

对比分析不同方法提取土壤中的二氯喹啉酸

胡 杨^{1#}, 习 京^{1#}, 乔子珊¹, 张 玥¹,
周 挺², 顾 钢², 詹家绥¹, 陈凤平^{1*}

(1. 福建农林大学植物病毒研究所, 福州 350002; 2. 中国烟草总公司福建省公司, 福州 350003)

摘要 本文采用 4 种常用方法分别对福建田土中添加的二氯喹啉酸进行了提取, 并采用高效液相色谱法对其添加回收率进行了测定, 对比分析表明, 当二氯喹啉酸添加浓度为 1.25 $\mu\text{g/g}$ 时, 方法二即氢氧化钠溶液提取、乙酸乙酯净化法回收率最高, 约为 70%, 且杂质峰较小, 基线平稳, 峰形较对称; 重复性高, 两次生物学试验的平均回收率无显著差异, 均略高于 70%。方法一即乙腈磷酸水溶液提取、氯化钠净化法, 回收率较高, 但杂质峰较高, 基线不平稳。方法三即硼砂甲醇溶液提取、二氯甲烷净化法, 虽然杂质峰小、基线平稳、峰形较好, 但回收率低, 约为 50%。方法四即甲醇磷酸水溶液直接提取法, 因提取液难以在旋转蒸发仪中浓缩, 因此未继续检测。综合结果表明, 方法二最适用于福建省水稻田二氯喹啉酸的提取。

关键词 二氯喹啉酸; 高效液相色谱法; 土壤

中图分类号: S 482.4 **文献标识码:** A **DOI:** 10.3969/j.issn.0529-1542.2017.04.023

Comparison of four methods for quinclorac extraction from soil

Hu Yang¹, Xi Jing¹, Qiao Zishan¹, Zhang Yue¹, Zhou Ting², Gu Gang², Zhan Jiasui¹, Chen Fengping¹

(1. *Institute of Plant Virology, Fujian Agriculture and Forestry University, Fuzhou 350002, China;*

2. Fujian Branch of National Tobacco Corporation, Fuzhou 350003, China)

Abstract Quinclorac was extracted from field soil spiked with quinclorac in Fujian Province by four common methods and the recovery rate was evaluated by high performance liquid chromatography (HPLC). The results showed that the second method was best for Fujian soil when quinclorac was spiked at 1.25 $\mu\text{g/g}$, in which the quinclorac was extracted with sodium hydroxide solution and purified with ethyl acetate. The second method had the highest recovery rate of about 70%, with small impurity peak, smooth baseline, symmetry shape of target peak and high repeatability. There was no difference between the average recovery rates in the two biological experiments with the second method. High recovery was also obtained when using the first method, in which the quinclorac was extracted with acetonitrile phosphoric acid solution and purified with sodium chloride, while the large impurity peak was presented with unstable baseline. The small impurity peak, smooth baseline, and good shape of target peak appeared when using the third method, in which the quinclorac was extracted with borax methanol solution and purified with dichloromethane, while the recovery was low with the rate of approximate 50%. The fourth method did not proceed because of difficulty in evaporation of the extraction solution in rotary evaporators, in which the quinclorac was extracted using methanol phosphoric acid solution without purification. Taken together, the second method was the most suitable method for quinclorac extraction in paddy field in Fujian Province.

Key words quinclorac; high performance liquid chromatography; soil

二氯喹啉酸, 即 3,7-二氯喹啉-8-羧酸, 商品名为
快杀稗、杀稗灵和神锄等, 是德国巴斯夫公司在 1984

年开始推广的一种激素型喹啉酸类除草剂, 对防除水
稻田稗草具有特效选择性^[1], 在水稻田广为应用。目

收稿日期: 2017-01-24 修订日期: 2017-03-16

基金项目: 福建农林大学杰出青年科研人才计划(xjq201621); 中国烟草总公司福建省公司科技项目(闽烟合同(2014)181号)

