

# 茄尼醇同步提取皂化-超高效液相色谱测定方法研究

刘翠翠<sup>1,2</sup>, 张怀宝<sup>1</sup>, 杜咏梅<sup>1\*</sup>, 侯小东<sup>1</sup>, 李丹丹<sup>1</sup>, 闫宁<sup>1</sup>

(1. 中国农业科学院烟草研究所, 青岛 266101; 2. 中国农业科学院研究生院, 北京 100081)

**摘要:** 为了建立高效、准确检测烟草总茄尼醇的方法, 研究了超声辅助条件下, 同步提取、皂化烟草茄尼醇的溶剂、温度、液料比、皂化剂用量、提取时间及超高效液相色谱测定的仪器条件。结果表明, 烟草样品以正己烷为萃取剂, 液料比为 50:1, 0.1 mol/L 氢氧化钠的乙醇溶液为皂化剂, 在超声频率 45 kHz, 恒温水浴 40 °C, 提取时间 30 min 条件下, 完成烟草茄尼醇的提取、皂化, 且使茄尼醇的提取、皂化以及与皂化剂的分离在同一离心管中完成。以 ACQUITY UPLC BEH C18 为色谱柱, 甲醇-乙腈 (50:50) 为流动相, 流速为 0.5 mL/min, 柱温为 35 °C, 在波长 208 nm 条件下, 超高效液相色谱进行检测。方法的线性范围为 0.67~84.1 mg/L, 方法检出限为 0.07 mg/L, 定量限为 0.012%, 空白及样品加标回收率分别在 97.9%~104.7%、93.4%~102.3% 范围内, 相对标准偏差为 1.34%~2.43%。该方法简便、快速, 且节约有机溶剂, 精密度和准确度较高, 可以实现烟草茄尼醇批量高效检测。

**关键词:** 茄尼醇; 提取; 皂化; 超高效液相色谱

中图分类号: TS411

文章编号: 1007-5119 (2015) 05-0079-06

DOI: 10.13496/j.issn.1007-5119.2015.05.015

## The Simultaneous Extraction and Saponification of Tobacco Solanesol using Ultra Performance Liquid Chromatography

LIU Cuicui<sup>1,2</sup>, ZHANG Huaibao<sup>1</sup>, DU Yongmei<sup>1\*</sup>, HOU Xiaodong<sup>1</sup>, LI Dandan<sup>1</sup>, YAN Ning<sup>1</sup>

(1. Tobacco Research Institute of CAAS, Qingdao 266101, China; 2. Graduate School of Chinese Academy Agricultural Sciences, Beijing 100081, China)

**Abstract:** In order to establish the method of determining total solanesol in tobacco efficiently and accurately, we studied the conditions of simultaneously extracting and saponifying solanesol from tobacco, including solvent, temperature, liquid ratio, saponification dosage, extraction time and ultrasound-assisted instruments conditions of ultra-high performance liquid chromatography. Hexane was used as solvent for extraction with liquid-material ratio of 50:1 and 0.1 mol/L sodium hydroxide in ethanol solution was used as saponification agent. The ultrasonic frequency used was 45 kHz, temperature of extraction and saponification was 40 °C, and time of extraction was 30 min. Under this condition, extracting and saponifying solanesol from tobacco were finished simultaneously, and saponification agent separation was done in the same centrifuge tube. The separation of target compound was performed on an ACQUITY UPLC BEH C18 column using methanol-acetonitrile (50:50) as mobile phase by gradient elution. Flow rate was set at 0.5 mL/min, column temperature was 35 °C and injection volume was 5 µL. The quantitative wavelength of UV detector was set at 208 nm. The results indicated that the calibration curve was linear in the range of 0.67-84.1 mg/L, the limit of detection (LOD, S/N=3) was 0.07 mg/L, and the limit of quantification (LOQ, S/N=10) was 0.012%. The standard addition recoveries of blanks and samples were 97.9%-104.7% and 93.4%-100.0%, respectively, with relative standard deviations (RSDs) of 1.34%-2.43%. The method was simple, rapid, precise, accurate, and solvent saving, suitable for batch testing.

