

杀螺胺乙醇胺盐在水稻和稻田中的残留及消解动态

伍一红^{1,2}, 龚道新^{1,2*}, 张素芳^{1,2}, 周圣超^{1,2}

(1.湖南农业大学资源环境学院,长沙 410128 2.湖南农业大学农业环境保护研究所,长沙 410128)

摘要:为明确杀螺胺乙醇胺盐在稻田系统的使用安全性,采用田间试验方法,研究了杀螺胺乙醇胺盐在长沙、杭州、贵阳三地水稻中的消解动态和最终残留。结果表明,该化学灭螺药在三地的稻田水、土壤、稻秆中消解半衰期分别为 1.69~3.01、8.66~13.86 d 和 5.33~7.70 d。施药后 62 d 糙米中杀螺胺乙醇胺盐的最终残留量均 $<1.00 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$,水稻稻秆中含量最高。在水稻中使用杀螺胺乙醇胺盐 70%可湿性粉剂,按推荐剂量 $900 \text{ g}\cdot\text{hm}^{-2}$ ($630 \text{ a.i. g}\cdot\text{hm}^{-2}$),最多施药 2 次,杀螺胺乙醇胺盐在水稻上的安全期为 62 d。

关键词:杀螺胺乙醇胺盐,水稻,稻田,消解动态,残留

中图分类号:X592 文献标志码:A 文章编号:1672-2043(2012)02-0278-06

Residue Determination and Degradation of Niclosamide Ethanolamine in Rice and Paddy System

WU Yi-hong^{1,2}, GONG Dao-xin^{1,2*}, ZHANG Su-fang^{1,2}, ZHOU Sheng-chao^{1,2}

(1.College of Resource and Environment, Hunan Agricultural University, Changsha 410128,China; 2. Institute of Agricultural Environmental Protection, Hunan Agricultural University, Changsha 410128, China)

Abstract: To determine the safety of niclosamide ethanolamine in rice ecosystem, a field experiment was conducted to reveal residual dynamics and final residue of niclosamide ethanolamine in rice and paddy system in Changsha, Hangzhou and Guiyang of China. The degradation dynamics and the final residue results of niclosamide ethanolamine in rice and paddy system showed that the degradation half-lives in rice plant, paddy water and soil were 1.69~3.01 d, 8.66~13.86 d and 5.33~7.70 d respectively in three places. The final residue of niclosamide ethanolamine in unpolished rice was low than $1.00 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ at an interval of 62 d. However, The final residue of niclosamide ethanolamine in rice plant were higher than those in rice husk, unpolished rice and paddy soil. According to the results, when 70% wettable powder of niclosamide ethanolamine were sprayed in rice for twice according to the recommended dose of $900 \text{ g}\cdot\text{hm}^{-2}$ ($630 \text{ a.i.g}\cdot\text{hm}^{-2}$), the safe period of niclosamide ethanolamine in rice could be set as 62 d.

Keywords: niclosamide ethanolamine; rice; paddy field; degradation dynamics; residue

杀螺胺乙醇胺盐,又名氯硝柳胺乙醇胺盐,是 WHO 唯一推荐使用的灭螺药^[1],是目前国内唯一允许使用的化学灭螺药,也是我国控制血吸虫病的主要手段之一。近年来,国内外对杀螺胺乙醇胺盐的杀螺效果及动植物毒性进行了大量研究,该药物对人、畜及植物的毒性较小,但对鱼类毒性较大,具有高效、低毒、污染少等显著优点^[1-3]。

20 世纪 80 年代初广东各地先后引进福寿螺饲养

以供食用,由于对其生物学特性及危害性缺乏认识,管理不善,使其迅速扩散蔓延到农田,对水稻等水生农作物造成危害,现已成为农业生产的一大灾害^[4]。自 1992 年世界银行贷款中国血吸虫病控制项目实施,每年用药量约 3 000 t,灭螺面积达 8.7 亿 m^2 。

目前国内外有关杀螺胺乙醇胺盐原药的检测方法有化学滴定法^[5],紫外分光光度法^[6-7],液相色谱法^[8-13]。但杀螺胺乙醇胺盐在各种作物和土壤中残留动态研究暂未见报道。本文为了解杀螺胺乙醇胺盐在稻田(稻田水、土壤、稻秆、谷壳、糙米)中的残留及消解动态特性,进行了杀螺胺乙醇胺盐 70%可湿性粉剂在水稻中的消解动态及最终残留量试验,以为杀螺胺乙醇胺盐的安全合理使用提供相应的生态环境资