* 通信作者 E-mail: chenfengping1207@126.com

表示共同第一作者

前,已登记的有效成分含二氯喹啉酸的除草剂厂家及产品信息多达 152 条(中国农药信息网)。二氯喹啉酸通过单子叶植物根部吸收进入植物茎部,并在茎部诱导形成 1-氨基环丙烷-1-羧酸(ACC),随后 ACC 在 ACC 氧化酶的作用下转换成乙烯和氰化物,随着乙烯和氰化物的积累最终毒害植物起到杀灭植物的作用^[2]。

二氯喹啉酸在水稻田防除稗草效果好,残效期长,但是残留的二氯喹啉酸对后茬轮作作物尤其是茄科和豆科植物容易产生药害^[3-4]。在美国阿肯色州水稻田施用二氯喹啉酸后其附近水域二氯喹啉酸的残留量可达 $\mu\text{g/L}$ 级^[5];利用测渗计模拟水稻田施用二氯喹啉酸的环境行为,结果表明 95% 二氯喹啉酸残留在水稻田 30 cm 表层土壤中^[6]。1998 年—2002 年,广东省烟区出现了水稻田施用二氯喹啉酸引发后茬烟草大面积生长畸形^[7-8]。有报道称土壤中危害烟株生长的二氯喹啉酸阈值为 $0.01 \mu\text{g/mg}$ ^[9],而我国水稻田的二氯喹啉酸除草剂的使用量远高于该浓度。因此,检测农田土壤中的二氯喹啉酸残留量在生产中具有重要意义。

二氯喹啉酸的常用测定方法有液相色谱法^[10-11]和气相色谱法^[7],有些采用毛细管电泳法^[12],但应用很少。虽然气相色谱法的检测灵敏度高,但由于其前处理较为复杂,因此液相色谱法应用更为广泛。利用液相色谱法检测土壤中残留的二氯喹啉酸的方法很多,但是不同土壤样品适合的方法有差异^[13]。本文采用高效液相色谱测定法,以福建田土为样本,对 4 种常用的从土壤中提取二氯喹啉酸的方法进行对比分析,以期获得一种最适用于福建省水稻田土壤的残留检测方法。

1 材料与方法

1.1 材料

供试土壤:取自福建农林大学未施用过二氯喹啉酸的试验田表层土壤。

1.2 试剂

二氯喹啉酸标准品(99.9%)购自北京勤诚亦信科技开发有限公司;蒸馏水购自屈臣氏公司;色谱级甲醇(HPLC)购自默克公司;甲醇、磷酸、氢氧化钠、乙酸乙酯、硼砂、二氯甲烷均为分析纯,购自国药化学集团有限公司。

1.3 仪器

高效液相色谱仪(Agilent 1100 型 DAD 检测器);

旋片真空泵(ZXZ1 型,浙江黄岩天龙有限公司);全自动高压灭菌锅(日本三洋公司);离心机(Multifuge X1R, Thermo);数控超声波清洗器(KQ-500DB 型,昆山市超声仪器公司);鼓风干燥箱(精宏有限公司);振荡器(SPH-2102, Shiping);电子天平(FA1204B, 上海精密仪器有限公司)。

1.4 试验方法

1.4.1 高效液相色谱法的检测条件

流动相为甲醇+0.5%乙酸(体积比为 65:35);流速为 1.0 mL/min ;柱温为 40°C ;检测波长为 240 nm ;进样体积为 $10 \mu\text{L}$;色谱分离柱为 C18 柱($4.6 \text{ nm} \times 250 \text{ nm}$, $5 \mu\text{m}$, 安捷伦)。在该条件下,二氯喹啉酸的出峰时间为 3.7 min 。

1.4.2 制作标准曲线

以色谱级甲醇为溶剂配制 $500 \mu\text{g/mL}$ 二氯喹啉酸标准储备溶液,再用色谱级甲醇稀释得到 0.1、0.2、0.5、1.0、2.0、5.0 和 $10.0 \mu\text{g/mL}$ 二氯喹啉酸系列标准工作溶液。将标准溶液分别进样,每个浓度进样 3 次,求目标峰峰面积的平均值,将获得的峰面积与药液浓度作图,求相关系数。

