

# 烟草抑芽剂残留检测技术研究进展

艾小勇<sup>1,2</sup>, 张峰<sup>1\*</sup>, 原保忠<sup>2</sup>, 任志琴<sup>1,3</sup>, 付体鹏<sup>1</sup>, 许成保<sup>1</sup>

(1. 中国检验检疫科学研究院, 北京 100123; 2. 华中农业大学, 武汉 430070; 3. 河北农业大学, 保定 071001)

**摘要:** 随着人们对烟草危害的关注与日俱增, 烟草中有害物质的残留也成为了科研工作者研究的重点之一。抑芽剂是烟草生产中广泛应用的控制烟草腋芽的植物生长调节剂, 相比于人工去芽, 抑芽剂会在抑芽的同时残留在烟草的叶片当中, 具有一定的危害, 因此加强对烟草抑芽剂残留的检测技术开发非常必要。本文概述了近几年来烟草抑芽剂的检测技术, 较为全面地阐述了烟草中抑芽剂残留的样品前处理技术和检测技术进展, 展望了烟草抑芽剂残留的检测技术发展趋势。

**关键词:** 抑芽剂; 烟草; 前处理技术; 检测技术

## Progress in the analysis technique of sucker controlling agent residue on tobacco

AI Xiao-Yong<sup>1,2</sup>, ZHANG Feng<sup>1\*</sup>, YUAN Bao-Zhong<sup>2</sup>, REN Zhi-Qin<sup>1</sup>, FU Ti-Peng<sup>1</sup>, XU Cheng-Bao<sup>1</sup>

(1. Institute of Tobacco Safety and Control, Chinese Academy of Inspection and Quarantine, Beijing 100123, China;  
2. Huazhong Agricultural University, Wuhan 430070, China)

**ABSTRACT:** Due to the people pay attention to pesticide residues in tobacco increasing, residues of harmful pesticide on tobacco become a key that the researcher studied. The sucker controlling agent is a plant growth regulator of widespread used, which can control the growth of lateral bud. Compare with manual removal, the sucker controlling agent will residues in tobacco leaves and is harmful. It is necessary to strengthen the study and the detection techniques on tobacco inhibitor. In this paper, we described the methods of sample pre-treatment and detection of pesticide residues on tobacco in recent years and put forward the development trend in the sucker controlling agent residues on tobacco determination in future.

**KEY WORDS:** sucker controlling agent; tobacco; pre-treatment; determination technique

烟草是以收获叶片为主的经济作物, 因此要保证烟叶的质量和产量, 必须进行打顶、抹杈。长期以来, 人工抹杈是生产中的主要抑芽措施, 但是人工抹杈费时、费工, 又可能造成病原菌从伤口入侵, 造成病害。烟草抑芽剂具有省工、省时、高效、减少病害

的显著特点, 我国各烟区正在大力研究推广化学抑芽的技术。

目前, 烟草抑芽剂的种类主要有马来酰肼、仲丁灵、氟节胺、二甲戊乐灵等。1997年美国环境保护机构提出了马来酰肼对人畜有致癌特性、诱变特性和

基金项目: 质检公益行业专项(201310134)、国家重大仪器设备开发专项(2012YQ14000806)

**Fund:** Supported by the Special Scientific Research Fund of Public Welfare Quality Inspection, China (201310134), and the National Key Scientific Instrument and Equipment Development Projects, China (2012YQ14000806)

\*通讯作者: 张峰, 博士, 研究员, 主要研究方向为色谱质谱在食品安全中的应用。E-mail: fengzhang@126.com

\*Corresponding author: ZHANG Feng, Doctor, Professor, Application of chromatography mass spectrometry in food safety, No. 3, Gaobeidian Road, Chaoyang District, Beijing 100123, China. E-mail: fengzhang@126.com

增殖反应,但是目前马来酰肼仍在一些国家广泛应用。我国在近年来的烟叶出口贸易中就出现了抑芽剂超标而退货的事件<sup>[1]</sup>。到目前为止,世界上许多国家都制定了涵盖烟草和烟草制品在内的各类农产品的最大残留量(MRLs)。在2013年7月,国际烟草科学研究合作中心(CORESTA)农用化学品咨询委员会(ACAC)提出了120种农药的指导性残留限量(GRLs)。2013年3月,中国烟叶公司制定了《2013年度烟草农药使用推荐意见》,其中马来酰肼、仲丁灵、氟节胺、二甲戊乐灵仍是被推荐的烟草抑芽剂。目前,对于烟草和烟草制品来说,抑芽剂残留的检测方法报道还不是很多,其中分析的对象主要集中在马来酰肼、仲丁灵、氟节胺、二甲戊乐灵等抑芽剂,下面就对烟草和烟草制品中抑芽剂残留的样品前处理技术和检测技术分别进行综述。

## 1 样品前处理技术

在残留分析中,样品前处理要求尽量完全提取需要的待测组分,而且还要尽可能地去除杂质,减少杂质对实验结果的干扰,保证实验结果的重现性、可靠性和准确性。在烟草抑芽剂的残留分析中,样品的预处理包括提取、净化和浓缩。

