

文章编号: 1672-6987(2008)03-0202-04

## 三乙磷酸铝的纯化与离子色谱分析

丁宁, 范志先\*, 葛海英, 沈翠丽, 赵文英

(青岛科技大学 化工学院, 山东 青岛 266042)

**摘要:** 采用二级水三次水洗抽滤的方法对三乙磷酸铝原药进行纯化。对制备的纯品采用碘量法、离子色谱法测定, 质量分数均大于99.0%, 能够满足离子色谱分析对标样的要求。同时采用AS 14、AS 9离子色谱柱明确了常见阴离子、淋洗液浓度对三乙磷酸铝分离的影响, 最后采用Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>溶液为淋洗液, AS 9离子色谱柱, 电导检测器建立了三乙磷酸铝的离子色谱定量方法, 并对该方法进行了评价。结果表明, 常量分析方法的准确度(添加回收率99.6%~101.1%)和精密度(RSD 0.31%)均较好。

**关键词:** 三乙磷酸铝; 纯化; 离子色谱; 定量分析

**中图分类号:** O 655.23      **文献标识码:** A

## The Purification of FosetylAl and Its Quantitative Analysis by Ion Chromatography

DING Ning, FAN Zhixian, GE Haiying, SHEN CuiLi, ZHAO Wenying

(College of Chemical Engineering, Qingdao University of Science and Technology, Qingdao 266042, China)

**Abstract:** The fosetylAl whose impurities are mostly sulfate is purified with washing three times by redistilled water, and the purified fosetylAl could satisfy the demand of ion chromatography. The purified sample is further confirmed with iodimetry and ion chromatography, and its content is beyond 99.0%. The influences of common anions and the concentration of eluent on the separation of fosetylAl are studied by using AS 14 and AS 9 analytical columns. The ion chromatography method to analyze fosetylAl is established with electronic conductivity detector, AS 9 column and Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> solution as eluent, and corresponding evaluate is also carried out. The results indicate that the accuracy(99.6%~101.1%) and the precision with RSD of 0.31% of the method are satisfying.

**Key words:** fosetylAl; purification; ion chromatography; quantitative analysis

三乙磷酸铝是一种常用的有机磷内吸型杀菌剂, 目前农业生产上主要使用混剂或单剂防治黄瓜、啤酒花霜霉病等病害。三乙磷酸铝原药或制剂的定量分析方法通常采用碘量法<sup>[22]</sup>, 该方法比较耗时, 工效低, 而且排除杂质干扰也存在问题。关于三乙磷酸铝在混剂中的定量测定, 已见消化2比色定磷法<sup>[3]</sup>、络合滴定法<sup>[4]</sup>、顶空气相色谱法

等<sup>[5]</sup>。国外还有采用离子色谱法对植株体内和土壤中的有机磷酸盐、磷酸酯和无机阴离子进行分析测定的报道<sup>[6]</sup>。采用离子色谱法对三乙磷酸铝制剂进行定量分析国外已有报道, 但国内尚未公开报道<sup>[7]</sup>。本工作纯化了三乙磷酸铝原药, 制备了纯品, 采用离子色谱法对三乙磷酸铝进行了常量、痕量分析。

## 1 实验部分

### 1.1 材料、试剂及溶液

三乙磷酸铝: 原药(国产)、80%可湿性粉剂(国产)、标准品(99.13%)拜耳作物科学公司; 无水碳酸钠、碳酸氢钠、氟化钠、氯化钠、硝酸钠、溴化钠、亚硝酸钠、磷酸二氢钾、无水硫酸钠均为分析纯; 自制二级水。

三乙磷酸铝标准储备液: 称取 0.11 g(精确至 0.0002 g)三乙磷酸铝标准品, 加入二级水溶解(放置过夜), 定容 100 mL; 1000 Lg # mL<sup>-1</sup> SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> 标准储备液、1000 Lg # mL<sup>-1</sup> Br<sup>-</sup> 和 NO<sub>3</sub><sup>-</sup> 内标储备液。

### 1.2 仪器设备及色谱工作站

DX120 离子色谱仪, 美国戴安公司。配有 DIONEX IonPac AS 14、AS 9(均为 4 @ 250 mm) 离子色谱柱及相应的保护柱, ASRS2UL2 TRA 自身再生抑制器, 电导检测器; N2000 色谱工作站; 循环水式真空泵; 磁力搅拌器; 旋转薄膜蒸发器。