1.4.3 土壤样品的提取方法

采用下列 4 种方法分别提取土壤中的二氯喹啉酸,每种方法重复 2 次,每重复进样 2 次。

方法一:称取 10 g 土壤于 150 mL 三角瓶中,加入 1 mL $12.5 \mu\text{g/mL}$ 的二氯喹啉酸药液,于 20°C 150 r/min 条件下摇床内振荡摇匀 24 h 。然后加入 50 mL 乙腈和 0.05% 磷酸水溶液混合液($V:V=3:2$),超声 20 min ,然后置于摇床中振荡提取 1.5 h (25°C , 150 r/min),随后将混合液转移到离心管中, 5000 r/min 离心 5 min ,取上清液转移到装有 7 g 氯化钠的具塞量筒中,剧烈振荡 30 s ,静置分层后取上清液。上清液用旋转蒸发仪浓缩至近干,再用 6 mL 蒸馏水超声溶解,过预处理好的 C18 固相萃取柱(预处理依次用 6 mL 甲醇和 6 mL 超纯水淋洗),控制流速小于 0.5 mL/min ;再用 3 mL 蒸馏水清洗浓缩瓶并过 C18 柱;然后用 3 mL 甲醇洗脱,重复 2 次,收集所有洗脱液,用旋转蒸发仪于 35°C 下浓缩至近干,最后用 1.0 mL 色谱级甲醇定容,过 $0.22 \mu\text{m}$ 滤膜,收集滤液供液相色谱测定。

方法二:参考郑雄志等^[14]的方法。称取 10 g 土壤样品于 150 mL 三角瓶中,加入 1 mL $12.5 \mu\text{g/mL}$ 的二氯喹啉酸药液,置于 20°C 150 r/min 条件下摇床内振荡摇匀 24 h 。然后加入 30 mL 0.05 mol/L 氢氧化钠溶液,振荡提取 2.5 h , 5000 r/min 离心 5 min ;

取上清液用磷酸调 pH 约为 2.5, 加入 15 mL 乙酸乙酯激烈振荡萃取 2 次, 每次振荡 5 min; 收集合并乙酸乙酯相, 用旋转蒸发仪于 35℃ 下浓缩至近干, 最后用 1.0 mL 色谱级甲醇定容, 过 0.22 μm 滤膜, 收集滤液供液相色谱测定。

方法三: 参考陈泽鹏等^[15]的方法。称取 10 g 土壤样品于 150 mL 三角瓶中, 加入 1 mL 12.5 $\mu\text{g/mL}$ 的二氯喹啉酸药液, 于 20℃ 150 r/min 条件下摇床内振荡摇匀 24 h。然后加入 12 mL 0.05 mol/L 的硼砂缓冲液和 20 mL 甲醇, 于 25℃ 摇床中振荡提取 5 h, 5 000 r/min 离心 5 min, 取上清液用盐酸调 pH 值到 1~2, 加入 10 mL 二氯甲烷萃取 3 次, 弃去水层, 合并二氯甲烷相并用旋转蒸发仪于 35℃ 下浓缩至近干, 最后用 1.0 mL 色谱级甲醇定容, 过 0.22 μm 滤膜, 收集滤液供液相色谱测定。

方法四: 参考张倩等^[11]的方法。称取 10 g 土壤样品于 150 mL 三角瓶中, 加入 1 mL 12.5 $\mu\text{g/mL}$ 的二氯喹啉酸药液, 置于 20℃ 150 r/min 条件下摇床内振荡摇匀 24 h。然后加入 30 mL 甲醇和 0.01% 磷酸水溶液混合液 (V:V=3:1), 振荡提取 1 h, 将提取液转移到离心管中, 于 5 000 r/min 离心 5 min, 取上清液用旋转蒸发仪于 35℃ 下浓缩至近干, 最后用 1.0 mL 色谱级甲醇定容, 过 0.22 μm 滤膜, 收集滤液供液相色谱测定。