**Keywords:** solanesol; extraction; saponification; ultra performance liquid chromatography

茄尼醇 (Solanesol) 是一种植物叶片中普遍存在的 C45 聚戊二烯醇, 烟草是茄尼醇含量最丰富的植物, 其含量可达 4%<sup>[1-2]</sup>。茄尼醇不仅是影

响烟草香味和安全性品质的重要化学成分<sup>[3]</sup>, 也是合成治疗心血管疾病及抗癌、抗溃疡等新型药不可替代的中间体<sup>[2,4]</sup>。由于茄尼醇分子量大,

基金项目: 国家烟草专卖局重点项目“烤烟烟叶原料安全性评价体系研究”(110200902063); 公益性行业(农业)科研专项经费项目“烟草增香减害关键技术研究示范”(201203091)

作者简介: 刘翠翠, 女, 硕士在读, 研究方向: 烟草活性成分检测技术。E-mail: 2927596508@qq.com。\*通信作者, E-mail: duyongmei@caas.cn

收稿日期: 2015-02-05

修回日期: 2015-09-18

沸点高,液相色谱法是目前分离检测茄尼醇普遍采用的方法<sup>[5-16]</sup>。茄尼醇在烟草体内以游离态和化合态两种形式存在,化合态茄尼醇需经过皂化反应变成游离态才能通过液相色谱分离检测。据资料报道<sup>[6-10]</sup>,烟草样品一般在水浴条件下,经过复杂的提取、皂化、液液分配、柱层析、浓缩等程序,获得总茄尼醇待测液,样品前处理耗时长,溶剂消耗量大。Chen 等<sup>[11]</sup>、Zhou 等<sup>[12]</sup>分别研究了微波辅助提取、皂化烟草总茄尼醇的方法,该方法虽然步骤简单,但溶剂消耗量较大,且不利于批量操作。潘葳等<sup>[13]</sup>、赵春建等<sup>[14]</sup>、Mahendra 等<sup>[15]</sup>、张婕等<sup>[16]</sup>分别研究发现,超声波辅助提取烟叶游离茄尼醇,具有时间短,溶剂用量少,提取温度低,操作简单等优点。但目前还未见超声波辅助提取同时皂化烟草结合态茄尼醇从而获得总茄尼醇的研究报道。为简化烟草总茄尼醇提取、皂化方法,提高检测效率,减少溶剂消耗,本文进行了超声波辅助条件下同时提取、皂化,并用高效液相色谱法检测烟草总茄尼醇的技术研究。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料、仪器和试剂

烟叶材料:初烤中部烟叶,品种为红花大金元,产地为云南曲靖。

仪器:ACQUITY UPLC H-Class 超高效液相色谱仪-可调波长紫外检测器(美国 Waters 公司);KQ-500 GVDV 恒温水浴超声波提取仪(常州诺基仪器有限公司 NOKI);TDZ5-WS/TDZ5WS 低速多管架自动平衡离心机(湖南湘仪离心机仪器有限公司);AL104 电子分析天平(感量 0.0001g,梅特勒-托利多仪器有限公司);UNIQUE-R20 实验室多功能超纯水系统(厦门锐思捷科学仪器有限公司);有机相滤膜(13 mm×0.22 μm,天津津腾实验设备有限公司)。

试剂:茄尼醇对照品(日本 TCI 公司,98%);甲醇、乙腈、正己烷(色谱纯,德国 MERCK 公司);乙醇、氢氧化钠(分析纯,国药集团化学试剂有限公司);超纯水(自制)。