### 1.3 三乙磷酸铝原药的纯化

称取三乙磷酸铝原药 50 g 于烧杯中, 加 40 mL 二级水于室温下搅拌 1 h 后抽滤, 置白色过滤物于 95 e 烘箱中烘 2 h, 然后研磨成粉末再烘干(95 e) 2 h, 即得第一次水洗样品。将其再重复水洗纯化得第二次水洗样品。称第二次水洗样品 24 g 加 200 mL 二级水搅拌 3 h, 抽滤, 固体烘干, 研磨后再烘干, 即得第三次水洗样品。将其滤液在 60 e 水浴中旋转浓缩, 当有较多白色固体析出时停止旋蒸, 抽滤, 烘干, 研磨再烘干得水析出样品。

### 1.4 三乙磷酸铝纯品及主要杂质的测定

#### 1.4.1 碘量法测定三乙磷酸铝

依据 HG 3296 对三乙磷酸铝原药、一次水洗样品、二次水洗样品、三次水洗样品、水析出样品进行定量测定。

#### 1.4.2 离子色谱法测定三乙磷酸铝

##### 1.4.2.1 三乙磷酸铝离子色谱分析的原理

离子色谱法测定三乙磷酸铝是一种间接的定量方法。定量的依据是三乙磷酸铝能够在水中电离, 生成乙基磷酸根离子。电导检测器产生信号的大小取决于乙基磷酸根离子浓度的高低。当以乙基磷酸根含量计时, 折算成三乙磷酸铝含量为乘以系数 11082.5。

##### 1.4.2.2 离子色谱条件

(1) 采用 AS 14 阴离子色谱柱分析条件

淋洗液: Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (371 mg # L<sup>-1</sup>) 2NaHCO<sub>3</sub> (84 mg # L<sup>-1</sup>) 缓冲溶液; 流速 1120 mL # min<sup>-1</sup>; 25 LL 定量管; 乙基磷酸根离子保留时间 4 min。

(2) 采用 AS 9 阴离子色谱柱分析条件

淋洗液: Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (954 mg # L<sup>-1</sup>) 溶液; 流速 1180 mL # min<sup>-1</sup>; 定量管 25 LL(常量分析)、100 LL(痕量分析); 内标或外标法定量, 相对保留时间: 乙基磷酸根离子, 约 412 min; 定量三乙磷酸铝用的内标物(Br<sup>-</sup>), 约 1115 min; 定量 SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> 用的内标物(NO<sub>3</sub><sup>-</sup>), 约 1312 min; SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, 约 2210 min。

##### 1.4.2.3 三乙磷酸铝标准溶液的配制

准确移取 10 mL 三乙磷酸铝标准品储备液于 100 mL 容量瓶中, 准确加入 5 mL Br<sup>-</sup> 内标储备液, 二级水定容, 配制成三乙磷酸铝标准溶液。

##### 1.4.2.4 试样溶液的配制

分别称取 0.1 g(精确至 0.0002 g)的三乙磷酸铝原药、一次水洗样品、二次水洗样品、三次水洗样品、水析出样品于不同的 100 mL 容量瓶中, 加入二级水溶解(放置过夜), 定容, 配制成三乙磷酸铝试样储备液, 余同 1.4.2.3 配制成三乙磷酸铝试样溶液。

##### 1.4.2.5 测定与结果计算

在 1.4.2.2(2) 操作条件下, 待仪器基线稳定后, 连续注入数针三乙磷酸铝标准溶液, 直至相邻 2 针三乙磷酸铝的相对响应值变化小于 115% 时, 按标准溶液、试样溶液、试样溶液、标准溶液的顺序进行测定。内标法计算结果。

#### 1.4.3 主要杂质(以硫酸铝计)含量的测定

##### 1.4.3.1 硫酸根标准溶液的配制

准确移取 0.2 mL SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> 储备液, 放入 100 mL 容量瓶中, 准确加入 0.2 mL NO<sub>3</sub><sup>-</sup> 内标储备液, 二级水定容, 配制成 2 Lg # mL<sup>-1</sup> 的 SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> 标准溶液。