1.4.4 提取方法的稳定性

将原浓度 12.5 $\mu\text{g/mL}$ 及低浓度 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 二氯喹啉酸药液 1 mL 添加于土壤中, 选择上述回收率最高的一种方法, 再次测定不同浓度药剂的添加回收率, 每个处理重复 2 次。

1.4.5 数据分析

二氯喹啉酸的回收率按下面公式计算, 其中 A2 和 A1 分别是不同处理提取的二氯喹啉酸浓度的峰面积和标准溶液二氯喹啉酸的峰面积。不同处理之间的回收率差异采用 SPSS 软件中的 LSD 方法进行比较。

$$\text{回收率}(\%) = A2/A1 \times 100.$$

2 结果与分析

2.1 标准曲线制作

按 1.4.1 的分离条件, 测得在 0.1~10 $\mu\text{L/mL}$ 之间二氯喹啉酸浓度与峰面积间的线性相关系数 r 为 0.99; 表明二氯喹啉酸浓度在 0.1~10 $\mu\text{g/mL}$ 之间与响应值具有良好的线性关系 (图 1)。

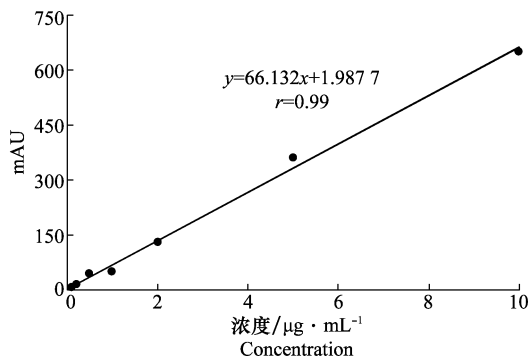


图 1 高效液相色谱法检测二氯喹啉酸的标准曲线
Fig. 1 The standard curve of quinclorac determined with high performance liquid chromatography

2.2 不同提取方法对二氯喹啉酸的分离情况

利用方法一、二和三提取土壤样品中的二氯喹啉酸, 并采用 1.4.1 的液相色谱的检测条件可以有效地将二氯喹啉酸与土壤中的其他杂质分离开 (图 2)。其中, 方法一的杂质含量较高, 目标峰较小且峰形不对称; 方法二杂质峰较小, 目标峰形状较对称, 峰度最高; 方法三杂质峰小, 但目标峰较小即回收率较低; 方法四在提取过程中, 由于最后浓缩一步很难在短时间内完成, 放弃继续检测。综合认为方法二的提取方法效果最佳。

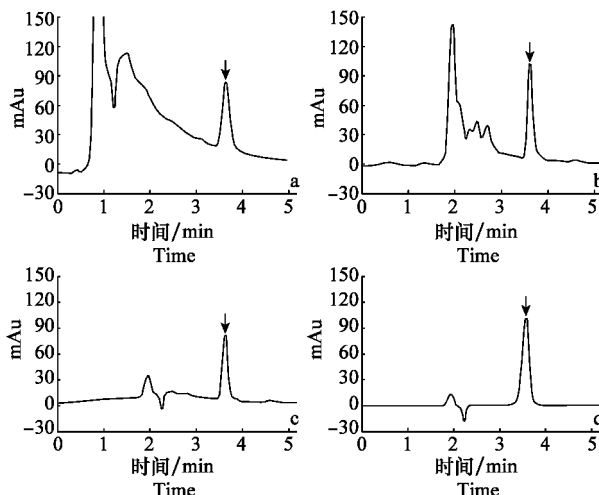


图 2 利用高效液相色谱对不同方法提取的土壤二氯喹啉酸进行分离的色谱图
Fig. 2 HPLC chromatograms of quinclorac separated from soil using different extraction methods

