

## 分析测试

# 在线 SPE-UPLC-QTRAP MS 测定水中 13 种磺酰脲类除草剂

虞霖, 徐枫\*, 代倩子, 范妙立, 沈一波

(太湖流域水文水资源监测中心(太湖流域水环境监测中心), 江苏无锡 214024)

**摘要:**采用在线固相萃取-超高效液相色谱-三重四级杆复合线性离子阱质谱技术建立了水中甲磺隆、噻吩磺隆、烟嘧磺隆、氯磺隆、胺苯磺隆、苄嘧磺隆、氯嘧磺隆、吡嘧磺隆、环氧嘧磺隆、醚苯磺隆、甲磺隆、氟磺隆及氟嘧磺隆 13 种磺酰脲类除草剂的检测方法。水样经滤膜过滤后经 Oasis HLB 在线柱富集净化, 以 Kinetex C<sub>18</sub> 色谱柱分离, 用乙腈和 0.1% 甲酸水溶液梯度洗脱, 采用电喷雾正离子(ESI<sup>+</sup>)多反应监测(MRM)信息依赖采集(IDA)增强子离子(EPI)扫描方式进行检测, 外标法定量, EPI 谱库确证辅助定性。结果表明, 该方法在 2.0~50.0 ng/L 范围内线性良好( $r \geq 0.998$ ), 加标回收率为 71.4%~111.2%, 相对标准偏差在 2.7%~10.3% ( $n=6$ ), 方法检出限为 0.4~0.6 ng/L, 基质效应为 -17.9%~13.8%。利用该方法对太湖水进行检测, 结果表明, 除醚苯磺隆和氟嘧磺隆外, 其余 11 种磺酰脲类除草剂均有不同程度检出。

**关键词:**在线固相萃取; 线性离子阱; 磺酰脲类除草剂; 超高效液相色谱-串联质谱; 太湖

中图分类号: O657.63

文献标志码: A

文章编号: 0253-4320(2022)04-0250-05

DOI: 10.16606/j.cnki.issn0253-4320.2022.04.048

## Determination of 13 kinds of sulfonylurea herbicides in water by on-line solid phase extraction-ultra-high performance liquid chromatography-quadrupole linear ion trap mass spectrometry

YU Lin, XU Feng\*, DAI Qian-zi, FAN Miao-li, SHEN Yi-bo

(Taihu Basin Hydrology & Water Resources Monitoring Center (Taihu Basin Water Environment Monitoring Center), Wuxi 214024, China)

**Abstract:** The method for detection of thirteen kinds of sulfonylurea herbicides, including metsulfuron-methyl, thifensulfuron-methyl, nicosulfuron, chlorsulfuron, ethametsulfuron-methyl, bensulfuron-methyl, chlorimuron-ethyl, pyrazosulfuron-ethyl, oxasulfuron, triasulfuron, sulfometsulfuron-methyl, prosulfuron and primissulfuron-methyl, in water is established by using on-line solid phase extraction (SPE)-ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS) with linear ion trap technology. Water samples are firstly filtrated by filter membrane, enriched and purified by HLB cartridge, then separated by Kinetex C<sub>18</sub> chromatographic column, and eluted in gradient with acetonitrile and 0.1% formic acid aqueous solution, respectively. The water samples are detected by HPLC-MS/MS in electrospray ionization source for multiple reaction monitoring of positive ions-information dependent acquisition-enhanced product ion (ESI+-MRM-IDA-EPI) mode, and the EPI library and external standard method are employed for the rapid confirmation and quantitative determination. Experimental results show that this method has a good linearity in the range of 2.0 ng·L<sup>-1</sup> to 50.0 ng·L<sup>-1</sup> ( $r \geq 0.998$ ). The recoveries are in the range of 71.4%~111.2%. The relative standard deviations range from 2.7% to 10.3% ( $n=6$ ). The limit of determination is between 0.4 ng·L<sup>-1</sup> and 0.6 ng·L<sup>-1</sup>. Matrix effect is -17.9% to 13.8%. As this method is used to detect the water in Taihu Lake, the other 11 sulfonylurea herbicides can be detected with the exception of etherbensulfuron and fluorosulfuron.