##### 1.4.3.2 试样溶液的配制

先配制三乙磷酸铝各种试样储备液(同 1.4.2.4), 分别取 10 mL 试样储备液于 100 mL 容量瓶中, 余同 1.4.3.1 配制成各种试样溶液。

##### 1.4.3.3 测定与结果计算

测定同 1.4.2.5。内标法计算结果。折算成硫酸铝时乘以系数 11187.2。

## 1.5 阴离子、淋洗液浓度对三乙磷酸铝定量分析的影响

### 1.5.1 AS 14 离子色谱柱对常见阴离子与乙基磷酸根离子的分离

配制常见阴离子与乙基磷酸根离子的混合溶液,  $F^-$ 、 $Cl^-$ 、 $NO_2^-$ 、 $Br^-$ 、 $NO_3^-$ 、 $PO_4^{3-}$ 、 $SO_4^{2-}$ 、三乙磷酸铝的浓度分别为 21 7, 3. 6, 81 0, 91 5, 91 6, 21 0, 101 8, 131 0  $Lg\# mL^{-1}$ , 在 1. 4. 2. 2(1) 操作条件下, 进样分析。

### 1.5.2 AS 9 离子色谱柱对常见阴离子与乙基磷酸根离子的分离

配制常见阴离子与乙基磷酸根离子的混合溶液, 浓度分别为  $F^-$ 、 $Cl^-$ 、 $NO_2^-$ 、 $Br^-$ 、 $NO_3^-$ 、 $PO_4^{3-}$ 、 $SO_4^{2-}$ 、三乙磷酸铝的浓度分别为 10, 20, 40, 60, 60, 160, 60, 50  $Lg\# mL^{-1}$ , 在 1. 4. 2. 2(2) 操作条件下, 进样分析。

### 1.5.3 淋洗液浓度对乙基磷酸根离子保留时间及分离的影响

采用 1. 4. 2. 2(1) 测定条件, 将淋洗液用二级水稀释 2 倍, 4 倍, 6 倍, 8 倍, 10 倍, 12 倍, 14 倍。流速为 11 20  $mL\# min^{-1}$ , 用 100  $Lg\# mL^{-1}$  三乙磷酸铝标准溶液进样, 记录相对保留时间。测定三乙磷酸铝阴离子与其他常见的 7 种阴离子分离情况。

## 1.6 三乙磷酸铝离子色谱分析标准曲线的绘制

### 1.6.1 三乙磷酸铝离子色谱常量分析用标准曲线的绘制

用三乙磷酸铝标准储备液配制各种标准溶液 (25, 50, 75, 100, 125, 150, 175, 200  $Lg\# mL^{-1}$ ), 在 1. 4. 2. 2(2) 测定条件下进行分析, 以  $A_{标}/A_{内}$  为纵坐标,  $m_{标}/m_{内}$  为横坐标, 绘制三乙磷酸铝常量分析标准曲线。

### 1.6.2 三乙磷酸铝离子色谱痕量分析用标准曲线的绘制及检出限

配制三乙磷酸铝标准溶液 (01 1, 01 2, 01 4, 01 6, 01 8, 11 0, 11 2, 11 4, 11 6, 11 8, 21 0  $Lg\# mL^{-1}$ ), 由低浓度到高浓度依次进样, 外标法测定, 其它条件同 1. 4. 2. 2(2), 以响应值峰面积为纵坐标, 进样量为横坐标, 绘制三乙磷酸铝痕量分析标准曲线。

配制 01 05, 01 1, 01 2  $Lg\# mL^{-1}$  的三乙磷酸铝标准溶液, 按 1. 4. 2. 2(2) 条件进行测定, 获得检出限并计算最低检出浓度<sup>[8]</sup>。

### 1.7 三乙磷酸铝离子色谱分析方法的准确度和精密度

称取 01 05 g 或 01 1 g 三乙磷酸铝标准品分别与 01 05 g 80% 三乙磷酸铝可湿性粉剂 (均精确至 01 000 2 g) 混合, 加入到同 100 mL 容量瓶中, 加二级水溶解后 (放置过夜), 定容, 余同 1. 4. 2. 3, 5 次重复用于准确度实验。

称取 01 1g (精确至 01 000 2 g) 80% 三乙磷酸铝可湿性粉剂, 二级水溶解 (放置过夜), 定容到 100 mL, 余同 1. 4. 2. 3, 重复 5 次用于精密度实验。