2.3 不同提取方法对二氯喹啉酸的回收率

方法一、二和三对添加浓度为 1.25 $\mu\text{g/g}$ 的二氯喹啉酸的回收率分别为 66.13%、71.18% 和 49.29%

(表 1)。可以看出,不同方法的出峰时间均比较稳定;方法一和方法二的回收率高于方法三,但是方法二和方法三的重复性高于方法一。因此,综合认为方法二是最佳的提取方法。

表 1 不同土壤提取方法的二氯喹啉酸回收率¹⁾

方法 Method	保留时间/min	Retention time	回收率/%		平均回收率/%
	重复 1 Repetition 1	重复 2 Repetition 2	重复 1 Repetition 1	重复 2 Repetition 2	Average recovery rate
方法一	3.543	3.547	61.77	70.48	66.13
方法二	3.575	3.572	71.97	70.38	71.18
方法三	3.575	3.549	50.89	47.69	49.29

1) 方法四因在提取过程提取液难以浓缩,因此弃之不再检测。
The recovery of quinclorac extracted by fourth method was not detected because of the difficulty in evaporation of solution in rotary evaporators.

2.4 方法二回收率的稳定性

根据 2.2 和 2.3 试验结果可知方法二是最优的提取方法,因此通过再次测定原浓度的添加回收率及低浓度的添加回收率确定该方法的稳定性,结果表明相同浓度的两次生物学重复试验回收率没有差异,回收率稳定在 70%以上。添加低浓度的二氯喹啉酸,其回收率为 46.75%,显著低于高浓度的回收率。

表 2 利用方法二提取对不同添加浓度二氯喹啉酸的回收率¹⁾

试验 Test	添加浓度/ $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$	保留时间/min	Retention time	回收率/%		平均回收率/%
	Concentration	重复 1 Repetition 1	重复 2 Repetition 2	重复 1 Repetition 1	重复 2 Repetition 2	Average recovery rate
试验一	1.25	3.575	3.572	71.97	70.38	(71.18 $\pm$ 1.12)a
试验二	1.25	3.471	3.460	68.27	73.60	(70.94 $\pm$ 3.77)a
试验二	0.1	3.478	3.482	47.38	46.11	(46.75 $\pm$ 0.90)b

1) 同列数据后跟有不同字母表示存在显著差异($P<0.05$)。
Different letter following the values within the same column indicated significant difference between treatments ($P<0.05$).

3 结论与讨论

本研究对福建土壤中的二氯喹啉酸进行分离的色谱条件为:流动相为甲醇+0.5%乙酸(体积比为 65:35);流速为 1.0 mL/min;柱温为 40℃;检测波长为 240 nm;进样体积为 10 μL ;色谱分离柱为 C18 柱(4.6 nm $\times$ 250 nm,5 μm),采用该条件可以将土壤中的二氯喹啉酸和其他杂质分离开来。也有其他研究报道采用不同的流动相组分^[11],或者不同的甲醇乙酸比例^[10,13]进行分离,但是共同点都是流动相为甲醇酸性水溶液,因此不同的试验条件和不同的样品,在应用分离条件前应进行测试,选用分离效果最优的方法。

在上述检测条件下,本研究使用的方法二,即氢氧化钠溶液提取、乙酸乙酯净化法回收率最高,约为 70%,且杂质峰较小、基线平稳、峰形较对称,而且重复性高。当二氯喹啉酸浓度低至 0.1 $\mu\text{g/g}$ 时,该方法回收率有所降低,但依然可达到 50%左右。因此,本方法可作为检测田间土壤二氯喹啉酸残留量