收稿日期 2011-06-20

基金项目 农业部农药残留试验项目(2010P0025)

作者简介 伍一红(1975—),女,湖南娄底人,硕士研究生,主要从事农药残留分析及其生态毒理与环境行为等方面的研究。

E-mail wuyh1296@126.com

* 通讯作者 龚道新 E-mail gdx4910@163.com

料和科学依据。

1 材料与方法

1.1 田间试验

试验于2009—2010年,分别在湖南长沙、浙江杭州、贵州贵阳的水稻田进行,田间试验方案设计按NY/T 788—2004(农药)残留试验准则进行。试验作物为水稻(当地常规品种)。试验药剂为杀螺胺乙醇胺盐70%可湿性粉剂。试验地每小区30 m²,重复3次,小区按照浓度由低到高排列,小区之间设保护行,并设空白对照。

1.1.1 消解动态试验

杀螺胺乙醇胺盐70%可湿性粉剂按1 350 g·hm⁻²(945 a.i.g·hm⁻²)兑水稀释后,每667 m²用水量为40 kg,对于稻田土壤和稻田水的消解动态试验,在种植了水稻的地边选择一块没有种植水稻的稻田(灌水3~5 cm深)均匀喷雾;对于水稻植株中的消解动态试验,在水稻移栽后7 d对茎叶进行喷雾处理。分别在施药后2 h和1、3、5、7、10、14、21、28、35、42 d,每小区随机采集稻田土壤1 kg(取样深度为0~10 cm)、稻田水1 L和水稻植株(≥1 kg)。四分法处理样品,于-20℃冰箱中保存待测。

1.1.2 最终残留试验

按推荐剂量的高剂量630 a.i.g·hm⁻²和945 a.i.g·hm⁻²(推荐剂量高剂量的1.5倍)的杀螺胺乙醇胺盐,分别施药2、3次,施药间隔期为10 d,每667 m²用水40 kg;在水稻移栽后7 d对水稻茎叶进行喷雾处理,试验重复3次。最后一次施药后42、52 d和62 d,分别多点随机采集水稻植株(包括稻秆1 kg、稻谷2 kg)和稻田土壤1 kg(取样深度为0~15 cm)。四分法处理样品,-20℃冰箱中保存待测。

1.1.3 空白对照小区

选取未施药的水稻田,采集稻田水、土壤、稻秆、谷壳、糙米样品作为对照,样品处理同1.1.2。

1.2 分析方法

1.2.1 提取

1.2.1.1 稻田水

准确量取用定性快速滤纸过滤后的稻田水样100.0 mL,置于250 mL分液漏斗,加入5滴氨水和20 mL饱和氯化钠溶液,摇匀后分别用40、40、20 mL乙酸乙酯萃取3次,合并乙酸乙酯萃取相,45℃水浴真空旋转蒸发至近干,冷却后用色谱甲醇定容至5.0 mL,待HPLC检测。

1.2.1.2 稻田土壤、谷壳和糙米样品

准确称取过10目筛的稻田土壤样品20 g(或过20目筛糙米20 g、谷壳样品5 g),置于250 mL具塞三角瓶中,然后加入60 mL乙醇和1.6 mL氨水,恒温振荡器中振荡30 min,布氏漏斗减压抽滤,分别用20 mL乙醇洗涤残渣和抽滤瓶2次,合并抽滤液,无损转入250 mL具塞三角瓶中,旋转蒸发仪上浓缩近干,无损转入250 mL分液漏斗,加入30 mL 20%氯化钠溶液,分别用30、30、20 mL乙酸乙酯萃取3次,合并乙酸乙酯萃取相,45℃水浴真空旋转蒸发至近干,用10 mL二氯甲烷和甲醇混合液(90:10/V:V)溶解,待弗罗里硅土层析柱净化。