**Key words:** on-line solid phase extraction; linear ion trap; sulfonylurea herbicides; UPLC-MS/MS; Taihu Lake

磺酰脲类除草剂是一种高活性、广谱、选择性强和低哺乳动物毒性的除草剂<sup>[1]</sup>, 目前已被广泛应用于小麦、水稻、玉米、大豆、油菜、甜菜、甘蔗、草坪等经济作物除草<sup>[2]</sup>, 截至 2014 年占全球农药市场的 3.7%<sup>[3]</sup>。近年来有研究发现<sup>[4-5]</sup>, 磺酰脲类除草剂

在环境中难降解且存在一定健康风险。我国农业部在 2013 年就开始限制甲磺隆、氯磺隆和苯胺磺隆的生产和使用<sup>[6]</sup>。

太湖是我国第三大淡水湖泊, 也是太湖流域重要饮用水水源地, 分布有南泉水厂、锡东水厂和金墅

收稿日期: 2021-05-12; 修回日期: 2022-01-26

基金项目: 国家自然科学基金青年基金项目(41601509); 水利部太湖流域管理局水资源监测预算项目(12620700900218002)

作者简介: 虞霖(1993-), 男, 本科, 助理工程师, 研究方向为水资源监测, 384768448@qq.com; 徐枫(1973-), 女, 硕士, 高级工程师, 研究方向为水资源监测, 通讯联系人, 1444161496@qq.com。

湾水厂等 9 个水源地取水口,涉及供水人口 460 多万人。由此可见,亟需建立一种方便、可靠的检测方法以了解太湖磺酰脲类除草剂的污染状况。目前,关于磺酰脲类除草剂研究主要集中在食品、农产品、水产品、土壤中<sup>[7-9]</sup>,而水环境中研究相对较少,检测方法主要为固相萃取或液液萃取-高效液相色谱法<sup>[10-12]</sup>、直接进样或固相萃取液相色谱-串联质谱法<sup>[13-14]</sup>。本文中利用在线固相萃取结合超高效液相色谱-三重四级杆复合线性离子阱质谱建立了水中 13 种典型磺酰脲类除草剂的检测方法,并成功应用于太湖检测分析。与传统方法相比,在线固相萃取自动化程度高、精准度好,有效降低人员操作导致的实验误差,且利用 MRM-IDA-EPI 模式在定量的同时,双重定性准确性更高、灵敏度更高、选择性更好,可为流域水资源保护提供准确、有效的监测信息。

## 1 材料与试剂

超高效液相色谱-三重四级杆复合线性离子阱质谱仪(EionLC AD-Qtrap 5500,美国 Sciex);在线固相萃取系统(LHX-xt,瑞士 PAL);Oasis HLB Direct Connect HP 在线固相萃取柱(2.1 mm × 30 mm, 20 μm, 美国 Waters);Kinetex C<sub>18</sub> 色谱柱(150 mm × 3.0 mm, 2.6 μm, 英国 phenomenex);材质为 Nylon、PES、PTFE、PVDF 滤膜(0.45 μm, 美国 Agilent)。

甲醇(质谱纯,德国 Merck);乙腈(质谱纯,德国 Merck);蒸馏水(中国屈臣氏);13 种磺酰脲类杀虫剂标准溶液(100 mg/L,中国阿尔塔科技有限公司)。

## 2 实验方法

### 2.1 样品采集与前处理

用不锈钢采样器于水下 0.5 m 处采集水样至 250 mL 棕色玻璃瓶中,4℃ 冷藏保存。尽快取 10 mL 样品于 0.45 μm 偏聚四氟乙烯滤膜过滤后上机检测。