### 1.2 样品处理和分析

1.2.1 烟叶 试样的制备:将烟叶置于 60 ℃ 的通风干燥箱中干燥至恒重,冷却至室温,粉碎,过 60 目筛,存储于棕色磨口瓶中,待用。茄尼醇的提取:称取一定质量(0.0250 g、0.0500 g、0.1000 g、0.1500 g、0.2000 g、0.3000 g、0.4000 g、0.5000 g)的烟草粉末样品,于 20 mL 带有聚四氟乙烯密封盖的玻璃离心管中,准确加入 5.000 mL 正己烷作为萃取剂,加入一定体积(1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL)和浓度氢氧化钠乙醇溶液(0.05 mol/L、0.1 mol/L、0.2 mol/L)作为皂化剂,盖上密封盖,涡旋混匀,放入恒温超声提取器中,在超声频率 45 kHz 及设定温度(20 ℃、30 ℃、40 ℃、50 ℃、60 ℃)和时间条件(10 min、20 min、30 min、40 min、50 min)下皂化、提取,冷却至室温,加入 6~8 mL 去离子水,充分振荡后,3000 转/分离心 10 min,烟草茄尼醇转移至上层正己烷中,移取上层提取液,流动相稀释 10 倍,用 0.22 μm 有机滤膜过滤至样品瓶中,超高效液相色谱检测。

1.2.2 色谱分析条件 ACQUITY UPLC H-Class 超高效液相色谱仪-可调波长紫外检测器。色谱柱:Waters ACQUITY UPLC BEH C18(50 mm×2.1 mm,1.7 μm);流动相:甲醇:乙腈=1:1;流速:0.5 mL/min;柱温:35 ℃;检测波长:208 nm。

## 2 结果

### 2.1 茄尼醇提取、皂化条件

2.1.1 萃取溶剂、皂化剂的选择 据文献报道,甲醇、乙醇、正己烷、石油醚均是烟草茄尼醇的有效萃取溶剂<sup>[5-9,11-16]</sup>,甲醇或乙醇的碱溶液常作为烟草茄尼醇的皂化剂<sup>[6-8,10,12-13,16]</sup>。为实现烟草茄尼醇的同时提取、皂化和有效分离,分别选择正己烷、石油醚作为萃取剂萃取烟草茄尼醇。但通过研究发现,由于萃取过程中低沸点石油醚易挥发,影响定量准确性,故选择正己烷作为萃取剂。同时,考虑甲醇的毒性较大,本研究选择碱性乙醇溶液作为皂化剂。

在超声波辅助条件下,烟草样品加入正己烷

作为茄尼醇萃取剂,同时加入碱性乙醇溶液作为皂化剂,使烟草样品茄尼醇的提取、皂化同步进行。提取、皂化完成后,加入相当于 1.5 倍萃取剂体积的水,振荡离心,使茄尼醇转入上层正己烷溶液中,与下层氢氧化钠的乙醇水溶液及水溶性提取物分离。

2.1.2 皂化剂的浓度和用量对茄尼醇测定结果的影响 在称样量 0.1 g,加入 5 mL 正己烷,超声频率 45 kHz,提取时间 40 min,提取温度 40 °C 条件下,研究了氢氧化钠乙醇溶液浓度及加入量对茄尼醇测定结果的影响,结果列于表 1。由表 1 看出,氢氧化钠浓度及加入量对茄尼醇测定结果有极显著影响,0.05 mol/L、0.1 mol/L 氢氧化钠乙醇溶液分别加入 2 mL、1 mL 的条件(二者氢氧化钠加入量相等)下,茄尼醇测定结果最高,因此,选择加入 0.1 mol/L 氢氧化钠乙醇溶液 1 mL 作为皂化剂。

表 1 皂化液浓度和用量对茄尼醇测定结果的影响 ( $n=3$ )

Table 1 The influence of saponification concentration and dosage to solanesol determination results ( $n=3$ )

| 皂化液                       |       | 茄尼醇/%         |
|---------------------------|-------|---------------|
| 浓度/(mol·L <sup>-1</sup> ) | 体积/mL |               |
| 0.05                      | 1     | (1.08±0.03)e  |
| 0.05                      | 2     | (1.53±0.01)a  |
| 0.05                      | 3     | (1.51±0.06)ab |
| 0.1                       | 1     | (1.53±0.02)a  |
| 0.1                       | 2     | (1.46±0.04)bc |
| 0.1                       | 3     | (1.45±0.01)c  |
| 0.2                       | 1     | (1.40±0.03)d  |
| 0.2                       | 2     | (1.38±0.03)d  |
| 0.2                       | 3     | (1.38±0.01)d  |

