2.2 实验方法

2.2.1 液相色谱-串联质谱条件

(1) 色谱条件

色谱柱: Shim-pack GIST C₁₈ 柱(2.1 mm×150 mm, 2.1 μm);流动相 A: 0.5% 甲酸水溶液, B: 乙腈等度洗脱(A:B=40:60, V:V);流速(0.4 mL/min);柱温箱温度;40 °C。进样量 1 μL。

(2) 质谱条件

离子化模式;ESI(+);离子喷雾电压:4.5 kV;雾化气:氮气 3.0 L/min;干燥气:氮气 15 L/min;碰撞气;氩气;DL 温度:250 °C;加热模块温度:400 °C;扫描模式:MRM;驻留时间:20 ms;延迟时间:3 ms。

2.2.2 标准溶液的配制

甲氨基阿维菌素苯甲酸盐(甲维盐)标准溶液 1000 mg/L,用流动相:0.5%甲酸水溶液:乙腈(40:60, V:V)稀释得到0.00、0.1、0.2、1.0、2.0、5.0 μg/L 浓度点。

2.2.3 样品前处理

(1) 提取:称取粉碎的仙草粉2 g 样品,加1 g 氯化钠(45 °C灼烧2 h),加入20 mL 乙腈,10000 r/min 均质提取样品1 min,超声提取10 min,8000 r/min 离心分离,收集上清液于50 mL 具塞离心管,再加入10 mL 乙腈于残渣中,重

复以上操作, 合并 2 次提取液。

(2) 净化: 取 10 mL 提取液过氨基固相萃取柱 (SupelcleanTM LC-NH₂ 500 mg/3 mL, 使用前 5 mL 甲醇活化), 接收流出液, 再用 5 mL 乙腈洗脱, 40 °C 水浴氮气吹干, 加入 1 mL 流动相(0.5 %甲酸水:乙腈=40:60, *V:V*)溶解, 充分混匀, 过 0.22 μm 膜, 待测。

2.2.4 检出限、精密度和准确度测定

检出限: 在仙草提取净化浓缩基体中添加浓度为 0.05 μg/L 甲维盐标准溶液, 检测推算检出限; 精密度和准确度; 在样品中添加浓度为 0.3、0.8、3.0 μg/L 的标准甲维盐, 平行测定 6 次。

2.2.5 样品的测定

按优化好的仪器条件, 对标准系列溶液及提取净化样品进行测试, 外标法定量。

3 结果与分析

3.1 质谱条件的优化

用流动相(0.5 %甲酸水:乙腈=40:60, *V:V*)配制成 1 mg/L 的甲维盐标准溶液, 电喷雾(ESI⁺)正模式进行质谱分子离子和定量离子扫描, 得到分子离子 886.6, 定量离子对 886.6/158.05(*m/z*), 定性离子对 886.6/125.95(*m/z*)。按仪器的自带的优化方法对 1 mg/L 的甲维盐进行质谱分析条件电压优化, 结果见表 1, 分子离子扫描及子离子扫描见图 2 和图 3。

3.2 色谱条件的选择

本研究只检测甲维盐一种物质, 参照 GB/T 20769-2008 方法(检测 450 中农残), 本研究使用色谱柱: Shim-pack GIST, 粒径 2.0 μm; 流动相 A: 0.5%甲酸水溶液, B; 乙腈, 按方法给出梯度洗脱进行测试, 流速(0.4 mL/min); 柱温: 40 °C。进样量 1 μL, 仪器条件见(2.2.1)。结果表明, 由于本研究所使用色谱柱与 GBT 20769-2008 不一致, 导致梯度洗脱时, 压力太大(接近 90 mPa), 甲维盐出峰时间在 9.4 min, 且完成整个梯度需要 25 min, 耗时长, 且高压对泵、色谱柱均造成较大损害。因此, 本研究利用等度洗脱(A:B=40:60, *V:V*), 结果目标物甲维盐 1.34 min 出峰, 峰型相应较好, 仪器压力在 55 mPa 左右, 因此选择该色谱条件作为分析仙草中甲维盐色谱条件, 采集时间 4 min, 甲维盐液质联用仪检测色谱图见图 4。