### 2.2 在线固相萃取条件

在线固相萃取系统配有 2 个 HLB 在线固相萃取柱、四元泵和 4 个六通阀,2 个 HLB 在线固相萃取柱(SPE1, SPE2) 并行使用,在 SPE1 洗脱分析时, SPE2 开始活化、富集样品。流动相 A 为纯水,流动相 B 为甲醇。上样体积为 1.0 mL,分析时间为 7 min。阀状态 1 为六通阀 1 和 2、3 和 4、5 和 6 连接;阀状态 2 为 1 和 6、2 和 3、4 和 5 连接。

SPE1 条件:活化(阀状态为 1121)时间 2 min,流量 1.0 mL/min(B);平衡(1121)时间 1.5 min,流量为 1.0 mL/min;上样(2121)时间 3 min,流量为 1.0 mL/min(A);淋洗(1121)时间为 1.0 min,流量为 1.0 mL/min(90% A + 10% B);洗脱阀状态为 2221;SPE 再生管路清洗(2121)时间为 1.0 min,流量为 2.0 mL/min(50% A + 50% B)。

SPE2 条件:活化时阀状态为 1211;平衡为 1211;上样为 2211;淋洗为 1211;洗脱为 2222;再生管路清洗为 2211;时间和流量同 SPE1 条件。

### 2.3 液相色谱-质谱条件

洗脱条件:流动相为 0.1% 甲酸水(A)、乙腈(B);流量为 0.4 mL/min;初始流动相比例为 20% (B),保持 0.5 min,5.0 min 升至 95% (B),保持到 6.0 min,6.2 min 降为 20% (B),8.0 min 结束。柱温 40℃。

质谱条件:电离源为电喷雾电离源(ESI),气帘气(Curtain Gas)为 35 psi,碰撞气(Collisin Gas)为 High,离子化电压(Ion Spray Voltage)为 5 500 V,源温度(Temperature)为 550℃,喷雾气(Ion Source Gas 1)为 50 psi,辅助加热气(Ion Source Gas 2)为 55 psi,检测方式为多反应监测(MRM)正离子模式,扫描方式为分段扫描(Scheduled MRM),检测窗口(MRM detection window)为 60 s,扫描时间(Target Scan Time)为 0.3 s。

线性离子阱参数:在 MRM 基础上增加信息依赖采集(IDA)和增强子离子扫描(EPI),信息依赖采集(IDA)条件为强度超过 1 000 的离子,是否排除离子(Exclude former target ions)为 Never;增强子离子扫描(EPI)扫描分子质量为 50 ~ 500 Da 的离子,扫描速率为 10 000 Da/s,DP 为 80 V,EP 为 10 V,CE 为 35 V,CES 为 15 V,源参数和 MRM 源参数一致。

## 3 结果与讨论

### 3.1 在线固相萃取条件优化

#### 3.1.1 上样 pH 条件优化

为使待测物在 HLB 柱上有更好的保留,结合 13 种磺酰脲类除草剂的 PKa,利用 pH 为 2、3、5、7、10 5 组同一浓度样品进行对比,每组做 3 个平行。试验发现样品为中性和碱性时,13 种目标化合物均在 HLB 柱上有很好的保留,响应最高。太湖流域地表水、饮用水中 pH 均在 7.5 左右,本方法无需另外调节样品 pH。

### 3.1.2 淋洗条件优化

由于在线固相萃取进样通量大,样品中可能存在基质干扰,影响样品定量定性,为选取合适的淋洗液,以基质加标样品对比纯水和 5%、10%、20%、30% 甲醇溶液淋洗效果,结果表明,甲醇溶液淋洗时基线噪音明显降低,选择 20%、30% 甲醇溶液淋洗时,目标化合物峰型变宽灵敏度下降,5%、10% 甲醇溶液淋洗影响较小,实验最后选择 10% 甲醇溶液淋洗。

### 3.1.3 滤膜的选择

目前,在线固相萃取水样预处理方式主要为滤膜过滤,根据实际测试,滤膜会对磺酰胺类除草剂的回收率产生影响,为选取最合适的滤膜,对比了 4 种市场上常见的滤膜进行加标回收实验,每个滤膜设置 3 个平行样品。结果见图 1,实验最后选择 PVDF 滤膜进行样品预处理,目标化合物加标回收率最优。