### 1.1 烟草抑芽剂的提取方法

前处理中的提取就是根据目标物的性质、样品种类和基质的复杂程度,选用适当的有机溶剂和恰当的方法,从试样中分离出目标物。常用的提取方法主要有索氏提取法、浸渍漂洗法、超声波法和振荡提取方法,其中,索氏提取法、浸渍漂洗法是完全提取,缺点是干扰物质多,操作繁琐。因此,发展简单、有效、快速的样品前处理方法十分必要。随着科技的不断发展,一些新的方法应运而生,目前发展较快的提取方法主要是超声波法(USE)、微波辅助萃取法(MAE)、加速溶剂萃取(ASE)、超临界流体萃取(SFE)、固相萃取(SPE)、固相微萃取(SMPE)、基质固相分散萃取(MSPDE)、搅动棒吸附萃取法(SBSE)、分散固相萃取(D-SPE)等。

#### 1.1.1 加速溶剂萃取(ASE)

加速溶剂萃取是由Richter等<sup>[2]</sup>提出了一种全新的萃取方法—加速溶剂萃取(accelerated solvent extraction, ASE)。该方法与传统的萃取方法相比较,ASE具有自动化程度高、有机溶剂用量少(1 g样品仅

需要1.5 mL溶剂)、萃取时间短(一般为15 min)和萃取效率高突出特点。加速溶剂萃取是通过升高压力(1000~3000 psi或10.3~20.6 Mpa)和提高温度(50~200 °C)来增加物质在提取溶剂中的溶质扩散效应和溶解度效应,提高萃取效率<sup>[3]</sup>。该方法已经被美国环保局(USEPA)选定为推荐的标准方法(标准编号3545)<sup>[4]</sup>,该方法已经成为样品前处理最佳方式之一。边照阳等<sup>[5]</sup>在测定烟草中抑芽剂的方法中,用正己烷做萃取溶剂,80 °C萃取温度和10 MPa萃取压力下成功的运用ASE技术,提取到了目标物。

#### 1.1.2 超声萃取(USE)

超声萃取(ultrasound extraction)技术是近年来较常用的技术之一,与其它常规技术相比,超声萃取技术具有高效、廉价、快速、安全的优点。超声萃取对溶剂和目标萃取物的性质(如极性)关系不大,可供选择的萃取溶剂种类多,目标萃取物的范围广泛<sup>[6]</sup>。空化效应是超声对样品进行强化萃取的最主要原因,因为在液体中存在的微小气泡,在超声场的作用下被激活,其动力学过程为泡核的形成、振荡、生长、收缩甚至有的崩溃等,连带引发的物理和化学效应使植物细胞组织变形、破裂,从而使细胞内含物释放出来<sup>[7]</sup>。廖雅桦等<sup>[8]</sup>在烟草粉末中,用V(乙酸乙酯):V(环己烷)=1:1作为萃取液,超声萃取30 min,然后通过GPC净化,经过检测,回收率达到了86.2%~108.4%。

#### 1.1.3 分散固相萃取(D-SPE)

从样品前处理方法而言,目前的多农药残留检测方法普遍存在着诸如操作麻烦、过程复杂、净化效果不够理想、不适合农药类型或者基质种类有限的缺陷<sup>[9]</sup>。2003年,有美国农业部农业研究服务中心的Anastassiade等<sup>[10]</sup>开发出了一种价格低廉、快速、方便的预处理方法来实现高质量的农药残留分析方法QuEChERS法,是一种常用的分散固相萃取方法。楼小华等<sup>[11]</sup>在分析烟草农药残留时候,运用QuEChERS方法,以乙腈为萃取溶剂,涡旋振荡后加入4 g无水硫酸镁+1 g氯化钠+1 g柠檬酸钠+0.5 g柠檬酸氢二钠和5 mL甲苯涡旋振荡,高速离心后吸取上清液加入净化试剂(500 mg无水硫酸镁+150 mg N-丙基乙二胺键合固相吸附剂,PSA),涡旋振荡后取上清液,待GC-MS/MS检测,回收率在67.4%~112.0%。Lee等<sup>[12]</sup>分别比较了液液萃取(LLE)、加压液体萃取(PLE)和QuEChERS三种萃取方法,其中运用

QuEChERS 方法的回收率(70.9%~120.1%)和精密度(0.7%~18.9%)均高于其他两种方法。

## 1.2 烟草抑芽剂的净化方法

样品经过处理之后,对得到的萃取溶液,在上样之前需要净化来最大可能地消除基质效应的影响,以免影响检测结果的精确度和灵敏度,烟草中含有大量的多糖、色素、脂肪等大分子组分的复杂基质,因此净化的程度对检测结果的影响很大,常用的净化方法主要有液液萃取、凝胶渗透色谱法和固相萃取。其中最常用的方法是液液萃取,但是需要使用大量的溶剂,而且在浓缩过程中容易造成检测物质的损失。固相萃取和凝胶渗透色谱方法是最近几年发展较快的方法,实际应用比较广泛。