1.2.1.3 水稻植株样品

准确称取剪碎为0.5 cm左右的稻秆样品10.0 g,置于250 mL具塞三角瓶中,然后加入60 mL乙酸乙酯和1.6 mL氨水,恒温振荡器中振荡30 min,布氏漏斗减压抽滤,用20、20 mL乙酸乙酯洗涤残渣和抽滤瓶2次,合并抽滤液,无损转入250 mL具塞三角瓶中,45℃水浴真空旋转蒸发至近干,用10 mL二氯甲烷和甲醇混合液(90:10/V:V)溶解,待弗罗里硅土层析柱净化。

1.2.2 净化

上述提取浓缩液需要经过弗罗里硅土(Florisil)柱净化,层析柱从下至上依次装填有少许脱脂棉、2 cm厚无水硫酸钠、5 g弗罗里硅土、2 cm厚无水硫酸钠,在装柱的过程中要敲紧敲实,在弗罗里硅土(Florisil)净化柱装好后,先用20 mL二氯甲烷和甲醇混合液(90:10/V:V)预淋,再将上述提取浓缩液无损移入弗罗里硅土净化柱中,用80 mL二氯甲烷和甲醇混合液(90:10/V:V)洗脱,收集洗脱液,45℃水浴真空旋转蒸发至近干,冷却后用色谱甲醇定容至5.0 mL,待HPLC检测。

1.2.3 液相色谱检测条件

HP-1100型高效液相色谱仪,带紫外检测器(U-VD),Welchrom-C18不锈钢反相色谱柱(250 mm×4.6 mm,5 μm);流动相为甲醇:水:三乙胺(54:46:0.115, V/V/V);流速0.8 mL·min⁻¹;检测波长238 nm;柱温25℃;进样量20.0 μL;保留时间9.7 min。

2 结果与讨论

2.1 试验方法的特征指标

在上述色谱条件下,测定杀螺胺乙醇胺盐标准系列溶液(0.02、0.10、0.20、0.50、1.00、5.00 mg·L⁻¹),以标

准溶液的浓度($x, \text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)与其所对应的色谱峰的峰面积(Y)做标准曲线,得到回归方程式

$$Y=110.2x+0.682 \quad \text{相关系数 } R=0.9995$$

在 $0.01 \sim 5.00 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 范围内,分别在稻田水、稻田土壤、稻秆、谷壳和糙米中的空白样品中添加杀螺胺乙醇胺盐的标准溶液,每个浓度处理重复5次,杀螺胺乙醇胺盐在稻田水中的添加回收率在 $92.7\% \sim 105.61\%$ 之间,标准偏差为 $1.98\% \sim 5.82\%$;稻田土壤中的添加回收率在 $90.55\% \sim 103.63\%$ 之间,标准偏差为 $2.60\% \sim 4.48\%$;稻秆中的添加回收率在 $91.81\% \sim 100.52\%$ 之间,标准偏差为 $1.50\% \sim 4.99\%$;谷壳中的添加回收率在 $90.19\% \sim 105.56\%$ 之间,标准偏差为 $1.46\% \sim 5.49\%$;糙米中的添加回收率在 $90.56\% \sim 103.15\%$ 之间,标准偏差为 $1.65\% \sim 3.18\%$ 。此方法下杀螺胺乙醇胺盐的最低检出浓度分别为:稻田水 $0.01 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$,稻田土壤 $0.03 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$,稻秆、糙米均为 $0.05 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$,谷壳 $0.1 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 。

2.2 杀螺胺乙醇胺盐在稻田系统和水稻植株中的消解动态

杀螺胺乙醇胺盐在湖南长沙、浙江杭州和贵州贵阳三地的稻田水、土壤和水稻植株中的消解方程、相关系数和半衰期见表1。以杀螺胺乙醇胺盐残留量对施药后取样时间作图(图1),从图1可以看出,杀螺

胺乙醇胺盐的消解在稻田水和植株中随着时间的延长,其残留量逐渐下降;在土壤中的消解在施药后2 h与不足1 d期间为一个逐渐增加的过程,到第1 d时达最大值,之后则逐渐降低。杀螺胺乙醇胺盐在稻田水中的原始沉积量为 $0.53 \sim 0.91 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$,施药7 d后,降解率达90%左右;施药10 d后,降解率达95%以上,平均半衰期为2.05 d。在稻田土壤中的原始沉积量为 $0.51 \sim 1.29 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$,施药21 d后,降解率达73%以上;施药42 d后,降解率达90%左右,平均半衰期为11.95 d。在水稻植株中的原始沉积量为 $37.41 \sim 99.33 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$,施药10 d后,降解率达80%左右;施药28 d后,降解率达94%以上,平均半衰期为6.687 d。总之,杀螺胺乙醇胺盐在稻田水和水稻植株中的消解比在稻田土壤中的消解要稍快一些。