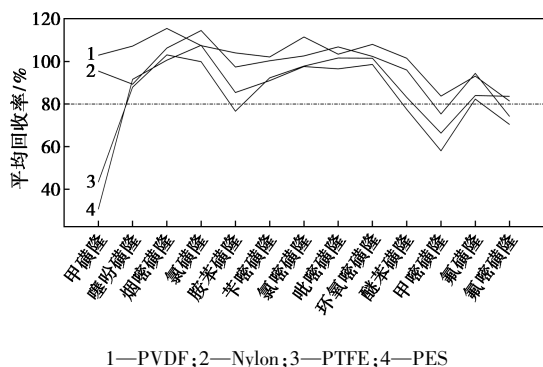


图 1 13 种磺酰胺类除草剂不同滤膜过滤的回收率

## 3.2 液相色谱-质谱方法优化

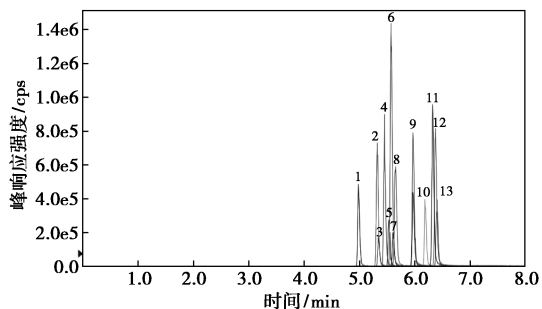
### 3.2.1 色谱柱的选择

本次实验对比了 EC-C<sub>18</sub> (100 mm × 3.0 mm, 2.7 μm, 美国 Agilent)、Cortecs C<sub>18</sub> (100 mm × 3.0 mm, 2.7 μm, 美国 Waters) 和 Kinetex C<sub>18</sub> (150 mm × 3.0 mm, 2.6 μm, 英国 phenomenex) 3 种色谱柱的分离效果,结果表明,使用 EC-C<sub>18</sub> 色谱柱时分离较差,醚苯磺隆和甲噁磺隆出峰时间一致,Cortecs C<sub>18</sub> 色谱柱和 Kinetex C<sub>18</sub> 色谱柱分离度相对较好,但使用 Kinetex C<sub>18</sub> 目标化合物信噪比均优于

Cortecs C<sub>18</sub> 色谱柱。为使方法获得更优的灵敏度,实验最终选择 Kinetex C<sub>18</sub> 色谱柱。

### 3.2.2 流动相的选择

首先对比分析甲醇和乙腈流动相分离效果。使用甲醇作为有机相时,化合物色谱峰宽较宽,且有拖尾现象;以乙腈作流动相,柱效明显提升,色谱峰峰宽更窄,基线更加平稳,灵敏度更高。有研究表明<sup>[15]</sup>,正离子模式下在流动相中加入甲酸有利于准分子离子的生成,本次实验对比分析了乙腈与纯水、0.1% 甲酸水溶液作为流动相对目标化合物分离效果的影响。结果发现,当乙腈和 0.1% 甲酸水溶液作流动相时,化合物响应、信噪比和分离度更好,灵敏度更高。因此,实验最终选择乙腈与 0.1% 甲酸水溶液作为流动相。13 种目标化合物色谱图见图 2。



1—烟嘧磺隆;2—环氧嘧磺隆;3—噻吩磺隆;4—甲磺隆;  
5—醚苯磺隆;6—甲噁磺隆;7—氯磺隆;8—胺苯磺隆;  
9—苄嘧磺隆;10—氟磺隆;11—吡嘧磺隆;12—氯嘧磺隆;  
13—氟嘧磺隆

图 2 13 种磺酰胺类除草剂色谱图 (5.0 ng/L)