### 1.2.1 凝胶渗透色谱法(GPC)

凝胶渗透色谱技术是通过具有分子筛效应的凝胶,根据溶质的不同分子量使其分离,该技术是20世纪70年代发展起来的一种净化方式。GPC分离样品的过程是一个物理过程,能够很好地分离蛋白质、色素、脂肪等大分子物质和农药等小分子物质。并且GPC的有机溶剂消耗量正随着柱子的发展而减少,操作简单,分析误差小<sup>[13]</sup>,但是对于分子大小相同的混合物不易分离。廖雅桦等<sup>[8]</sup>用GPC方法,以V(乙酸乙酯):V(环己烷)=1:1为流动相,中性、多孔的聚苯乙烯二乙烯基苯微球体的S-X3玻璃柱作为净化柱,流速为5 mL/min,达到了将杂质组分和目标药物组分分离的目的。

### 1.2.2 固相萃取(SPE)

固相萃取是利用固体吸附剂将样品中的目标化合物吸附,然后用有机溶剂洗脱,达到提取的目的。固相萃取具有以下特点:(1)试剂用量少,环境污染小;(2)不产生乳化现象;(3)简化了样品的处理过程;能够提供自动化可能<sup>[14]</sup>。一般溶剂大约只有液液分配的10%,分析时间只需要10 min左右,填料一般有硅胶、C<sub>8</sub>、C<sub>18</sub>、腈基、氨基、苯基、吸附树脂等。吴娜等<sup>[15]</sup>检测卷烟烟气总粒相物中氟节胺含量,用石墨碳黑固相萃取柱进行净化,回收率达到了94%~100%。

## 2 烟草抑芽剂残留的检测技术

烟草抑芽剂检测技术一般有气相色谱法(GC)、气相色谱质谱法(GC-MS)、气相色谱三重四极杆质谱

法(GC-MS/MS)、全二维气相色谱飞行时间质谱法(GC×GC-TOF)、液相色谱法(HPLC)、液相色谱三重四极杆法(HPLC-MS/MS)等。

### 2.1 气相色谱

气相色谱法是一种传统的分析方法,利用试样中各组分分配系数不同,被气化的试样在色谱柱中经过一定柱子后被相互分开,在农药残留分析中,通过从填充柱到毛细管柱的发展,气相色谱已经具有高性能的分离效果,由于弹性石英毛细管柱的出现,不仅精密度和准确度有了提高,而且也增大了进样量,提高了灵敏度。边照阳等<sup>[5]</sup>用气相色谱测定烟草中抑芽剂残留,测得的样品回收率为90.0%~98.1%,检测限为0.003~0.006 μg/g。2011年我国烟草行业颁布了标准YC/T 405《烟草及烟草制品多种农药残留量的测定》<sup>[16]</sup>,其中第3部分是关于气相色谱质谱联用和气相色谱法的应用。郟凤华等<sup>[17]</sup>用气相色谱法测定了植烟土壤及烟叶中仲丁灵残留,采用超声振荡方法萃取,在烟叶中的检出限达到了8 μg/kg。周恩来等<sup>[18]</sup>采用旋转蒸发法提取,气相色谱检测烟叶中仲丁灵残留,RSD在5.5%~10.3%之间,可用于烟叶中抑芽剂残留的快速分析测定。

### 2.2 气相色谱质谱法

气相色谱质谱法是将气相色谱仪和质谱仪串联成一个整机的检测技术,气相色谱具有高效的分离性能,质谱仪能准确地鉴定化合物的化学结构,联用可以达到同时定性和定量的效果。张洪非等<sup>[19]</sup>在用GC-MS检测卷烟燃烧过程中马来酰肼的残留,分别测定了主流烟气、测流烟气、烟蒂和烟灰中马来酰肼的残留,得到平均回收率在83%~94%之间,相对标准偏差RSD的平均值在3.8%~5.8%之间。

质谱技术已经成为一种重要的现代分析鉴定技术。三重四极杆质谱,采用了在空间上串联四极杆四极杆分析器,对选择离子分析具有较高灵敏度,应用广泛<sup>[20]</sup>。普通的单四极杆四极杆GC-MS虽然有选择离子检测功能,但对相同类型农药组分仍要求有较高的分离度,而三重四极杆串联质谱则因为具有高通量离子传输性能和碰撞室零串扰技术特点,对重叠组分选择其特征子离子进行定性,有效解决了干扰问题<sup>[21]</sup>。Haib等<sup>[22]</sup>通过GC-MS/MS,加压液体萃取和自动固相萃取分析了烟草中抑芽剂的残留。陈晓水等<sup>[23]</sup>用气相色谱-串联质谱技术分析烟草中抑芽剂