的参考方法。采用该方法提取不同土壤样品时,需要注意调节 pH 值,以保证离心过程杂质充分沉淀。
方法一,即乙腈磷酸水溶液提取、氯化钠净化法,虽然也有较高的回收率,但杂质峰也比较高,基线不平稳,同时在过 C18 固相萃取柱时,流速不同对回收率的影响极大,流速快的回收率远低于流速慢的,因此若采用此方法试验过程中应尽量减缓流速,以保证提取质量。方法三,即硼砂甲醇溶液提取、二氯甲烷净化法,虽然回收率低,约 50%,但杂质峰小、基线平稳、峰形较好,如果是检测二氯喹啉酸含量较高的样品时,也可考虑采用此方法。

参考文献

[1] Grossman K. Quinclorac belongs to a new class of highly selective auxin herbicides [J]. Weed Science,1998,46(6):707-716.
[2] Grossmann K. News from old compounds: The mode of action of auxin herbicides [M]// Voss G, Ramos G. Chemistry of crop protection: progress and prospects in science and regulation. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2002.

- [4] Mansoor S, Briddon R W, Zafar Y, et al. Geminivirus disease complexes: an emerging threat [J]. Trends in Plant Science, 2003, 8(3): 128-134.
- [5] Cohen S, Harpaz I. Periodic, rather than continual acquisition of a new tomato virus by its vector, the tobacco whitefly (*Bemisia tabaci* Gennadius) [J]. Entomologia Experimentalis et Applicata, 1964, 7(2): 155-166.
- [6] 宋建军, 刘红霄, 仇燕, 等. 番茄黄化曲叶病毒病的发生分布及防治对策[J]. 北方园艺, 2010(7): 147-150.
- [7] 乔贞贞, 秦艳红, 乔奇, 等. 甘薯卷叶病毒江苏分离物基因组全长序列测定及其外壳蛋白基因在大肠杆菌中的表达[J]. 河南农业科学, 2012, 41(4): 86-89.
- [8] Valverde, R A, Clark C A, Valkonen J P T. Viruses and virus disease complexes of sweet potato [J]. Plant Viruses, 2007, 1(1): 116-126.
- [9] Alvinm S, Ling Kaishu, Howard H F, et al. Sweet potato leaf curl virus: Efficiency of acquisition, retention and transmission by *Bemisia tabaci* (Hemiptera: Aleyrodidae) [J]. Crop Protection, 2009, 28(11): 1007-1011.
- [10] Lotrakul P, Valverde R A, Clark C A, et al. Detection of a geminivirus infecting sweet potato in the United States [J]. Plant Disease, 2007, 82(11): 1253-1257.
- [11] 王向阳. 广西胜红蓠黄脉病样中发现多种菜豆金色花叶病毒属的病毒[J]. 植物病理学报, 2007, 37(6): 679-682.
- [12] 周雪平. 双生病毒种类鉴定、分子变异及致病机理研究[C]//中国植物保护学会 2015 年学术年会, 2015.
- [13] Moriones E, Navas-Castillo J. Tomato yellow leaf curl virus, an emerging virus complex causing epidemics worldwide [J]. Virus Research, 2000, 71(1/2): 123-134.
- [14] Harrison B D, Swanson M M, Fargette D. Begomovirus coat protein: serology, variation and functions [J]. Physiological & Molecular Plant Pathology, 2002, 60(5): 257-271.
- [15] Rojas M R, Jiang Hao, Salati R, et al. Functional analysis of proteins involved in movement of the monopartite begomovirus, Tomato yellow leaf curl virus [J]. Virology, 2001, 291(1): 110-125.
- [16] Bmugiira R B, Wu Jianbing, Wu Zujian, et al. Molecular characterization of *Malvastrum leaf curl Guangdong virus* isolated from Fujian, China [J]. 植物病理学报, 2008, 38(3): 258-262.
- [17] Tamura K, Stecher G, Peterson D, et al. MEGA 6: Molecular evolutionary genetics analysis Version 6.0 [J]. Molecular Biology and Evolution, 2013, 30(12): 2725-2729.
- [18] Fauquet C M, Bisaro D M, Briddon R W, et al. Revision of taxonomic criteria for species demarcation in the family Geminiviridae, and an updated list of begomovirus species [J]. Archives of Virology, 2003, 148(2): 405-421.
- [19] Glick E, Levy Y, Gafni Y. The viral etiology of tomato yellow leaf curl disease-a review [J]. Plant Protection Science, 2009, 45(3): 81-97.
- [20] 苗相伟. 番茄黄化曲叶病毒病的研究进展[J]. 中国果菜, 2017(3): 31-35.
- [21] 汤亚飞, 何自福, 杜振国, 等. 番茄黄化曲叶病毒在湖北首次报道[J]. 植物保护, 2015, 41(5): 233-236.
- [22] 徐德利, 杨静, 鲍继友, 等. 番茄黄化曲叶病毒病综合防控技术研究进展[J]. 农业科技通讯, 2014(9): 254-257.
- [23] Cheglakov Z, Weizmann Y, Basnar B, et al. Diagnosing viruses by the rolling circle amplified synthesis of DNAzymes [J]. Organic & Biomolecular Chemistry, 2007, 5(2): 223-225.
- [24] John R, Müller H, Rector A, et al. Rolling-circle amplification of viral DNA genomes using phi29 polymerase [J]. Trends in Microbiology, 2009, 17(5): 205-211.