### 3.2.3 质谱条件的优化

通过针泵进样将 100 μg/L 13 种磺酰胺类除草剂标准溶液注入离子源。电喷雾正离子模式下进行母离子扫描 (Q1 MS),得到每一种物质的 [M+H]<sup>+</sup> 分子离子峰 (母离子),然后进行子离子扫描 (Product Ion),对母离子进行打碎处理,改变去簇电压调整最强子离子响应为母离子 3~4 倍,此时选取响应值最强 2 个子离子分别作为定量离子和定性离子,采用多反应监测模式 (MRM) 优化后的质谱检测参数见表 1。

表 1 13 种磺酰胺类除草剂的 MRM 检测参数

化合物	CAS 号	保留时间/min	定性离子对 (m/z)	去簇电压/V	碰撞能量/V	出口电压/V
甲磺隆	74223-64-6	5.43	382.0/167.0*	36	21	6
			382.0/199.0		27	7
噻吩磺隆	79277-27-3	5.32	388.0/167.0*	36	46	16
			388.0/205.0		33	7

续表

化合物	CAS 号	保留时间/min	定性离子对( $m/z$ )	去簇电压/V	碰撞能量/V	出口电压/V
烟嘧磺隆	111991-09-4	4.96	411.1/329.1*	96	23	9
			411.1/135.0		19	16
氯磺隆	64902-72-3	5.58	358.0/141.0*	51	23	6
			358.0/167.0		25	7
胺苯磺隆	97780-06-8	5.62	411.1/196.1*	49	23	6
			411.1/168.1		35	6
苄嘧磺隆	83055-99-6	5.94	411.0/149.0*	80	26	9
			411.0/182.0		28	9
氯嘧磺隆	90982-32-4	6.35	415.0/182.0*	80	25	9
			415.0/213.0		20	9
吡嘧磺隆	93697-74-6	6.30	415.0/181.9*	80	25	10
			415.0/138.9		60	10
环氧磺隆	144651-06-9	5.29	406.9/150.2*	100	24	16
			406.9/283.8		21	16
醚苯磺隆	82097-50-5	5.51	402.1/167.0*	96	23	16
			402.1/141.1		25	16
甲嘧磺隆	74222-97-2	5.55	365.1/150.2*	100	22	16
			365.1/199.2		28	16
氟磺隆	94125-34-5	6.17	419.9/140.9*	100	25	16
			419.9/167.1		25	16
氟嘧磺隆	86209-51-0	6.38	469.2/254.1*	100	23	16
			469.2/199.1		23	16

注: \* 为定量离子。

### 3.2.4 MRM-IDA-EPI 扫描模式的建立

在 MRM 基础上增加信息依赖采集 (IDA) 和增强子离子扫描 (EPI), 根据建立的方法对标准物质进行扫描, 利用得到的增强二级离子全扫描质谱图建立标准物质 EPI 谱库。利用建立的谱库与样品的子离子全扫描谱图辅助定性。相较于传统的 MRM 模式, 线性离子阱技术增强了二级碎片离子扫描, 提高了灵敏度, 通过二级碎片全扫描质谱图对疑似阳性样品进行确证, 有效解决了传统三重四级杆对低浓度样品定性的难题。

### 3.3 方法验证

方法参数选取阴性地表水样品作为基质添加

13 种磺酰脲类除草剂混合标准溶液进行加标回收率测试, 设置低、中、高 3 个加标浓度值, 每个浓度设置 6 个平行样品。采用优化后的方法进行测试, 基质加标回收率为 71.4%~111.2%, RSD 为 2.7%~10.3%; 以 10% 甲醇水溶液配制质量浓度为 2.0、5.0、10.0、20.0、30.0、40.0、50.0 ng/L 的标准曲线, 并进行线性回归; 重复测定 7 次 1.0 ng/L 空白加标样品, 并计算标准偏差  $S$ , 检出限 (LOD) 为 3.143 $S$ , 定量下限 (LOQ) 为 4 倍检出限。经测试, 该方法线性关系  $r \geq 0.998$ , LOD 为 0.4~0.6 ng/L, LOQ 为 1.6~2.4 ng/L。方法回归方程、相关系数、检出限和精密度见表 2。