### 1.8 两种分析方法对比测定 80% 三乙磷酸铝可湿性粉剂

采用碘量法 (同 1. 4. 1)、离子色谱法测定 (同 1. 4. 2. 2(2)) 测定同一 80% 三乙磷酸铝可湿性粉剂样品, 5 次重复。对测定结果进行比较分析。

## 2 结果与讨论

### 2.1 纯化后样品中三乙磷酸铝及杂质含量测定

纯化后各种样品中三乙磷酸铝及杂质含量测定结果见表 1。

表 1 碘量法和离子色谱法测定各种三乙磷酸铝样品的结果

Table 1 Determined results of various fosetylAl samples by iodimetry and IC

样品	w(三乙磷酸铝)/%								w(杂质)			
	碘量法测定				离子色谱法测定				(以硫酸铝计)/%			
	$\bar{N}$	$\bar{0}$	$\bar{0}$	X	$\bar{N}$	$\bar{0}$	$\bar{0}$	X	$\bar{N}$	$\bar{0}$	$\bar{0}$	X
原药	93.9	93.8	93.7	93.8	93.2	92.9	93.1	93.1	3.2	3.8	3.8	3.6
一次水洗样品	96.6	96.3	97.1	96.7	97.7	97.3	97.5	97.5	1.5	1.5	1.4	1.5
二次水洗样品	97.7	97.6	97.5	97.6	98.0	98.7	98.1	98.3	1.2	1.4	1.2	1.3
三次水洗样品	99.9	99.7	99.3	99.6	99.5	100	99.4	99.6	0.2	0.5	0.1	0.3
水析出样品	99.1	99.4	99.2	99.2	100	99.8	99.4	99.7	0.7	0.6	0.7	0.7

由表1可知,三乙磷酸铝原药通过三次水洗含量在逐步升高,折算成硫酸铝的杂质含量同步降低;各种样品过滤液中硫酸根离子的浓度也在相应明显降低;三次水洗样品和水析出样品中三乙磷酸铝的质量分数都在99%以上,由此可以得出,用二级水对三乙磷酸铝原药三次洗涤的纯化方法比较有效。三乙磷酸铝的溶解度与温度的升高没有明显的正相关,获得的热滤液恢复到常温时无结晶析出。同时,水浴温度过高,浓缩时间过长,容易导致三乙磷酸铝分解但是通过减压旋转浓缩滤液,可以得到析出物。本实验的三次水洗后总回收率约15%,回收率较低,不适用于三乙磷酸铝原药的工业化规模提纯。

## 2.2 常见阴离子与乙基磷酸根离子的分离

三乙磷酸铝样品中可能存在常见的阴离子,因此要明确它们是否存在及对定量可能带来的影响。实测分离结果,在AS14柱上三乙磷酸铝阴离子与Cl<sup>-</sup>分离不开;在AS9柱上三乙磷酸铝阴离子与F<sup>-</sup>有部分重叠,分离不好。Cl<sup>-</sup>的干扰较大,不但三乙磷酸铝样品中含有,而且二级水中也有痕量存在,因此宜采用AS9柱建立分析方法,从而克服了Cl<sup>-</sup>对定量的影响。AS14柱则可用于对三乙磷酸铝样品中F<sup>-</sup>含量的确证。

## 2.3 乙基磷酸根离子保留时间与淋洗液浓度

乙基磷酸根离子的保留时间与淋洗液的稀释倍数成线性关系。随着淋洗液浓度的降低,保留时间逐渐延长,色谱峰拓宽,峰面积基本保持不变。改变淋洗液的浓度对乙基磷酸根离子与氯离子的分离没有太大的改善。

## 2.4 三乙磷酸铝离子色谱分析的标准曲线

### 2.4.1 三乙磷酸铝常量分析的标准曲线

由进样量(0~5 Lg)对应峰面积计算可得常量分析标准曲线方程为 $Y = 0.0082 + 0.6325X$ ,  $r = 0.9969$ 。

### 2.4.2 三乙磷酸铝痕量分析标准曲线及检出限

由进样量(0~200 ng)对应的峰面积计算可得痕量分析用标准曲线方程为 $Y = 928X - 3592$ , 相关系数 $r = 0.9957$ 。测得三乙磷酸铝的检出限为10 ng(进样浓度0.1 Lg # mL<sup>-1</sup>),根据农药残留分析最低检出浓度计算公式和常规前处理方法推算,在食用样品中三乙磷酸铝的最低检出浓度可达0.02 mg # kg<sup>-1</sup>,能够满足残留分析的一般要求(法国规定在瓜类、草莓、葡萄上的三乙磷酸铝最大残留限量为5 mg # kg<sup>-1</sup>),测定方