注:同一列内不同小写字母表示 5%显著差异,下同。

2.1.3 液料比对茄尼醇测定结果的影响 在加入 0.1 mol/L 氢氧化钠乙醇溶液 1 mL,正己烷 5 mL,超声频率 45 kHz,提取温度 40 °C,提取时间 40 min 条件下,研究了称样量对茄尼醇测定结果的影响。由表 2 看出,在正己烷体积不变的条件下,随称样量增加,提取液料比降低,茄尼醇的测定结果呈显著降低趋势,在称样量分别为 0.025 g、0.05 g、0.1 g,液料比分别为 100:0.5、100:1、100:2 的条件下,茄尼醇测定结果最高,且三者结果差异不显著。因此,考虑到称样误差,确定称样量为 0.1 g,液料比为 50:1。

表 2 液料比对茄尼醇测定结果的影响 ( $n=3$ )

Table 2 The influence of liquid ratio to solanesol determination results ( $n=3$ )

| 称样量/g | 液料比     | 茄尼醇/%         |
|-------|---------|---------------|
| 0.025 | 100:0.5 | (1.52±0.02)a  |
| 0.05  | 100:1   | (1.52±0.09)a  |
| 0.10  | 100:2   | (1.51±0.002)a |
| 0.15  | 100:3   | (1.43±0.003)b |
| 0.2   | 100:4   | (1.38±0.03)b  |
| 0.3   | 100:6   | (1.17±0.07)c  |
| 0.4   | 100:8   | (1.25±0.009)c |
| 0.5   | 100:10  | (1.07±0.004)d |

2.1.4 提取、皂化时间对测定结果的影响 在称样量 0.1 g,加入 0.1 mol/L 氢氧化钠乙醇溶液 1 mL,正己烷 5 mL,超声频率 45 kHz,提取温度 40 °C 条件下,研究了提取、皂化时间对茄尼醇测定结果的影响,结果列于表 3。由表 3 看出,在提取时间 10 min 条件下,测定结果显著较低,提取时间 30 min、40 min 条件下,茄尼醇测定结果最高,但与 20 min、50 min 条件下测定结果差异不显著。因此,提取时间选择 30 min。

表 3 提取时间对茄尼醇测定结果的影响( $n=3$ )

Table 3 The influence of extraction time to solanesol determination results ( $n=3$ )

| 提取时间/min | 茄尼醇/%        |
|----------|--------------|
| 10       | (1.33±0.04)b |
| 20       | (1.45±0.04)a |
| 30       | (1.52±0.03)a |
| 40       | (1.51±0.02)a |
| 50       | (1.46±0.11)a |

2.1.5 提取、皂化温度对测定结果的影响 在称样量 0.1 g,加入 0.1 mol/L 氢氧化钠乙醇溶液 1 mL,正己烷 5 mL,超声频率 45 kHz,提取时间 30 min 条件下,研究了提取、皂化温度对茄尼醇测定结果的影响,结果列于表 4。由表 4 看出,随提取、皂化温度的升高,茄尼醇测定结果呈先升高后降低的趋势,在 40 °C、50 °C 条件下,茄

表 4 提取温度对茄尼醇测定结果的影响( $n=3$ )

Table 4 The influence of temperature to solanesol determination results ( $n=3$ )

| 温度/°C | 茄尼醇/%         |
|-------|---------------|
| 20    | (1.38±0.06) b |
| 30    | (1.42±0.04) b |
| 40    | (1.52±0.02) a |
| 50    | (1.53±0.05) a |
| 60    | (1.42±0.05) b |