表 2 13 种磺酰脲类除草剂的回归方程、相关系数、检出限和精密度

化合物	回归方程	相关系数 ( $r$ )	检出限/ ( $\text{ng}\cdot\text{L}^{-1}$ )	定量下限/ ( $\text{ng}\cdot\text{L}^{-1}$ )	加标回收率, 精密度/%		
					5.0 ng/L	20.0 ng/L	40.0 ng/L
甲磺隆	$y = 1.451 \times 10^5 x + 7.017 \times 10^4$	0.999	0.6	2.4	87.4, 10.3	89.8, 7.2	84.6, 4.9
噻吩磺隆	$y = 3.903 \times 10^4 x + 18284.108$	0.998	0.6	2.4	85.9, 9.7	82.9, 6.7	86.2, 3.2
烟嘧磺隆	$y = 1.295 \times 10^5 x + 3.694 \times 10^4$	0.999	0.4	1.6	92.6, 7.8	89.3, 5.3	105.5, 4.5
氯磺隆	$y = 5.022 \times 10^4 x + 11039.902$	0.999	0.5	2.0	83.9, 9.4	86.5, 6.9	89.9, 5.4
胺苯磺隆	$y = 1.904 \times 10^5 x + 8.778 \times 10^4$	0.999	0.4	1.6	88.3, 7.6	108.7, 5.8	94.0, 3.8
苄嘧磺隆	$y = 2.291 \times 10^5 x + 8.909 \times 10^4$	0.999	0.4	1.6	71.4, 8.5	79.6, 6.1	81.6, 4.5

续表

化合物	回归方程	相关系数 ( <i>r</i> )	检出限/ (ng·L <sup>-1</sup> )	定量下限/ (ng·L <sup>-1</sup> )	加标回收率,精密度/%		
					5.0 ng/L	20.0 ng/L	40.0 ng/L
氯嘧磺隆	$y=2.525 \times 10^5 x + 7.914 \times 10^4$	0.998	0.4	1.6	90.4, 7.0	107.9, 6.7	96.8, 4.2
吡嘧磺隆	$y=2.652 \times 10^5 x + 5.520 \times 10^4$	0.998	0.5	2.0	88.0, 9.3	111.2, 7.3	96.2, 3.6
环氧嘧磺隆	$y=1.830 \times 10^5 x + 7.883 \times 10^4$	0.998	0.4	1.6	87.1, 8.5	104.1, 6.0	106.9, 4.7
醚苯磺隆	$y=7.334 \times 10^5 x + 23849.059$	0.999	0.5	2.0	74.5, 7.5	78.3, 4.9	81.0, 2.7
甲嘧磺隆	$y=4.061 \times 10^5 x + 17382.494$	0.998	0.4	1.6	73.8, 8.7	79.3, 6.6	80.9, 4.3
氟磺隆	$y=1.047 \times 10^5 x + 5.202 \times 10^4$	0.999	0.4	1.6	82.4, 10.1	85.2, 7.5	99.7, 4.6
氟嘧磺隆	$y=1.199 \times 10^5 x + 3.709 \times 10^4$	0.998	0.4	1.6	75.6, 9.6	80.5, 6.8	82.3, 4.1

### 3.4 基质效应分析

样品中可能存在干扰物影响目标化合物的测定,为研究本方法的基质效应(ME),选取太湖流域典型饮用水、地表水作为测试对象,分别配制与标准曲线相对应浓度的基质加标曲线。基质效应计算公式<sup>[16]</sup>为  $ME(\%) = (S_m/S_s - 1) \times 100$  ( $S_m$  和  $S_s$  分别表示基质标准曲线和溶剂标准曲线的斜率)。经测试,太湖流域典型饮用水、地表水 ME 为 -17.9% ~ 13.8%,介于 -20% ~ 20%,样品基质效应不明显,可采用外标法定量。