3.3 样品前处理优化

本研究按 2.2.3 步骤对样品中甲维盐进行提取, 该提取方法参照 GB/T 20769-2008, 因此不做进一步研究。对于样品的净化方法, 本研究比对了 C₁₈ 固相萃取柱(甲醇洗脱)、氨基柱(乙腈洗脱)、MCX 阳离子交换固相萃取柱(乙酸乙酯:甲醇:氨水=55:45:5, *V:V:V*)、HLB 柱(甲醇洗脱)的净化效果, 在仙草中添加 0.5 μg/L 和 1.0 μg/L 两个浓度进行测试。结果, 以氨基柱的回收率最高; 分别为 82 % 和 83 %, C₁₈ 柱的回收率为 76 % 和 71 %, MCX 和 HLB 对甲维盐有较强吸收, 回收率相对较低,

在 46%~64%之间, 四种不同规格型号柱子对色素吸附效果均不明显, 这与相关报道^[15]相符。因此选择回收率最好的氨基柱进行净化, 不同净化方法结果见表 2。

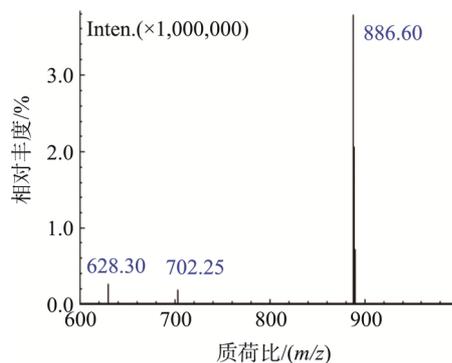


图 2 甲维盐一级扫描质谱图

Fig.2 First-order scanning mass spectrogram of emamectin benzoate

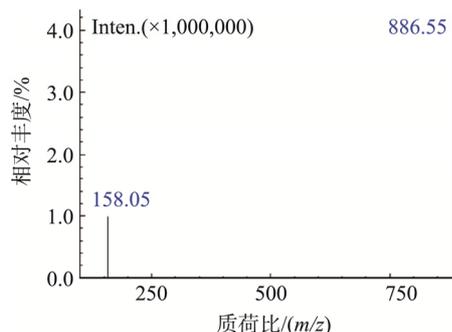


图 3 甲维盐产物离子扫描质谱图

Fig.3 Ion scanning mass spectrometry of emamectin benzoate

表 1 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐质谱参数

Table 1 Mass spectrum parameters of aminoabamectin benzoate

组分	分子离子	定量离子/ 定性离子(<i>m/z</i>)	Q1 电压 /V	Q3 电压 /V	碰撞电压 /V
甲维盐	886.6	158.05*	-40	-19	-37
		125.95	-40	-15	-43

注: *为定量离子。

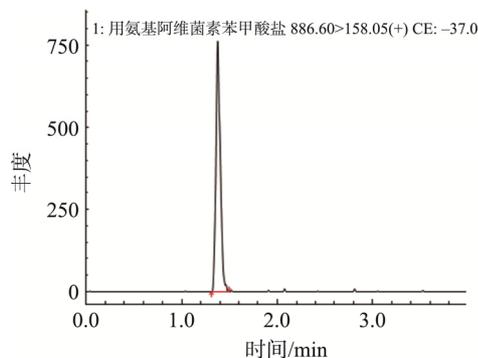


图 4 甲维盐标准品色谱图

Fig.4 Chromatogram of emamectin benzoate standard substance

表 2 不同净化方法结果
Table 2 Effects of different purification method

添加浓度 净化柱	0.5 μg/L		1.0 μg/L	
	测试结果 /(μg/L)	回收率/%	测试结 /(μg/L)	回收率 /%
C ₁₈	0.38	76.0	0.71	71.0
氨基柱	0.41	82.0	0.83	83.0
MCX	0.23	46.0	0.61	61.0
HLB	0.29	58.0	0.64	64.0