尼醇测定值最高,因此,本研究选择 40 °C 作为提取、皂化温度。

## 2.2 色谱条件选择

2.2.1 流动相、流速、柱温选择 液相色谱法测定茄尼醇一般常以甲醇或乙腈为主配以不同比例乙醇、异丙醇作为流动相<sup>[6-16]</sup>。在柱温 35 °C 条件下,考察了不同比例的甲醇与乙腈,以及甲醇或乙腈分别与乙醇、异丙醇不同配比条件下,茄尼醇分离情况,综合考虑出峰时间,目标峰与杂质峰的分​​离等因素,确定流动相条件为甲醇:乙腈为 1:1。分别考察了流动相流速在 0.3、0.5、0.8 mL/min 条件下茄尼醇出峰时间以及与杂质峰的分​​离情况,选择流速条件为 0.5 mL/min。

根据研究结果,色谱柱温在 30、35、40 °C 条件下,对茄尼醇出峰时间及与杂质峰的分​​离影响不大,选择柱温条件为 35 °C。

2.2.2 吸收波长选择 根据茄尼醇标准溶液在 190~300 nm 波长扫描结果(图 1),在波长 200 nm 处,茄尼醇有最大吸收,但 200 nm 处紫外吸收噪声干扰较大,选择 208 nm 为检测波长。在确定的色谱条件下,色谱峰保留时间为 4.33 min,目标峰与杂质峰获得较好分离(图 2)。

## 2.3 工作曲线、检出限及方法定量下限

准确称取茄尼醇对照品 0.2102 g,用正己烷溶解,定容于 100 mL 容量瓶中,得质量浓度为

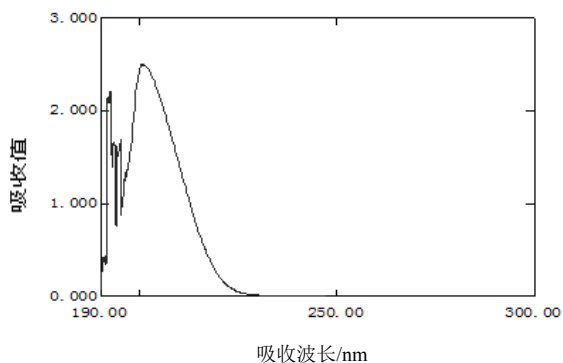


图 1 茄尼醇标准溶液在 190~300 nm 吸收光谱图

Fig. 1 The absorption spectrum of solanesol standard solution in 190-300 nm

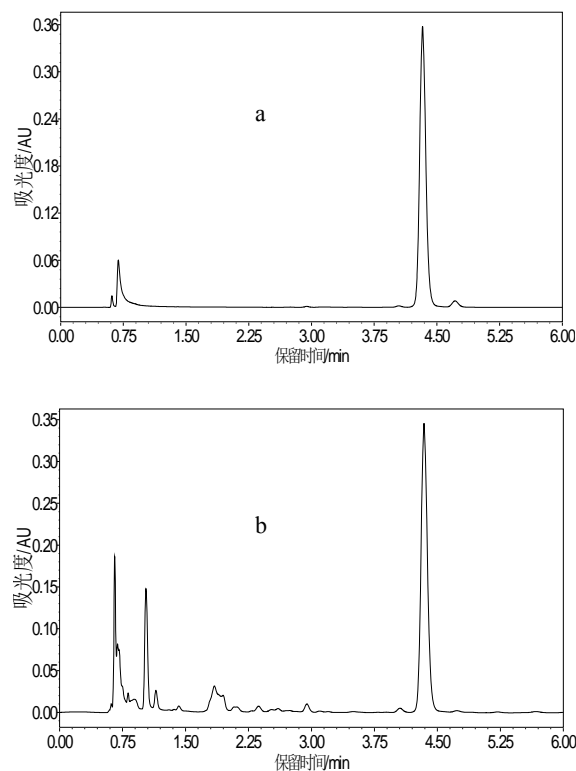


图 2 茄尼醇标准溶液(a)与样品测定液(b)色谱图

Fig. 2 Solanesol standard solution (a) and sample measurement solution (b) chromatogram