### 3.5 实际样品分析

基于优化后的方法,2020年10月,对太湖9个湖区进行了检测。结果表明,太湖中除醚苯磺隆和氟嘧磺隆未检出外,其他11种磺酰脲类除草剂均有不同程度检出,浓度范围为 ND ~ 38.8 ng/L。其中太湖西北部梅梁湖和西部沿岸区含量最高,可能与宜兴地区农业种植有关。

## 4 结论

结合太湖流域水质情况和13种磺酰脲类除草剂特征,利用在线固相萃取-超高效液相色谱-三重四级杆复合线性离子阱质谱法开展了地表水中13种磺酰脲类除草剂的分析方法研究。本方法操作简便,样品过膜后直接在线分析,分析时间短、有机试剂用量少、方法灵敏度高。在线固相萃取和线性离子阱技术有效降低人为、基质干扰等因素导致的实验误差,提高方法的精密度和准确度。方法参数满足水环境监测规范要求<sup>[17]</sup>,方法灵敏度优于国家标准<sup>[12]</sup>,可用于实际样品快速测定,为流域水资源保护提供理论依据和技术支撑。

### 参考文献

[1] 王新,倪子钧,李兆兴,等.磺酰脲类除草剂的微生物降解研究进展[J].环境化学,2020,39(5):1356-1367.

- [2] 李佳蔚,黄会,韩典峰,等.磺酰脲类除草剂毒性及多残留检测技术研究进展[J].食品安全质量检测学报,2017,8(2):367-374.
- [3] 王志恒,赵义良,宋瑞,等.磺酰脲类除草剂的应用及检测方法[J].现代农业科技,2020,(23):103-105,108.
- [4] 顾林玲,王欣欣.全球除草剂市场、发展概况及趋势(I)[J].现代农药,2016,15(2):8-12,38.
- [5] 刘慧慧,张华威,魏潇,等.超高效液相色谱-串联质谱法测定水产品中13种磺酰脲类除草剂残留量[J].分析化学,2018,46(3):386-392.
- [6] 夏雨.国家农业部决定对氯磺隆等农药采取进一步禁限用措施[J].农业知识,2014,(10):61-62.
- [7] 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,2011,39(5):664-669.
- [8] 李芳,王纪华,平华,等.UPLC-MS/MS法同时测定土壤中3种磺酰脲类除草剂残留[J].分析试验室,2013,32(9):51-54.
- [9] 李蓉,储大可,高永清,等.复合分子印迹固相萃取-HPLC-MS/MS法测定植物源性食品中多种农药残留[J].分析试验室,2015,34(8):907-912.
- [10] 赵永刚,张祥志,胡冠九,等.固相萃取/高效液相色谱法测定地表水中磺酰脲类农药的研究[J].分析科学学报,2008,(3):287-290.
- [11] 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.
- [12] HJ 1015—2019.水质 磺酰脲类农药的测定 高效液相色谱法[S].
- [13] 庄乾坤,郑和辉,卞战强,等.饮用水中11种磺酰脲类除草剂残留的直接进样液相色谱-质谱测定法[J].环境与健康杂志,2015,32(7):621-623.
- [14] 吴春英,白鹭,谷风,等.固相萃取-超高效液相色谱/串联质谱法同时测定水中27种磺酰脲类除草剂[J].分析科学学报,2016,32(6):783-788.
- [15] 唐才明,黄秋鑫,余以义,等.高效液相色谱-串联质谱法对水环境中微量磺胺、大环内酯类抗生素、甲氧苄胺嘧啶与氯霉素的检测[J].分析测试学报,2009,28(8):909-913.
- [16] Perez M L G, Romero G R, Vidal J L M, et al. Analysis of veterinary drug residues in cheese by ultra-high-performance LC coupled to triple quadrupole MS/MS[J]. Journal of Separation Science, 2014,36(7):1223-1230.
- [17] SL 219—2013.水环境监测规范[S].