对表1分析可知,杀螺胺乙醇胺盐在贵州贵阳的消解比在湖南长沙和浙江杭州的消解要稍慢一点。在用药剂量、方法、对象一致的情况下,环境气候条件和土壤类型的不同,如贵阳年平均降雨量为1129.5 mm,而杭州和长沙的年平均降雨量分别达1350 mm和1483.6 mm;另外贵阳试验地土壤以红壤-黄壤为主,pH值为5.5;杭州以小粉土为主,pH值为6.2;长沙以河潮土为主,pH值为6.5,也会影响杀螺胺乙醇胺盐消解行为。

表1 杀螺胺乙醇胺盐在稻田水、稻田土壤和水稻植株中的消解动态方程

Table 1 Degradation equations of niclosamide ethanolamine in rice plant, paddy water and soil

样品类型	年份	地点	消解动力学方程式	相关系数	半衰期/d
稻田水	2009	湖南长沙	$C_t=0.793e^{-0.41t}$	0.988 4	1.69
		贵州贵阳	$C_t=0.465e^{-0.23t}$	0.977 8	3.01
		浙江杭州	$C_t=0.728e^{-0.40t}$	0.992 4	1.73
	2010	湖南长沙	$C_t=0.563e^{-0.38t}$	0.991 0	1.82
		贵州贵阳	$C_t=0.588e^{-0.33t}$	0.985 9	2.10
		浙江杭州	$C_t=0.364e^{-0.36t}$	0.980 8	1.93
稻田土壤	2009	湖南长沙	$C_t=0.587e^{-0.05t}$	0.988 4	13.86
		贵州贵阳	$C_t=0.775e^{-0.05t}$	0.953 9	13.86
		浙江杭州	$C_t=1.073e^{-0.07t}$	0.991 9	9.90
	2010	湖南长沙	$C_t=0.407e^{-0.06t}$	0.976 7	11.55
		贵州贵阳	$C_t=0.907e^{-0.05t}$	0.984 4	13.86
		浙江杭州	$C_t=0.675e^{-0.08t}$	0.949 2	8.66
水稻植株	2009	湖南长沙	$C_t=28.27e^{-0.09t}$	0.961 7	7.70
		贵州贵阳	$C_t=48.91e^{-0.10t}$	0.956 0	6.93
		浙江杭州	$C_t=34.06e^{-0.13t}$	0.938 0	5.33
	2010	湖南长沙	$C_t=27.48e^{-0.10t}$	0.978 8	6.93
		贵州贵阳	$C_t=33.96e^{-0.10t}$	0.956 0	6.93
		浙江杭州	$C_t=20.17e^{-0.11t}$	0.959 2	6.30