2102  $\mu\text{g/mL}$  茄尼醇标准储备液,分别取一定量茄尼醇标准储备液用流动相配制成 0.67264、4.204、8.408、16.816、33.632、42.04、84.08  $\mu\text{g/mL}$  的标准系列溶液。茄尼醇浓度 ( $Y$ ) 与峰面积 ( $X$ ) 的线性回归方程:  $Y=3.08e+004X-1.24e+003$ ,相关系数  $R=0.999969$ ,因此,在茄尼醇质量浓度 0.67264~84.08  $\mu\text{g/mL}$  范围内,茄尼醇质量浓度与峰面积线性关系良好。以信噪比 ( $S/N$ ) 为 3 确定的仪器检出限为 0.07  $\mu\text{g/mL}$ ,以信噪比 ( $S/N$ ) 为 10 确定的方法样品定量下限为 0.012%。

## 2.4 加标回收率及相对标准偏差

在上述确定的提取皂化条件下,分别进行了空白添加和样品(茄尼醇本底值 1.96 mg)添加试验,结果见表 5。由表 5 看出,空白及样品加标回收率分别在 97.9%~104.7%、93.4%~102.3% 范围内, $RSD$  在 1.34%~2.43% 范围内。因此,本方法回收率较高,且较稳定,符合定量分析要求。

表 5 空白和样品添加回收率及相对标准偏差

Table 5 Blank and sample recoveries and relative standard deviation

| 添加量/mg | 回收率/%  |       |       |       |       |       | 平均    | RSD/% |      |
|--------|--------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|------|
|        | 重复     |       |       |       |       |       |       |       |      |
|        | 1      | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |       |       |      |
| 空白     | 0.3153 | 99.0  | 104.7 | 101.8 | 101.5 | 101.2 | 102.1 | 101.7 | 1.64 |
|        | 0.6306 | 103.6 | 101.3 | 101.6 | 104.8 | 99.9  | 102.4 | 102.3 | 1.71 |
|        | 1.2612 | 97.9  | 101.3 | 99.2  | 98.6  | 100.5 | 100.9 | 99.7  | 1.34 |
| 样品     | 0.4204 | 98.4  | 96.6  | 99.8  | 95.6  | 102.3 | 99.4  | 98.7  | 2.43 |
|        | 0.8408 | 96.8  | 97.3  | 95.6  | 99.5  | 95.1  | 94.0  | 96.4  | 2.00 |
|        | 1.2612 | 94.3  | 96.7  | 93.4  | 96.7  | 97.1  | 94.8  | 95.5  | 1.61 |

## 2.5 烟草样品茄尼醇测定

将该方法应用于烟草样品茄尼醇检测,由表 6 看出,该方法对不同样品平行测定结果的精密度较高,符合定量分析要求。

表 6 烟草样品茄尼醇检测结果

Table 6 Solanesol content in tobacco samples

| 样品 | 茄尼醇/% |      |      | 相对偏差/% |
|----|-------|------|------|--------|
|    | 重复 1  | 重复 2 | 平均值  |        |
| 1  | 0.93  | 0.89 | 0.91 | 4.74   |
| 2  | 1.33  | 1.27 | 1.30 | 4.62   |
| 3  | 1.36  | 1.37 | 1.37 | 0.73   |
| 4  | 2.23  | 2.34 | 2.29 | 4.81   |
| 5  | 1.88  | 1.89 | 1.89 | 0.53   |
| 6  | 1.10  | 1.06 | 1.08 | 3.70   |
| 7  | 0.61  | 0.62 | 0.62 | 1.63   |
| 8  | 2.22  | 2.21 | 2.22 | 0.54   |
| 9  | 0.72  | 0.73 | 0.73 | 1.51   |
| 10 | 1.41  | 1.42 | 1.42 | 0.71   |