残留, RSD 为 1.79%~19.88%, 满足烟草残留检测工作的要求。

### 2.3 液相色谱法

在液相色谱中, 采用高压泵输送流动相, 使用颗粒十分细的高效固定相, 全部工作通过仪器来完成, 这种色谱称为高效液相色谱(HPLC)<sup>[24]</sup>。它是在经典液相色谱基础上发展起来的, 高效液相色谱法是在高压条件下溶质在流动相和固定相之间进行的一种连续多次交换的过程, 它借溶质在两相间吸附力、亲和力、分子大小和分配系数不同引起排阻作用的差别使不同溶质得以分离<sup>[25]</sup>。液相色谱常用的检测器为荧光检测器和紫外吸收装置, 蒸发光散射检测器和二极管阵列检测器的应用也很大的推动了液相色谱在农药残留检测上的应用。张洪非等<sup>[26]</sup>HPLC 法测定烟草及烟草制品中抑芽剂马来酰肼残留, 该方法的检出限为 0.33  $\mu\text{g/g}$ , 定量限为 1.0  $\mu\text{g/g}$ 。孙福生等<sup>[27]</sup>采用基质固相分散-反相液相色谱法测定蔬菜中二甲戊乐灵农药残留, RSD 在 2.2%~5.2%之间。裴明黎等<sup>[28]</sup>采用高效液相色谱法测定马铃薯中马来酰肼的残留, 超声振荡萃取, RSD 小于 2%。

### 2.4 液相色谱-质谱法

液相色谱常用的检测器为紫外检测器(UVD)、二极管阵列检测器(DAD)、荧光检测器(FD), 同样质谱检测器(MS)的应用为液相色谱开辟新天地。LC-MS 主要难点是接口问题, 因为 MS 需要在高真空条件下工作, 直到最近十几年来才攻克这一技术难题, 使得应用越来越广泛。过去对农药残留的检测一般采用气相色谱-质谱法, 但并不适用于热不稳定或难挥发的农药, 只有 20%左右的样品可以不必经过预处理而能够得到满意的分离效果, 多数情况下需要经过适当的预处理或者衍生化, 而 HPLC 是分离分析热不稳定和难挥发性化合物的有效方法, 因此目前使用的许多农药以及它们的降解产物只能采用液相方法分离<sup>[29-30]</sup>。廖雅桦等<sup>[8]</sup>凝胶渗透色谱-高效液相色谱-串联质谱法同时测定烟草中 3 种抑芽剂残留, 该方法的检测限在 0.01~0.06  $\mu\text{g/g}$  之间。阮丽萍等<sup>[31]</sup>采用 HPLC-MS/MS 方法同时测定花生中的马来酰肼和丁酰肼, 精密度、回收率和定量限均能满足农药残留分析的要求。

### 2.5 二维气相色谱-质谱法

1991 年, Liu 和 Phillips 利用以前在快速气相色谱中用的调制器开发出全二维气相色谱(GC×GC), 同年 Phillips 开始对 GC×GC 进行研究, 攻克了许多技术难题, 使该技术逐步走向成熟<sup>[32]</sup>。全二维色谱技术是在传统二维技术的基础上发展起来的新技术, 具有分辨率高、峰容量大、瓦片效应和族分离等特点<sup>[33]</sup>。烟草是一个复杂的化学体系, 成分极其复杂, 全二维气相色谱/飞行时间质谱联用 (GC×GC/TOF-MS) 技术对烟草中的挥发性及半挥发性有机酸类、碱性化合物以及中性化合物的化学组成研究有重要的意义。Cochran 等<sup>[34]</sup>用二维气相色谱-飞行时间质谱法测定农药在烟草农药残留取得了很好的效果。

### 2.6 超临界流体色谱

超临界流体色谱兼有气相色谱和液相色谱的特点, 它既可以分析气相色谱不适应的低挥发性、高沸点的样品, 又比高效液相色谱有更快的分析速度<sup>[35]</sup>。目前应用最广泛的流动相是超临界流体  $\text{CO}_2$ , 它最大的不足是不能洗脱极性化合物, 加入少量的极性改性剂可以提高其溶剂化能力, 如甲醇、异丙醇、乙腈和乙醇等<sup>[36-37]</sup>。超临界流体萃取与传统的萃取方法相比, 具有高效、快速、环境污染小、选择性好、应用范围广、费用低廉、节约人力等优点, 因此在食品农药残留分析中有极大的优越性<sup>[38]</sup>。