表 3 仙草中甲维盐加标回收率和相对标准偏差
Table 3 Recoveries and relative standard deviations of emamectin benzoate of *Mesona chinensis benth*

加标量/(μg/L)	测试值/(μg/L)			平均值/(μg/L)	回收率(n=3)/%	RSD(n=3)/%
0.3	0.22	0.20	0.23	0.22	73.2	6.94
0.8	0.69	0.72	0.67	0.69	86.2	3.76
3.0	2.40	2.40	2.60	2.47	81.0	4.67

3.5 实际样品的检测

利用建立的方法检测来自 3 个国家(中国、越南、印度尼西亚)的 8 个仙草中甲维盐含量(仙草 1~2 为越南草、仙草 3~6 为中国草、仙草 7~8 为印度尼西亚草), 检测结果显示, 来自 3 个国家的 8 个仙草中均未能检出(< 0.013 μg/kg)甲维盐。本次检测样品为仙草干样, 未检出甲维盐有两种可能; 一是仙草种植未施用甲维盐农药; 二是甲维盐在水介质等自然环境中容易降解^[18]。迟志娟^[19]研究了甲维盐在甘蓝等青菜中降解动态, 半衰期均 < 2 d; 邱雪柏等^[20]研究甲维盐在烟草中的消解动态, 0.5% 甲维盐施药后 3 d, 消解率达到 93.36%, 20 d 后 < 0.006 mg/kg, 30 d 后未检出。徐金丽等^[21]甲维盐在烟叶和土壤中消解半衰期为 4.4~5.4 和 1.6~2.6 d, 作者按照 2.250 和 3.375 g a.i./hm²(克/公顷有效成分用量), 分别施药 2~3 次, 采收间隔期 7 d 时, 烤后烟叶样品中甲维盐残留量低于 0.2 mg/kg。图 5 为仙草样品中添加甲维盐的测试色谱图。

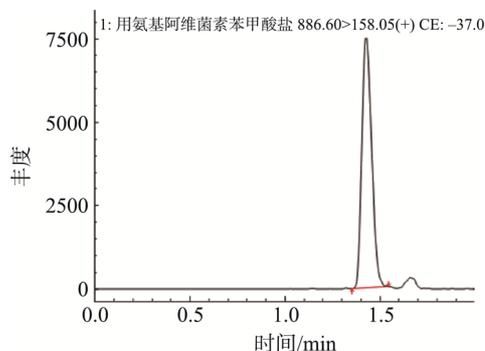


图 5 仙草加标样品甲维盐色谱图

Fig.5 Chromatogram of emamectin benzoate of *Mesona chinensis benth*

3.4 线性范围、检出限、定量限、回收率和精密度

以峰面积为纵坐标、质量浓度(μg/L)为横坐标作曲线。实验结果表明, 目标物在 0.1~5.0 μg/L 范围内线性关系良好, 线性方程为 $Y = 7032.89X + 998.24$, 相关系数为 0.9996。本研究通过基体添加 0.05 μg/L 浓度点进样测试, 以 $S/N=3$ 推算出检出限 0.08 μg/L, 4 倍检出限作为定量限, 称样量 2.00 g, 本方法的检出限为 0.013 μg/kg, 定量限为 0.05 μg/kg。低中高 3 个浓度加标回收率在 73.2%~86.2% 之间, 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)在 3.76%~6.94% 之间, 该方法检测仙草中甲维盐准确可靠, 仙草中甲维盐加标回收结果见表 3。

4 结 论

本研究建立了固相萃取-三重四极杆液相色谱质谱联用仪测定仙草中甲氨基阿维菌素苯甲酸盐, 结果表明; 目标物在 0.1~5.0 μg/L 范围内线性关系良好, 线性方程为 $Y = 7032.89X + 998.24$, 相关系数 0.9996, 检出限 0.013 μg/kg, 定量限 0.05 μg/kg; 回收率在 73.2%~86.2% 之间, 相对标准偏差为 3.76%~6.94%。该方法快速简单、灵敏、稳定, 可满足仙草中甲氨基阿维菌素苯甲酸盐含量的检测和确证。