## 3 讨论

本研究以正己烷为烟草茄尼醇萃取剂,以氢氧化钠的乙醇溶液为皂化剂,使烟草茄尼醇的提取、皂化在离心管中同步进行,简化了操作步骤,并利用超声波的机械效应和空化效应,提高提取效率,缩短提取时间,降低提取温度。本研究在 40 °C 水浴超声条件下,30 min 即可完成烟草茄尼醇的提取、皂化,潘葳等<sup>[13]</sup>需要 75 min 才能分别完成提取、皂化工作,而赵瑾等<sup>[6]</sup>、陈云辉等<sup>[7]</sup>、童康琼等<sup>[9]</sup>、郭鹏等<sup>[10]</sup>的方法则需要 2 h 以上,且以上研究者报道的提取、皂化温度均在 50 °C 以上。另外,由于本方法使烟草茄尼醇的提取、皂化同步进行,大大节约了有机溶剂,据比较,本方法测定烟草总茄尼醇所用萃取溶剂仅为以往文献<sup>[6-13]</sup>的 1/10 或更低。因此,本方法不仅操作简单,且大大节约时间,减少能耗,减少有机溶剂用量。

烟草茄尼醇提取、皂化在离心管中完成后,加入一定体积的去离子水,由于正己烷与水不互溶,茄尼醇也不溶于水,而乙醇和氢氧化钠则与水混溶,充分振荡后离心,溶液分为两层,氢氧化钠的乙醇溶液保留在下层水溶液中,茄尼醇随正己烷转移至上层,这样,烟草茄尼醇的提取、皂化以及茄尼醇的萃取溶液与皂化剂的分离在同一离心管中即可完成,避免了以往研究中<sup>[6-13]</sup>烟草茄尼醇提取、皂化所需的繁复的萃取、液液分配以及浓缩过程,操作过程简单,且利于批量检测。

另外,本方法要求提取、皂化烟草茄尼醇所用离心管配备密封性好的螺旋密封盖,密封盖内部以聚四氟乙烯材料作为密封垫。螺旋盖的密封性好一方面可以使烟草茄尼醇的提取、皂化过程在密封条件下进行,避免烟草茄尼醇提取、皂化过程中正己烷挥发对检测准确性的影响,另一方面防止离心管在振荡过程中溶剂泄漏,影响检测准确性。以聚四氟乙烯材料作为密封垫可以避免有机溶剂对密封垫腐蚀造成的检测液污染。

本方法适用于烟草样品总茄尼醇的检测,但是否适用于马铃薯等其他植物样品茄尼醇检测,还需进行试验验证。

## 4 结论

本文研究建立了一种同时提取、皂化烟草总茄尼醇并用超高效液相色谱测定的方法,本方法在超声波辅助条件下,使烟草茄尼醇的提取、皂化以及与皂化剂和水溶性杂质的分离在同一离心管中完成。方法操作简单,节约溶剂,适用于批量检测,且加标回收率及精密度较高,符合定量分析要求。