### 2.7 毛细管电泳

毛细管电泳(capillary electrophoresis, CE)是一种现代微柱分离技术与经典电泳技术有机结合的一种新兴高效分离技术, 毛细管电泳液相分离分析技术从上个世纪 80 年代开始迅速崛起, 因其具有成本低、所需样品少、分离效率高、分离模式多等特点, 其中不同的分离模式之间没有之间关联但是又可以相互补充, 对于分析复杂样品有重要的意义, 已经在食品药品分析领域得到了广泛的应用<sup>[39,40]</sup>。具有较好灵敏度高效液相色谱法是使用较多的一类分析手段, 但运行成本较高, 近年来, 绿色高效的毛细管电泳逐渐用于食品药物残留的分离分析, 并显出极大潜力<sup>[41]</sup>。毛细管电泳是一种在毛细管内填充、涂布或者键合色谱固定相, 用电渗流作为驱动力的分离模式<sup>[42]</sup>。毛细管电泳利用液体介质中的带电粒子在电场作用下迁移速度不同而进行分离, 它具有高分离度、高灵敏度、样品用量少和分析速度快等特点<sup>[43]</sup>。毛细管电

泳按毛细管内分离介质和分离原理的不同主要分为: 毛细管区带电泳(CZE); 毛细管凝胶电泳(CGGE); 毛细管胶束电动色谱(MECC); 毛细管等速电泳(CITP); 毛细管等电聚焦 (CIEF)<sup>[44]</sup>。

## 2.8 免疫检测技术

免疫分析是基于抗原抗体特异性识别和结合反应为基础来获得定性或者定量结果的微量检测方法。免疫化学技术将化学合成、生物技术与传统物化测试手段有机地结合起来, 对样本中超微量小分子化合物进行定性定量检测, 具有特异、准确、灵敏、快速、方便、廉价和适合现场测定等特点, 目前该方法广泛应用于食品中农药、抗生素等残留的检测, 是现在最有发展前景的检测技术之一<sup>[45,46]</sup>。常规的农药残留分析方法如液相色谱、气相色谱、质谱法等, 均存在着前处理步骤繁琐、分析周期长、仪器设备昂贵、仪器操作复杂等问题<sup>[47]</sup>。自从 Wing 等<sup>[48]</sup> (1978) 研究制备了丙烯菊酯抗体, 建立了拟除虫菊酯类免疫分析检测方法以来, 越来越多的农药残留免疫分析技术开发成功, 特别以酶联免疫吸附法技术最为突出。因此, 免疫分析近年来愈来愈受到重视, 成为现代农药残留的重要检测技术。

## 3 烟草抑芽剂残留检测技术发展趋势

随着烟草中的农药残留日益得到关注, 国际上将近 30 个国家对卷烟和烟叶中残留最高限量做了规定, 并趋严格。可以预见, 为了提高分析检测的通量, 抑芽剂残留分析将从单残留检测方法向多残留检测方法发展; 由于烟草基质复杂, 研究人员将开发更加快速、简单、高效的前处理萃取方法; 随着农药残留限量的愈发严格, 为提高检测的灵敏度, 烟草抑芽剂残留检测将从液相色谱、气相色谱法检测发展为液质联用、气质联用法; 而由于大田的烟叶抑芽剂检测需要快速方便的实时监控技术, 因此, 现场检测技术也是抑芽剂残留检测技术的发展趋势。

### 参考文献

- [1] 刘勇, 周冀衡. 烤烟农药残留的来源分析及解决方案[J]. 作物研究, 2009, S1: 167-171.  
Liu Y, Zhou JH. Analysis of the source of pesticide residues in the flue-cured tobacco and solution [J]. Crop Res, 2009, S1: 167-171.
- [2] Richter BE, Ezzell JL, Felix D, *et al.* An Accelerated Solvent Extraction System for the Rapid Preparation of Environmental Organic Compounds in soil [J]. Am Lab, 1995, 27(4): 24-28.
- [3] Richter BE, Jones BA, Ezzell JL, *et al.* ASE: A Technique for Sample Preparation [J]. Anal Chem, 1996, (68): 1033-1039.