参考文献

- [1] 尹怀霞, 黎锡流, 朱良. 从仙草中提取仙草胶的研究[J]. 现代食品科技, 2006, 22(3): 134-135.
Yin HX, Li XL, Zhu L. The extraction of the pastern from mesona blume [J]. Mod Food Sci Technol, 2006, 22(3): 134-135.
- [2] 李艳. 仙草抗氧化活性成分的提取纯化及保肝活性研究[D]. 南宁: 广西大学, 2009.
Li Y. Study on extraction purification of the antioxidant ingredient from mesona blumes and hepatic protection activity [D]. Nanning: Guangxi University, 2009.
- [3] 李增海, 赵善仓, 梁京云, 等. 超高效液相色谱串联质谱法测定水稻田中甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的残留量[J]. 分析测试学报, 2014, 33(1): 78-82.
Li ZH, Zhao SC, Liang JY, et al. Determination of emamectin benzoate in paddy field by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Instrum Anal, 2014, 33(1): 78-82.
- [4] 张晓燕, 覃世民, 邓树华, 等. 微生物杀虫剂甲维盐对玉米象成虫的防治效果研究[J]. 粮油食品科技, 2014, 22(6): 115-117.
Zhang XY, Qin SM, Deng SH, et al. Effect of microbial pesticide