## 参考文献

- [1] Taylor M A, Fraser P D. Solanesol added value from solanaceous waste[J]. *Phytochemistry*, 2011(72): 1323-1327.
- [2] 陈爱国, 申国明, 梁晓芳, 等. 茄尼醇的研究进展与展望[J]. *中国烟草科学*, 2007, 28(6): 44-48.
- [3] Davis D L, Nielsen M T. 烟草—生产, 化学和技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2003: 264.
- [4] 顾正桂, 王琼. 茄尼醇的应用及衍生物的合成研究进展[J]. *化学世界*, 2006(11): 692-695.
- [5] 程传玲, 汪文良, 管仕栓, 等. 烟叶中茄尼醇的提取及检测研究进展[J]. *江苏农业科学*, 2010(4): 310-312.
- [6] 赵瑾, 王超杰, 孙心齐. 高效液相色谱法测定烟叶中茄尼醇的含量[J]. *色谱*, 1997, 15(6): 544-545.
- [7] 陈军辉, 刘吉力, 柳先平, 等. 电喷雾飞行时间质谱与大气压化学电离质谱法分析烟叶中茄尼醇的比较[J]. *分析实验室*, 2007, 26(11): 1-5.
- [8] Chen J H, Liu X P, Xu X Q, et al. Rapid determination of total solanesol in tobacco leaf by ultrasound-assisted extraction with RP-HPLC and ESI-TOF/MS[J]. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 2007, 43(3): 879-885.
- [9] 童康琼, 兰明蓉, 赵云飞, 等. 高效液相色谱法测定烟叶中的总茄尼醇[J]. *烟草科技*, 2008(3): 49-52.
- [10] 郭鹏, 李小花, 汪选斌, 等. 反相高效液相色谱法测定烟叶提取物中茄尼醇的含量[J]. *中国药房*, 2006, 17(19): 1498-1499.
- [11] Chen T, Sun X G, Xiao W, et al. Optimization of microwave-assisted extraction of solanesol from potato leaves and stems[J]. *Medicinal Chemistry Research*, 2010, 19(8): 732-742.
- [12] Zhou H Y, Liu C Z. Microwave-assisted extraction of solanesol from tobacco leaves[J]. *Journal of Chromatography A*, 2006(1129): 35-39.
- [13] 潘葳, 刘文静, 翁伯琦, 等. 烟叶及提取物中茄尼醇的高效液相色谱标准化测定方法研究[J]. *中国烟草科学*, 2013, 34(4): 60-66.
- [14] 赵春建, 李春英, 付玉杰, 等. 废次烟叶中茄尼醇的超声提取及 HPLC 分析测定[J]. *应用化学*, 2005, 22(11): 1265-1267.
- [15] Mahendra K, Murthy Y L N, Rao C V N, et al. Quantitative determination of solanesol in tobacco by liquid chromatography-mass spectrometry(LCMS)[J]. *Asian Journal of Research in Chemistry*, 2011, 4(7): 1125-1130.
- [16] 张婕, 汪云松, 蔡凯, 等. 超高效液相色谱法测定烟叶中的茄尼醇含量[J]. *中国烟草科学*, 2012, 33(6): 80-84.
- [24] Jermak S, Pranaitytė B, Padarauskas A. Ligand displacement, headspace single-drop microextraction, and capillary electrophoresis for the determination of weak acid dissociable cyanide [J]. *Journal of Chromatography A*, 2007, 1148: 123-127.
- [25] Giroux L, Barkley D J. Separation of metal-cyanide complexes by reversed-phase ion-interaction high-performance liquid chromatography [J]. *Canadian journal of chemistry*, 1994, 72: 269-273.
- [26] Billo E. Mechanisms of ligand replacement in square-planar nickel (II) complexes. I. Reaction of cyanide bis (1, 5-diazacyclooctane) nickel (II) ion [J]. *Inorganic Chemistry*, 1973, 12: 2783-2787.
- [27] Grigorova B, Wright S, Josephson M. Separation and determination of stable metallo-cyanide complexes in metallurgical plant solutions and effluents by reversed-phase ion-pair chromatography [J]. *Journal of Chromatography A*, 1987, 410: 419-426.
- [28] 刘玉珍, 于泓, 张仁庆. 离子液体的阴离子三氟乙酸根, 硫氰酸根, 四氟硼酸根和三氟甲磺酸根的离子对色谱-直接电导检测法分析[J]. *色谱*, 2012, 30(4): 384-390.
- [29] 李朦, 于泓, 郑秀荣. 紫外检测法同时分析碘酸根, 碘离子, 溴酸根和溴离子[J]. *色谱*, 2014, 32(3): 299-303.
- [30] Hilton D, Haddad P. Determination of metal-cyano complexes by reversed-phase ion-interaction high-performance liquid chromatography and its application to the analysis of precious metals in gold processing solutions[J]. *Journal of Chromatography A*, 1986, 361: 141-150.
- [31] Liu X, Ma L, Zhou J, et al. The influence of nitrogen dioxide on the determination of hydrogen cyanide in mainstream and sidestream cigarette smoke and the improvement of the determination method by continuous flow analyzer[J]. *Analytical Methods*, 2014, 6: 9841-9849.

(上接第 78 页)