- [4] Test Methods for Evaluating Solid Waste, Method 3545.U.S.EPA SW 846.3rd.Update III,U.S. GPO, Washington DC: July,1995.
- [5] 边照阳, 唐纲岭, 张洪非, 等. 烟草中 6 种二硝基苯胺类农药残留量的测定[J]. 烟草科技, 2010, 08: 50-54.  
Bian ZY, Tang GL, Zhang HF, *et al.* Determination of Residues of Six 2, 6-Dinitroaniline Pesticides in Tobacco[J]. Tobacco Sci Technol, 2010, 08: 50-54.
- [6] 张斌, 许莉勇. 超声萃取技术研究与应用进展[J]. 浙江工业大学学报, 2008, 05: 558-561.  
Zhang B, Xu LY. Research and application advance of ultrasound extraction[J]. J Zhejiang Univ Technol, 2008, 05: 558-561.
- [7] Suslick KS, Hammerton DA, Cline RE. The sonochemical hot spot [J]. J Am Chem Soc, 1986, 108: 5641-5642.
- [8] 廖雅桦, 蒋腊梅, 穆小丽, 等. 凝胶渗透色谱-高效液相色谱-串联质谱法同时测定烟草中 3 种抑芽剂残留[J]. 分析实验室, 2010, 01: 72-75.  
Liao YH, Jiang LM, Mu XL, *et al.* Determination of 3 kinds of suckercide residues in tobacco by GPC and HPLC-MS/MS[J]. Chin J Anal Lab, 2010, 01: 72-75.
- [9] 沈伟健, 余可垚, 桂茜雯, 等. 分散固相萃取-气相色谱-串联质谱法测定蔬菜中 107 种农药的残留量[J]. 色谱, 2009, 04: 391-400.  
Shen WJ, Yu KY, Gui QW, *et al.* Determination of 107 pesticide residues in vegetables using off-line dispersive solid-phase extraction and gas chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Chin J Chromatogr, 2009, 04: 391-400.
- [10] Anastassiades M, Lehotay SJ, Stajnbaher D, *et al.* Fast and easy multiresidue method employing acetonitrile extraction/partitioning and dispersive solid-phase extraction for the determination of pesticide residues in produce [J]. J JAOAC Internat, 2003, 86 (2): 412-431
- [11] 楼小华, 高川川, 朱文静, 等. PTV-GC-MS/MS 同时测定烟草中 202 种农药残留[J]. 烟草科技, 2013, 08: 45-57.  
Lou XH, Gao CC, Zhu WJ, *et al.* Simultaneous Determination of 202 Pesticide Residues in Tobacco by PTV-Gas Chromatography Tandem Mass Spectrometry[J]. Tobacco Sci Technol, 2013, 08: 45-57.
- [12] Lee JM, Park JW, Jang GC, *et al.* Comparative study of pesticide multi-residue extraction in tobacco for gas chromatography-triple