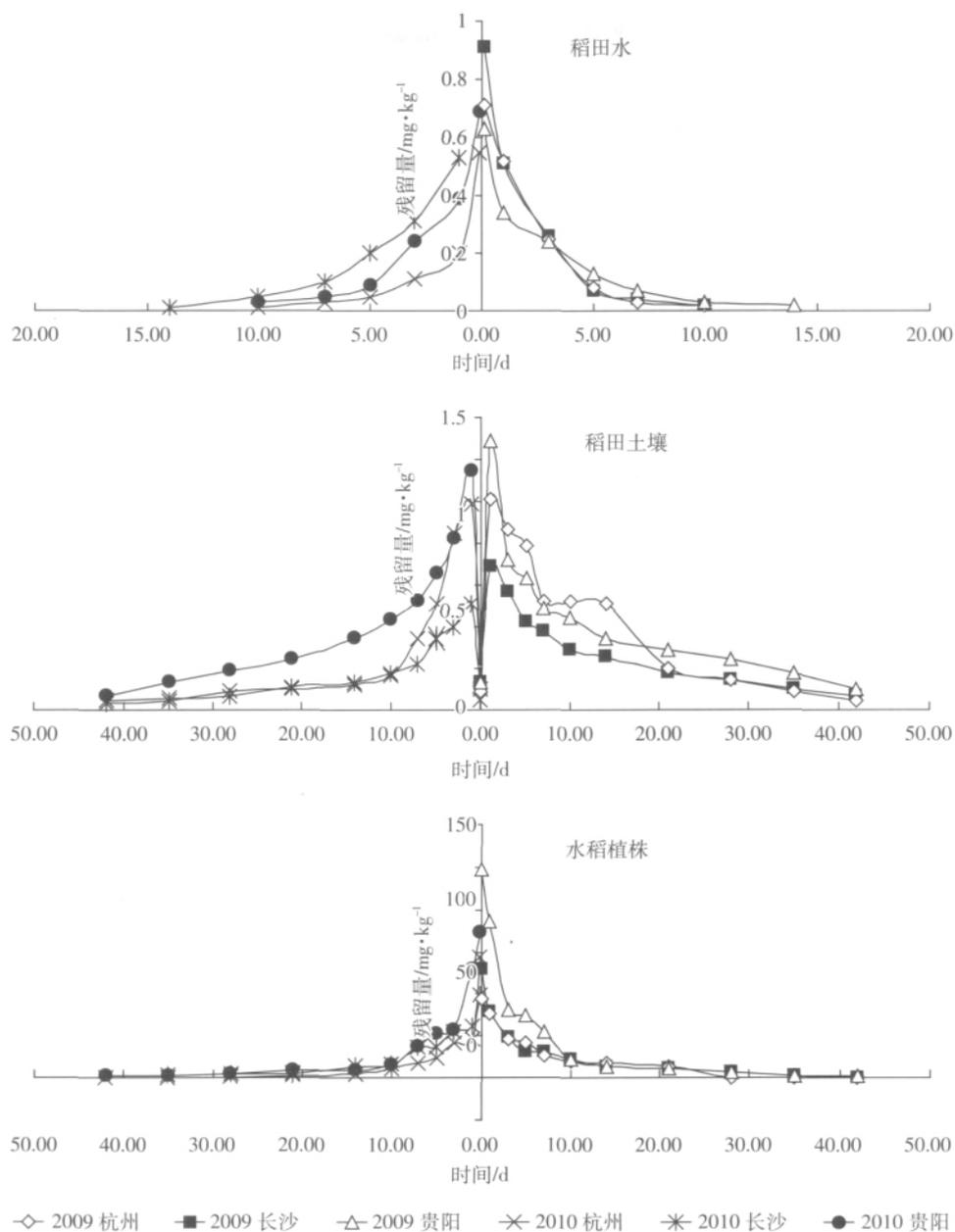


图1 杀螺胺乙醇胺盐在稻田水、稻田土壤和水稻植株中的消解动态

Figure 1 Residual dynamics of nicosamide ethanolamine in rice plant, paddy water and soil

尽管三地田间试验情况复杂,但三地试验时间均为5—7月或8—10月,温度相对较高,这是杀螺胺乙醇胺盐在稻田水中的原始沉积量低,降解速度快的主要原因。这与朱明东等^[15]研究结果表明的氯硝柳胺(杀螺胺)在水体中持效时间受环境温度影响,温度高持效时间短,在泥浆水中氯硝柳胺(杀螺胺)持效时间短基本相同。

杀螺胺乙醇胺盐在稻田土壤中的降解较慢,则与朱明东等^[15]研究表明的氯硝柳胺(杀螺胺)在土壤中持效时间长基本一致。贵阳、长沙地区与杭州地区的

土壤消解有一定的差异,这是由于农药在土壤中的残留和降解一方面与农药本身的理化性质有关,另一方面与土壤的类型、pH值、有机质含量、降雨量、温度、土壤生物及土壤表面的光解过程、土壤吸附作用等多种因素有关^[16]。杭州试验地土壤为小粉土,试验期间雨水适中,湿热,可能是导致杀螺胺乙醇胺盐在杭州试验地土壤中降解速率较快的主要原因。