法有实用价值。

## 2.5 三乙磷酸铝常量分析准确度和精密度测定

由于离子色谱分析时间周期较长,有必要建立内标分析方法,这样有利于提高分析数据的准确度和精密度。添加0.05 g水平的回收率分别为99.7%, 100.0%, 100.3%, 101.0%, 99.7%, 平均回收率100.1%;添加0.1 g水平的回收率分别为100.2%, 100.5%, 99.8%, 100.8%, 99.6%, 平均回收率100.2%;精密度测定的5个样品的三乙磷酸铝的质量分数为80.4%, 80.9%, 80.7%, 80.3%, 80.4%, 计算得相对标准偏差RSD 0.31%,这些数据表明测定方法的准确度和精密度符合常量分析要求。

## 2.6 三乙磷酸铝可湿性粉剂的测定

对80%三乙磷酸铝可湿性粉剂的测定结果见表2。由表2可看出,离子色谱法平均测定结果略低于碘量法,二者之间无显著差异。这些数据表明,离子色谱法可以用于三乙磷酸铝制剂的定量测定。

表2 碘量法和离子色谱法测定三乙磷酸铝可湿性粉剂的质量分数

Table 2 The contents of fosetylAl wettable powders by iodimetry and IC

样品	重复次数	碘量法		离子色谱法	
		测定结果/%	(X) %	测定结果/%	(X) %
80% 可湿性粉剂	1	81.0		80.1	
	2	80.7		80.0	
	3	80.5	80.9	80.5	80.3
	4	80.8		80.1	
	5	81.5		80.8	

## 3 结论

(1)本工作建立的对以含硫酸盐为主要杂质的国产三乙磷酸铝原药的三次二级水水洗的纯化方法,可以用于实验室色谱分析纯品的制备。没有必要采用水析出的方法纯化三乙磷酸铝原药。采用碘量法或标准品比对法可以对其准确定值。

(2)本工作建立的Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>溶液为淋洗液,AS9离子色谱柱,电导检测器内标法适用于三乙磷酸铝原药、制剂甚至混剂的常量分析,方法的准确度高,重现性好,可探讨制定企业或行业标准。采用离子色谱法直接测定三乙磷酸铝在作物上的残留量也具有实际意义。

(下转第209页)

别为 95%、95% 和 104.2%, 表明本方法准确、灵敏度高、重现性好。

### 3 结论

利用毛细管电泳电化学检测法分离并检测了多巴胺、肾上腺素和抗坏血酸。最佳检测条件:  $17 \text{ mmol} \cdot \text{L}^{-1} \text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  缓冲液, pH 为 9.04, 分离电压 10 kV。在最佳条件下, DA、EP、Vc 的检测限分别为  $11.2 \times 10^{-7} \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ,  $11.7 \times 10^{-7} \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$  和  $11.4 \times 10^{-7} \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。

### 参考文献

- [1] Sun W, Yang M X, Jiao K. Electrocatalytic oxidation of dopamine at an ionic liquid modified carbon paste electrode and its analytical application[J]. Anal Bioanal Chem, 2007, 389: 1283-1291.
- [2] Li Nianbing, Ren Wang, Lou Hongqun. Caffeic acid modified glassy carbon electrode for the simultaneous determination of epinephrine and dopamine[J]. Electroanalysis, 2007, 19: 1496-1502.
- [3] Li Jing, Lin Xiangqin. Electrodeposition of gold nanoclusters on overoxidized polypyrrole film modified glassy carbon electrode and its application for the simultaneous determination of epinephrine and uric acid under coexistence of ascorbic acid[J]. Anal Chim Acta, 2007, 596: 222-230.
- [4] Jeyalakshmi S R, Kumar S S, Mathiyarasu J, et al. Simultaneous determination of ascorbic acid, dopamine and uric acid using PEDOT polymer modified electrodes[J]. Indian Journal of Chemistry Section A: Inorganic Physical Theoretical & Analytical Chemistry, 2007, 46: 952-961.
- [5] Manuel Chicharro, Alberto Sanchez, Esperanza Bermejo, et al. Carbon nanotubes paste electrodes as new detectors for capillary electrophoresis[J]. Anal Chim Acta, 2005, 543: 82-91.
- [6] 李峰, 朱果逸. 铬(Ⅵ)过氧化氢喹米诺化学发光法测定痕量

抗坏血酸[J]. 分析化学, 2002, 30(5): 582-582.