(责任编辑: 杨明丽)

(上接 128 页)

- [3] 李儒海, 褚世海. 二氯喹啉酸对水稻后茬作物的安全性研究[J]. 湖北农业科学, 2013, 52(23): 5749-5751.
- [4] 黄翹, 罗坤. 降解菌 J3 对茄科作物二氯喹啉酸药害的修复作用[J]. 现代农业科技, 2015(12): 131-139.
- [5] Mattice J D, Skulman B W, Norman R J, et al. Analysis of river water for rice pesticides in eastern Arkansas from 2002 to 2008 [J]. Journal of Soil and Water Conservation, 2010, 65(2): 130-140.
- [6] Kyung K S, Suh Y T, Lee J K. Behaviour of the herbicide quinclorac in a rice plant-grown lysimeter [J]. International Journal of Environmental Analytical Chemistry, 1997, 68(2): 187-198.
- [7] 王一茹, 刘长武, 牛成玉, 等. 二氯喹啉酸及其代谢物在稻田水土作物中的气谱和液谱残留分析方法研究[J]. 农业环境保护, 1996, 15(3): 102-106.
- [8] 陈泽鹏, 王静, 万树青, 等. 广东部分地区烟叶畸形生长的原因及治理的研究[J]. 中国烟草学报, 2004, 10(3): 34-37.
- [9] 李晶新, 韩锦峰, 刘华山, 等. 二氯喹啉酸对烤烟种子萌发及幼苗生长的影响[J]. 河南农业科学, 2010(2): 37-39.
- [10] 李丽春, 陈泽鹏, 张万良, 等. 二氯喹啉酸在土壤、畸形烟叶和烤烟中残留量的比较分析[J]. 农药, 2012, 51(2): 127-129.
- [11] 张倩, 郭伟, 宋超, 等. 二氯喹啉酸在不同土壤中的降解规律及其影响因子[J]. 中国烟草科学, 2013, 34(6): 83-88.
- [12] 贾菲, 高贵, 郑良玉. 除草剂二氯喹啉酸的毛细管电泳分析[J]. 分析化学, 2008, 36(10): 1440-1442.
- [13] 陈虹, 钟明, 唐昊治, 等. 高效液相色谱法测定土壤中的二氯喹啉酸[J]. 土壤, 2016, 48(2): 337-342.
- [14] 郑雄志, 曾维爱, 赵松义, 等. 高效液相色谱技术检测烟草和植烟土壤中的二氯喹啉酸残留量[J]. 中国烟草学报, 2012, 19(2): 17-22.
- [15] 陈泽鹏, 王静, 万树青, 等. 烟区土壤残留二氯喹啉酸的消解动态[J]. 农药, 2007, 46(7): 479-480.

(责任编辑: 杨明丽)