由于农药是叶面喷洒,导致植株上的原始浓度较高,而降雨量相对少、气温相对低是导致贵阳试验的植株上的原始浓度较高于另外两地的原因。

2.3 杀螺胺乙醇胺盐在稻田土壤和稻谷中的最终残留

杀螺胺乙醇胺盐在土壤、稻秆、谷壳、糙米的典型色谱图见图2。杀螺胺乙醇胺盐在稻田土壤中的残留量在末次施药42 d后在 $0.073\sim 0.318\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 之间;52 d后在 $0.052\sim 0.289\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 之间;62 d后在 $0.017\sim 0.210\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 之间。杀螺胺乙醇胺盐在稻秆中的残留量末次施药62 d后在 $0.198\sim 1.174\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 之间;在谷壳中的残留量末次施药62 d后在 $0.028\sim 0.624\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 之间;在糙米中的残留量末次施药62 d后在 $0.061\sim 0.427\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 之间。根据戴建荣^[1-2]、张涛等^[3]对氯硝柳胺(杀螺胺)及其乙醇胺盐的急、慢性毒性的研究结果,在这个残留范围内,杀螺胺乙醇胺盐对人体、畜和周围的环境是安全的。因此,将收获水稻的安全期定为62 d。

3 结论

本文研究了杀螺胺乙醇胺盐残留消解动态和最终残留状况。试验结果表明,杀螺胺乙醇胺盐70%可湿性粉剂施用于水稻田后,其有效成分杀螺胺乙醇胺盐在稻田水、土壤和水稻植株中平均消解半衰期分别为2.05、11.95 d和6.69 d,这说明杀螺胺乙醇胺盐在稻田水、稻田土壤和水稻植株中的消解均较快,属易降解农药。

目前,中国、FAO/WHO、美国及欧盟等未制定杀螺胺乙醇胺盐在大米中的最高允许残留量(MRL)。本次试验用杀螺胺乙醇胺盐70%可湿性粉剂按推荐剂量 $900\text{ g}\cdot\text{hm}^{-2}$ ($630\text{ a.i. g}\cdot\text{hm}^{-2}$)对水稻生长过程中的福寿螺危害进行防治,最多施药2次,施药间隔期为10