- [7] 李峰, 张文艳, 朱果逸. 流动注射化学发光抑制法测定抗坏血酸[J]. 分析化学, 2000, 28(12): 1523-1526.
- [8] Yao Hong, Sun Yuanyuan, Lin Xinhua, et al. Selective determination of epinephrine in the presence of ascorbic acid and uric acid by electrocatalytic oxidation at poly(erythrochrome black T) film modified glassy carbon electrode[J]. Anal Sciences, 2007, 23: 672-682.
- [9] 马伟, 孙登明. 聚 L 精氨酸修饰电极存在下同时测定多巴胺和肾上腺素[J]. 分析化学研究报告, 2007, 35: 66-70.
- [10] Yogeswaran Umashankar, Thiagarajan Soundappan, Chen Shenming. Nanocomposite of functional multiwall carbon nanotubes with nafion, nano platinum, and nano biosensing film for simultaneous determination of ascorbic acid, epinephrine, and uric acid[J]. Anal Biochem, 2007, 365: 122.
- [11] 孙元喜, 冷保献, 周性尧. 聚中性红膜修饰电极上神经递质的电化行为及应用[J]. 分析化学, 1998, 26(2): 166-169.
- [12] Sun Xuemei, Jin Wenrui, Li Dong, et al. Measurement of alkaline phosphatase isoenzymes in individual mouse bone marrow fibroblast cells based on capillary electrophoresis with on-line capillary enzyme-catalyzed reaction and electrochemical detection[J]. Electrophoresis, 2004, 25: 1862-1866.
- [13] Gao Ning, Wang Wenlei, Zhang Xiaoli, et al. High throughput single-cell analysis for enzyme activity without cytolysis[J]. Anal Chem, 2006, 78: 3213-3220.
- [14] 刘继锋, 杨秀荣, 汪永康. 毛细管电泳安培检测技术进展[J]. 分析化学, 2002, 30(6): 748-753.
- [15] Jin Wenrui, Weng Qianfeng, Wu Jianren. Determination of bovine serum albumin by capillary zone electrophoresis with on-line column amperometric detection at the carbon fiber microdisk array electrode[J]. Anal Chim Acta, 1997, 342: 67.
- [16] Jin Wenrui, Yu Daqing, Dong Qian, et al. A new method of quantification of pipemidic acid by capillary zone electrophoresis with on-line column amperometric detection[J]. Electrophoresis, 2000, 21: 925-929.

(上接第 203 页)

### 参考文献

- [1] 国家经济贸易委员会. HG 3296-2001 三乙磷酸铝原药[S]. 北京: 中国标准出版社, 2001.
- [2] 国家经济贸易委员会. HG 3297-2001 三乙磷酸铝可湿性粉剂[S]. 北京: 中国标准出版社, 2001.
- [3] 王仪, 郑斐能. 代森锰锌或福双美与三乙磷酸铝混合可湿性粉剂中三乙磷酸铝的测定[J]. 农药, 1991, 30(6): 22.
- [4] 巩莹, 古耘, 刘吉华, 等. 络合滴定测定三乙磷酸铝含量[J]. 河南化工, 1998(4): 252-26.
- [5] 范志先, 宋述尧, 马凡如, 等. 三乙磷酸铝及其与代森锰锌混

剂的顶空气相色谱分析方法[J]. 色谱, 1993, 11(5): 282-287.

- [6] Ouomette D G, Coffey M D. Quantitative analysis of organic phosphonates, phosphonate, and other inorganic anions in plants and soil by using high performance ion chromatography[J]. Phytopathology, 1988, 78(9): 1150-1155.
- [7] Giordano R, Ciaralli L, Ciprotti M, et al. Applicability of high performance ion chromatography (HPIC) to the determination of fosetylaluminum in commercial formulations[J]. Microchemical Journal, 1995, 52: 68-76.
- [8] 农业部农药检定所. 农药残留量实用检测方法手册(1)[M]. 北京: 中国农业出版社, 1995.