- quadrupole mass spectrometry[J]. *J Chromatogr A*, 2008, 1187(1): 25–33.
- [13] 赵子刚, 吕建华, 王建. 凝胶渗透色谱技术在农药残留检测中的应用[J]. *粮油食品科技*, 2010, 02: 47–50.  
Zhao ZG, Lv JH, Wang J. Application of gel permeation chromatography in detecting pesticide residue[J]. *Sci Technol Cereals, Oils Foods*, 2010, 02: 47–50.
- [14] 刘芑岩, 马育松. 固相萃取技术在农药残留分析中的应用[J]. *河北大学学报(自然科学版)*, 2005, 01: 109–115.  
Liu FY, Mu YS. application of Solid phase extraction technology in analysis pesticide residue[J]. *J Hebei Univ (Natural Science Edition)*, 2005, 01: 109–115.
- [15] 吴娜, 天建华, 叶艳青, 等. 卷烟烟气总颗粒物中氟节胺含量的检测方法[J]. *分析测试学报*, 2011, 02: 213–217.  
Wu N, Yao JH, Ye YQ, *et al.* Determination of Amount of the Flumetralin in Total Particulate Matter of Mainstream Cigarette Smoke [J]. *J Instrum Anal*, 2011, 02: 213–217.
- [16] YC/T 405-2010 烟草及烟草制品多种农药残留量的测定[S].  
YC/T 405-2010 Determination of multi-pesticide residues in tobacco and tobacco products [S].
- [17] 郗凤华, 李明. 植烟土壤及烟叶中仲丁灵残留的气相色谱分析[J]. *贵州农业科学*, 2010, 05: 103–105.  
Qie FH, Li M. Determination of Butralin Residue in Soil and Tobacco Leaves by Gas Chromatography[J]. *Guizhou Agric Sci*, 2010, 05: 103–105.
- [18] 周恩荣, 梁有, 任凤莲. 气相色谱法同时测定烟叶中三种农药的残留[J]. *广州化*, 2013, 01: 108–109, 120.  
Zhou ER, Liang Y, Ren FL. Determination of 3 Pesticide Residues in Tobacco by Gas Chromatography[J]. *Guangzhou Chem Ind*, 2013, 01: 108–109, 120.
- [19] 张洪非, 唐纲岭, 楼小华, 等. 马来酰肼残留在卷烟燃烧过程中的转移行为[J]. *烟草科技*, 2012, 11: 60–63.  
Zhang HF, Tang GL, Lou XH, *et al.* Transfer Behavior of Maleic Hydrazide Residue in Cigarette During Smoking[J]. *Tobacco Sci Technol*, 2012, 11: 60–63.
- [20] 吴英婷, 付文卓, 薛冰. 三重四极杆质谱仪的安装应用和维护[J]. *分析仪器*, 2012, 05: 81–83.  
Wu YT, Fu WZ, Xue B. Installation, management and maintenance of triple quadrupole mass spectrometer[J]. *Anal Instrum*, 2012, 05: 81–83.
- [21] 楼小华, 高川川, 朱文静, 等. GC-MS-MS 法同时测定烟草中 113 种有机磷、有机氯及拟除虫菊酯类农药残留[J]. *中国烟草科学*, 2012, 05: 83–89.  
Lou XH, Gao CC, Zhu WJ, *et al.* Simultaneous Determination of 113 Organophosphorus, Organochloride and Synthetic Pyrethroid Pesticide Residues in Tobacco by Using GC-MS-MS[J]. *Chin Tobacco Sci*, 2012, 05: 83–89.
- [22] Haib J, Hofer I, Renaud JM. Analysis of multiple pesticide residues in tobacco using pressurized liquid extraction, automated solid-phase extraction clean-up and gas chromatography–tandem mass spectrometry[J]. *J Chromatogr A*, 2003, 1020(2): 173–187.
- [23] 陈晓水, 边照阳, 唐纲岭, 等. 气相色谱-串联质谱技术分析烟草中的 132 种农药残留[J]. *色谱*, 2012, 10: 1043–1055.  
Chen XS, Bian ZY, Tang GL, *et al.* Determination of 132 pesticide residues in tobacco by gas chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Chromatogr*, 2012, 10: 1043–1055.
- [24] 王昕. 高效液相色谱研究进展[J]. *光明中医*, 2011, 01: 56–58.  
Wang X. Research advance of high performance liquid chromatography[J]. *Guangming J Chin Med*, 2011, 01: 56–58.
- [25] 黄国宏. 高效液相色谱技术在食品分析中的应用[J]. *食品工程*, 2006, 04: 47–51.  
Huang GH. Review on the application of HPLC in food analysis[J]. *Food Eng*, 2006, 04: 47–51.
- [26] 张洪非, 边照阳, 唐纲岭, 等. HPLC 法测定烟草及烟草制品中马来酰肼残留[J]. *烟草科技*, 2011, 12: 47–51.  
Zhang HF, Bian ZY, Tang GL, *et al.* Determination of Maleic Hydrazide Residue in Tobacco and Tobacco Products with High Performance Liquid Chromatography[J]. *Tobacco Sci Technol*, 2011, 12: 47–51.
- [27] 孙福生, 董杰. 基质固相分散-反相液相色谱法测定蔬菜中二甲戊乐灵农药残留[J]. *分析实验室*, 2010, 02: 69–72.  
Sun FS, Dong J. Determination of pendimethalin pesticide residue in vegetables by matrix solid phase dispersion-reversed phase liquid chromatography[J]. *Chin J Anal Lab*, 2010, 02: 69–72.
- [28] 裴明黎, 蒋振辉, 王秋霜, 等. 马铃薯中马来酰肼的高效液相色谱法测定[J]. *分析测试学报*, 2009, 05: 611–613, 616.  
Pei ML, Jiang ZH, Wang QS, *et al.* Determination of Maleic Hydrazide Residue in Potatoes Using High Performance Liquid Chromatography[J]. *J Instrum Anal*, 2009, 05: 611–613, 616.
- [29] 丁宗庆, 吕丽丽, 徐晖. 高效液相色谱-质谱技术在食品安全分析中的应用进展[J]. *食品科技*, 2008, 10: 222–225.  
Ding ZQ, Lv LL, Xu H. A review of progress in the applications of high performance liquid chromatography-mass spectrometry in food safety analysis [J]. *Food Sci Technol*, 2008, 10: 222–225.
- [30] 刘祥东, 梁琼麟, 罗国安, 等. 液质联用技术在医药领域中的应用[J]. *药物分析杂志*, 2005, 01: 110–116.  
Liu XD, Liang QL, Luo GA, *et al.* The application of liquid