- emamectin benzoate on maize weevil [J]. *Sci Technol Cereals, Oils Foods*, 2014, 22(6): 115–117.
- [5] 黄卫, 胡飞俊, 邓树华, 等. 三种微生物制剂对锯谷盗成虫的防治效果研究[J]. *粮油食品科技*, 2013, 21(6): 108–110.
Huang W, Hu FJ, Deng SH, *et al.* The control effect of microbial preparations on adults of *oryzaephilus surinamensis* (Linnaeus) [J]. *Sci Technol Cereals, Oils Foods*, 2013, 21(6): 108–110.
- [6] Yang DB, Zhang LN, Yan XJ, *et al.* Effects of droplet distribution on insecticide toxicity to asian corn borers (*ostriaria fumaeafis*) and spiders (*xysticus ephippiatus*) [J]. *J Integr Agric*, 2014, 13(1): 124–133.
- [7] Zhao HY, Lu ZC, Qiao L. Indoor efficacy experiment of 13 insecticides against tea geometrid (*ectropis oblique hypulina wehrli*) [J]. *Plant Dis Pests*, 2013, 4(6): 39–41.
- [8] Chen M, Wang FP, Huang XZ, *et al.* Toxicity of five insecticides to *Culicoides Kieffer (Diptera: Ceratopogonidae)* [J]. *Plant Dis Pests*, 2017, 8(1): 1–4.
- [9] 宋会鸣, 徐永, 黄雅俊, 等. 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐防治小葱甜菜夜蛾的效果[J]. *浙江农业科学*, 2016, 57(12): 2039–2040.
Song HM, Xu Y, Huang YJ, *et al.* Effect of emamectin benzoate on controlling *spodoptera exigua* (lepidoptera: noctuidae) [J]. *J Zhejiang Agric Sci*, 2016, 57(12): 2039–2040.
- [10] 丁新天, 潘财升, 金锡平, 等. 甲维盐防治花椰菜主要害虫的试验[J]. *浙江农业科学*, 2010, (4): 836–837.
Ding XT, Pan CS, Jin XP, *et al.* Effects of methylamino abamectin benzoate on controlling key pests in cauliflower [J]. *J Zhejiang Agric Sci*, 2010, (4): 836–837.
- [11] GB 2763-2016 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量[S].
GB 2763-2016 National food safety standard-Maximum residue limits for pesticides [S].
- [12] 毕富春, 赵建平. 高效液相色谱法定量分析甲氨基阿维菌素苯甲酸盐[J]. *农药科学与管理*, 2003, 24(3): 12–14.
Bi FC, Zhao JP. Quantitative analysis of emamectin benzoate by HPLC [J]. *Pestic Sci Adm*, 2003, 24(3): 12–14.
- [13] 毕富春, 吴国旭. 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐高效液相色谱分析方法研究[J]. *现代农药*, 2005, 4(4): 17–19.
Bi FC, Wu GX. Study on quantitative analysis of emamectin benzoate by HPLC [J]. *Mod Agrochem (Nanjing, China)*, 2005, 4(4): 17–19.
- [14] 朱丽清, 陈泳, 冷波, 等. 液质联用检测果蔬中阿维菌素、甲维盐的残留[J]. *生物加工与过程*, 2017, 14(4): 28–30.
Zhu LQ, Chen Y, Leng B, *et al.* Determination of avermectin and emamectin residues in vegetables and fruits by QuEChERS-LC/MS/MS [J]. *Chin J Bioprocess Eng*, 2017, 14(4): 28–30.
- [15] 吴宇宽, 赵静, 高进, 等. 高效液相色谱串联质谱法检测蔬菜、水果中阿维菌素、甲维盐残留[J]. *湖北大学学报(自然科学版)*, 2013, 35(4): 461–464.
Wu YK, Zhao J, Gao J, *et al.* Determination of avermectin and emamectin residues in vegetables and fruits by high performance liquid chromatography and tandem mass spectrometry [J]. *J Hubei Univ (Nat Sci Ed)*, 2013, 35(4): 461–464.
- [16] 梅丽芸, 陈蔚林, 陈枫, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时检测土壤和甘蓝中的甲氨基阿维菌素苯甲酸盐和虱螨脲[J]. *安徽化工*, 2017, 43(4): 102–104.
Mei LY, Chen WL, Chen F, *et al.* Simultaneous determination of emamectin benzoate and lufenuron in cabbage and soil by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Anhui Chem Ind*, 2017, 43(4): 102–104.
- [17] 寿林飞, 张文童, 虞森, 等. 液相色谱-串联质谱法测定植物油中阿维菌素和甲维盐残留[J]. *浙江农业科学*, 2013, (12): 1651–1653.
Shou LF, Zhang WT, Yu M, *et al.* Determination of abamectin and emamectin residues in vegetable oil by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Zhejiang Agric Sci*, 2013, (12): 1651–1653.
- [18] 毕富春, 徐风波. 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐研究概述[J]. *农药科学与管理*, 2002, 23(3): 31–33.
Bi FC, Xu FB. Outline of the studies on emamectin benzoate [J]. *Pestic Sci Adm*, 2002, 23(3): 31–33.
- [19] 迟志娟. 三乙磷酸铝和甲氨基阿维菌素苯甲酸盐在果蔬中残留检测方法研究[D]. 南京: 南京大学, 2009.
Chi ZJ. The residue detection method of fosetyl-al and emamectin benzoate in fruit and vegetable [D]. Nanjing: Nanjing Agricultural University, 2009.
- [20] 邱雪柏, 陈兴江, 向章敏, 等. 烟叶中甲氨基阿维菌素苯甲酸盐的消解动态[J]. *湖南农业大学学报(自然科学版)*, 2013, 39(4): 401–403.
Qiu XB, Chen XJ, Xiang ZM, *et al.* Degradation dynamics of emamectin benzoate in tobacco [J]. *J Hunan Agric Univ (Nat Sci Ed)*, 2013, 39(4): 401–403.
- [21] 徐金丽, 尤祥伟, 王秀国, 等. 高效液相色谱-荧光法测定甲氨基阿维菌素苯甲酸盐在烟叶及土壤中的残留及消解动态[J]. *安徽农业科学*, 2016, 44(17): 70–72.
Xu JL, You XW, Wang XG, *et al.* Dissipation and residue of emamectin benzoate in tobacco and soil using high performance liquid chromatography coupled to fluorescence detection [J]. *J Anhui Agric Sci*, 2016, 44(17): 70–72.

(责任编辑: 王欣)

作者简介

何日安, 硕士研究生, 中级工程师, 主要研究方向为食品农产品安全检测。
E-mail: ciquera@163.com