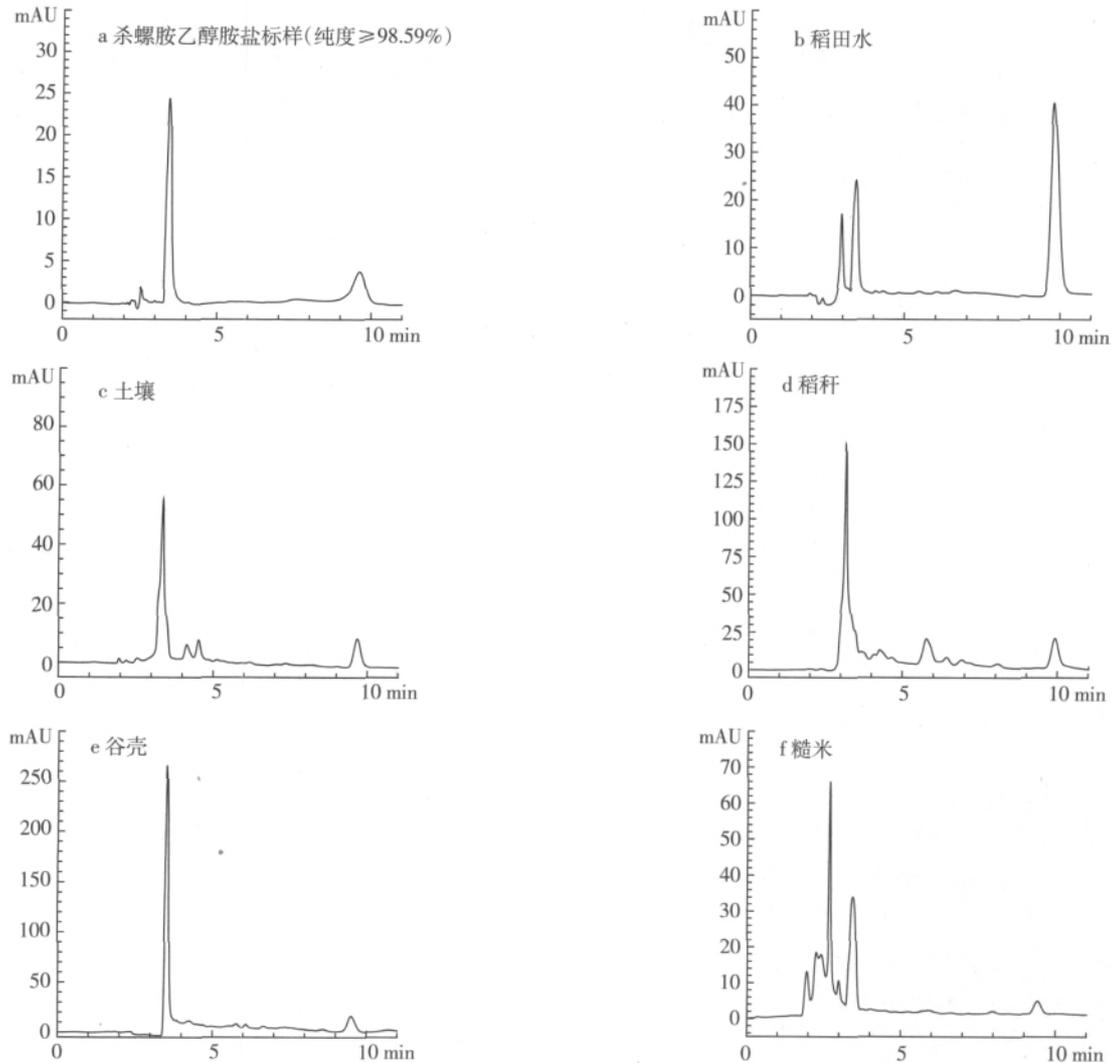


图2 杀螺胺乙醇胺盐标样(纯度 $\geq 98.59\%$)(a)、稻田水(b)、土壤(c)、稻秆(d)、谷壳(e)和糙米(f)典型色谱图

Figure 2 HPLC chromatograms of (a)nicosamide ethanolamine standard(purity $\geq 98.59\%$), (b)paddy water sample, (c)soil sample, (d)rice plant sample, (e)rice husk sample, (f)unpolished rice sample

d 末次施药 62 d 杀螺胺乙醇胺盐在糙米中的残留量均小于 $0.50 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 根据其毒性较小等情况, 拟推荐杀螺胺乙醇胺盐在糙米中的 MRL 值为 $0.50 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 。

参考文献:

- [1] 戴建荣, 朱荫昌, 黄铭西. 灭螺药物的研究进展[J]. 中国血吸虫病防治杂志, 2000, 12(3): 18.
DAI Jian-rong, ZHU Yin-chang, HUANG Ming-xi. The research progress of drug for exterminate snail[J]. *Chinese Journal of Schistosomiasis Control*, 2000, 12(3): 18.
- [2] 戴建荣, 梁幼生, 李洪军, 等. 氯硝柳胺悬浮剂的毒性评价[J]. 中国血吸虫病防治杂志, 2007, 19(6): 415-417.
DAI Jian-rong, LIANG You-sheng, LI Hong-jun, et al. Evaluation of toxicity of suspension concentrate of niclosamide[J]. *Chinese Journal of Schistosomiasis Control*, 2007, 19(6): 415-417.
- [3] 张涛. 氯硝柳胺的毒理学研究[J]. 中国血吸虫病防治杂志, 2002, 14(3): 234-236.
ZHANG Tao. Study on toxicology of niclosamide[J]. *Chinese Journal of Schistosomiasis Control*, 2002, 14(3): 234-236.
- [4] 肖汉祥, 张扬, 黄炳超, 等. 70%杀螺胺乙醇胺盐可湿性粉剂防治水稻福寿螺药效试验[J]. 植物医生, 2005, 18: 33-35.
XIAO Han-xiang, ZHANG Yang, HUANG Bing-chao, et al. Pharmacodynamic test for prevention and control of pomacea canaliculata with niclosamide ethanolamine 70% WP[J]. *Plant Doctor*, 2005, 18: 33-35.
- [5] 金良正, 曹丽军, 裘淑华, 等. 鱼塘污染灭螺剂氯硝柳胺的快速化学鉴别[J]. 中国卫生检验杂志, 2007, 8(8): 1440-1441.
JIN Liang-zheng, CAO Li-jun, QIU Shu-hua, et al. The fleetness chemistry distinguishing method Ulat the fishpond contaminated by spiral shell agent niclosamide[J]. *Chinese Journal of Health Laboratory Technology*, 2007, 8(8): 1440-1441.
- [6] 刘榆华, 罗秉荣, 王尚位, 等. 用化学检测法测定氯硝柳胺含量[J]. 大理学院学报, 2004, 9(5): 48-49.
LIU Yu-hua, LUO Bing-rong, WANG Shang-wei, et al. Determination of niclosamide content with chemical method[J]. *Journal of Dali College*, 2004, 9(5): 48-49.
- [7] 嵇正平, 姜友富, 汗世新, 等. 萃取光度法测定水中氯硝柳胺含量的研究[J]. 中国血吸虫病防治杂志, 2005, 17(6): 430-432.
JI Zheng-ping, JIANG You-fu, HAN Shi-xin, et al. Determination of niclosamide in water with extraction photometry[J]. *Chinese Journal of Schistosomiasis Control*, 2005, 17(6): 430-432.
- [8] 王娇娜, 龙海, 肖同, 等. HPLC 测定氯硝柳胺的含量[J]. 华西药理学杂志, 2006(4): 401-402.
WANG Jiao-na, LONG Hai, XIAO Tong, et al. Determination of niclosamide content by HPLC[J]. *West China Journal of Pharmaceutical Sciences*, 2006(4): 401-402.
- [9] Terrance D Hubert, Jeffrey A Bernardy, Chue Vue, et al. Residues of the lampricides 3-trifluoromethyl-4-nitrophenol and niclosamide in muscle tissue of rainbow trout[J]. *Agric Food Chem*, 2005, 53: 5342-5346.
- [10] Theresa M Schreiber, Verdel K Dawson. Determination of niclosamide residues in rainbow trout (*Oncorhynchus mykiss*) and channel catfish (*Ictalurus punctatus*) fillet tissue by high-performance liquid chromatography[J]. *Agric Food Chem*, 2000, 48: 2212-2215.
- [11] 王爱华, 邵建果. 50%杀螺胺乙醇胺盐可湿性粉剂的反相高效液相色谱测定[J]. 安徽化工, 2006(4): 67-68.
WANG Ai-hua, SHAO Jian-guo. Determination of niclosamide ethanolamine 50% WP by HPLC[J]. *Anhui Chemical Industry*, 2006(4): 67-68.
- [12] 杨俊柱, 朱传明. 50%氯硝柳胺乙醇胺盐可湿性粉剂的高效液相色谱测定[J]. 农药科学与管理, 2006, 25(7): 12-14.
YANG Jun-zhu, ZHU Chuan-ming. Determination of niclosamide ethanolamine salt 50% WP by HPLC[J]. *Pesticide Science and Administration*, 2006, 25(7): 12-14.
- [13] 孙海, 陈岸燕, 余晓峰, 等. 农药产品中贝螺杀乙醇胺盐的高效液相色谱分析[J]. 浙江化工, 2008(12): 25-26.
SUN Hai, CHEN An-yan, YU Xiao-feng, et al. Analysis of niclosamide ethanolamine in pesticide products by HPLC[J]. *Zhejiang Chemical Industry*, 2008(12): 25-26.
- [14] 丁力, 吕昌银, 冯家力, 等. 洞庭湖区田鼠肝脏组织中氯硝柳胺的液相色谱-质谱/质谱检测方法研究[J]. 中国卫生检验杂志, 2007, 12(12): 2153-2155.
DING Li, LÜ Chang-yin, FENG Jia-li, et al. Study on determination of niclosamide in liver of field mouse in Dongting Lake by liquid chromatography/mass spectrometry/mass spectrometry[J]. *Chinese Journal of Health Laboratory Technology*, 2007, 12(12): 2153-2155.
- [15] 朱明东, 洪林娣, 蔡祖华, 等. 氯硝柳胺在水体及土壤中的持效时间及其影响因素[J]. 浙江省医学科学院报, 2007(6): 5-8.
ZHU Ming-dong, HONG Lin-di, CAI Zu-hua, et al. Study on the effective duration of niclosamide and influencing factors in water and soil[J]. *Journal of Zhejiang Academy of Medical Sciences*, 2007(6): 5-8.
- [16] 张存政, 孙星, 张志勇, 等. 噻嗪酮在茶园环境中的残留行为研究[J]. 农业环境科学学报, 2010, 29(8): 1483-1489.
ZHANG Cun-zheng, SUN Xing, ZHANG Zhi-yong, et al. Dissipation behavior of pesticide buprofezin in tea garden under different climate conditions in China[J]. *Journal of Agro-Environment Science*, 2010, 29(8): 1483-1489.