- chromatography-mass spectrometry in the field of medicine [J]. *Chin J Pharm Anal*, 2005, 01: 110-116.
- [31] 阮丽萍, 沈东旭, 吉文亮, 等. 采用HPLC-MS/MS方法同时测定花生中的马来酰肼和丁酰肼[J]. *江苏农业学报*, 2012, 01: 228-230.
- Ruan LP, Shen DX, Jie WL, *et al.* Simultaneous determination of maleic hydrazide and daminozide in peanut By high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Jiangsu J Agric Sci*, 2012, 01: 228-230.
- [32] 许国旺, 叶芬, 孔宏伟, 等. 全二维气相色谱技术及其进展[J]. *色谱*, 2001, 02: 132-136.
- Xu GW, Ye F, Kong HW, *et al.* Technique and advance of comprehensive Two-Dimensional gas chromatography [J]. *Chin J Chromatogr*, 2001, 02: 132-136.
- [33] 阮春海, 叶芬, 孔宏伟, 等. 石油样品全二维气相色谱分析的分选特性[J]. *分析化学*, 2002, 05: 548-551.
- Ruan CH, Ye F, Kong HW, *et al.* Separation Characteristics of Comprehensive Two 2 dimensional Gas Chromatography in Analyzing Petroleum samples [J]. *Chin J Anal Chem*, 2002, 05: 548-551.
- [34] Cochran J. Evaluation of comprehensive two-dimensional gas chromatography-time-of-flight mass spectrometry for the determination of pesticides in tobacco [J]. *J Chromatogr A*, 2008, 1186(1-2): 202-210.
- [35] 张怡评, 洪专, 方华, 等. 超临界流体色谱分离技术应用研究进展[J]. *中医药导报*, 2012, 18(7): 89-91.
- Zhang YP, Hong Z, Fang H. Research progress of supercritical fluid chromatography separation technology [J]. *Guiding J Tradit Chin Med Pharm*, 2012, 18(7): 89-91.
- [36] 陈青, 刘志敏. 超临界流体色谱的研究进展[J]. *分析化学*, 2004, 08: 1104-1109.
- Chen Q, Liu ZM. Development of the research on supercritical fluid chromatography[J]. *Chin J Anal Chem*, 2004, 08: 1104-1109.
- [37] 郑永权. 农药残留研究进展与展望[J]. *植物保护*, 2013, 05: 90-98.
- Zheng YQ. Development and prospects of the research on pesticide residues[J]. *Plant Protect*, 2013, 05: 90-98.
- [38] 冯楠, 王鹏, 周志强. 超临界流体萃取技术在食品农药残留分析中的研究进展[C]. 北京农药学会: 农药与环境安全国际会议论文集[C]. 2005.
- Feng N, Wang P, Zhou ZG. Applications of supercritical fluid extraction for pesticide residual analysis in foods [A]. *Beijing Pesticide Society: Pesticide and Environmental Safety International Conference Proceedings*, 2005.
- [39] 葛淑丽. 毛细管电泳-安培检测技术中新型在线富集方法的研究与应用[D]. 华东师范大学, 2013.
- Ge SL. Study on methodologies and applications of novel online pre-concentration techniques in capillary electrophoresis-ampereometric detection[D]. East China Normal University, 2013.
- [40] 高慧君. 毛细管电泳法在药物和生物分析中的应用研究[D]. 山西大学, 2013.
- Gao HJ. Studies on the application of CE in pharmaceutical and biology analysis[D]. Shanxi University, 2013.
- [41] 李月秋, 赵燕燕, 刘丽艳, 等. 痕量食品外源药毛细管电泳检测方法研究进展[J]. *食品研究与开发*, 2013, 14: 130-133.
- Li YQ, Zhao YY, Liu LY, *et al.* Research Progresses of Capillary Electrophoresis to the Determination of Trace Exogenous Medicine in Food[J]. *Food Res Dev*, 2013, 14: 130-133.
- [42] 楚清脆, 耿成怀, 林森, 等. 毛细管电泳应用于食品中农药残留分析的晚近进展[J]. *理化检验(化学分册)*, 2009, 01: 114-118, 124.
- Chu QC, Geng CH, Lin M, *et al.* Recent Advance of Application of Capillary Electrophoresis to the Analysis Of Residual Pesticides in Food stuffs [J]. *Physical Test Chem Anal (Part B: Chem Anal)*, 2009, 01: 114-118, 124.
- [43] 唐建设, 项丽. 毛细管电泳在农药残留检测上的应用[J]. *分析测试技术与仪器*, 2005, 03: 215-220.
- Tang JS, Xu L. Application of Capillary Electrophoresis to Pesticide Residues Determinating [J]. *Anal Test Technol Instrum*, 2005, 03: 215-220.
- [44] 施祖灏, 祁克宗, 朱良强. 毛细管电泳技术及其在兽药残留分析中的应用[J]. *动物医学进展*, 2006, S1: 1-5.
- Shi ZH, Qi KZ, Zhu LQ. Study on methodologies and applications of Capillary Electrophoresis techniques in veterinary medicine residues detection[J]. *Prog Vet Med*, 2006, S1: 1-5.
- [45] 郭剑平, 吴启庆, 高芬芳, 等. 免疫化学方法在检测农药小分子中的应用[J]. *毒理学杂志*, 2006, 01: 54-56.
- Guo JP, Wu QQ, Gao FF, *et al.* The application of immune chemistry technique in Pesticide of small molecule [J]. *J Toxicol*, 2006, 01: 54-56.
- [46] 刘景坤. 农产品中氰戊菊酯农药残留免疫检测技术研究[D]. 中国农业科学院, 2012.
- Liu JK. Immunoassay Research for fenvalerate residue in agro-product[D]. Chinese Academy of Agricultural Sciences Dissertation, 2012.
- [47] 高俊娥, 李盾, 刘铭钧. 农药残留快速检测技术的研究进展[J].

农药, 2007, 06: 361-364, 371.

Gao JE, Li D, Liu MJ. Advances in the Study of Methodology for Rapid Determination of Pesticide Residues[J]. Agrochemicals, 2007, 06: 361-364, 371.

[48] 潘熙萍. 除草剂麦草畏和草甘膦免疫检测方法的建立[D]. 杭州师范大学, 2012.

Pan XP. Development of immunsorbent assay for the determination of the herbicide dicamba and glyphosate[D]. Hangzhou Normal University, 2012.

(责任编辑: 赵静)

## 作者简介



艾小勇, 硕士, 主要研究方向为烟草安全检测。

E-mail: aixiaoyong1314@126.com



张峰, 博士, 研究员, 主要研究方向色谱质谱在食品安全中的应用。

E-mail: fengzhang@126.com