



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 13595—2004

代替 GB/T 13595—1992、GB/T 13597—1992 和 GB/T 13598—1992

---

## 烟草及烟草制品 拟除虫菊酯杀虫剂、有机磷杀虫剂、 含氮农药残留量的测定

Tobacco and tobacco products—Determination of pyrethroids,  
organophosphorus and nitrogen-containing  
pesticides residues

2004-12-14 发布

2005-03-01 实施

---

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会

发布

## 前 言

本标准参考德国食品中农药残留量通用检测方法(S19)制定。

本标准代替 GB/T 13595—1992《烟叶中拟除虫菊酯杀虫剂残留量的测定方法》、GB/T 13597—1992《烟叶中有机磷杀虫剂残留量的测定方法》和 GB/T 13598—1992《烟叶中含氮农药残留量的测定方法》。

本标准与 GB/T 13595—1992、GB/T 13597—1992 和 GB/T 13598—1992 相比主要变化如下：

- 删除 GB/T 13595—1992、GB/T 13597—1992 和 GB/T 13598—1992 的“主题内容与适用范围”(1992 年版的第 1 章)；
- 增加了“范围”；
- 删除 GB/T 13595—1992、GB/T 13597—1992 和 GB/T 13598—1992 的“取样”(1992 年版的第 2 章)；
- 增加了“规范性引用文件”；
- 删除 GB/T 13595—1992、GB/T 13597—1992 和 GB/T 13598—1992 的“测定”(1992 年版的第 3 章)；
- 增加了“原理”；
- 增加了“试剂与材料”；
- 增加了“仪器”；
- 增加了“采样与试样制备”；
- 增加了“分析步骤”；
- 删除 GB/T 13595—1992、GB/T 13597—1992 和 GB/T 13598—1992 的“结果表示”(1992 年版的第 4 章)；
- 增加了“结果计算”；
- 删除 GB/T 13595—1992、GB/T 13597—1992 和 GB/T 13598—1992 的“检验报告”(1992 年版的第 5 章)；
- 增加了“精密度”；
- 增加了附录 A“色谱图示例”。

本标准的附录 A 是资料性附录。

本标准由国家烟草专卖局提出。

本标准由全国烟草标准化技术委员会(TC 144)归口。

本标准起草单位：国家烟草质量监督检验中心。

本标准主要起草人：张威、唐纲岭、朱永平、李国政、吴雪芹、谭兰兰、岳勇、刘惠民。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：GB/T 13595—1992、GB/T 13597—1992 和 GB/T 13598—1992。

# 烟草及烟草制品

## 拟除虫菊酯杀虫剂、有机磷杀虫剂、 含氮农药残留量的测定

### 1 范围

本标准规定了烟草及烟草制品中高效氯氟氰菊酯、氟氯氰菊酯、氯氟氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯、克百威、甲萘威、二嗪磷、甲基对硫磷、毒死蜱、马拉硫磷、杀螟硫磷、对硫磷、倍硫磷、甲胺磷、速灭磷、久效磷、甲霜灵、磷胺、氟节胺、仲丁灵、异丙乐灵、二甲戊灵 23 种农药残留量的测定方法。

本标准适用于烟草及烟草制品。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 5606.1 卷烟 第 1 部分：抽样

GB/T 19616 烟草成批原料取样的一般原则(GB/T 19616—2004, ISO 4874:2000, MOD)

YC/T 31 烟草及烟草制品 试样的制备和水分测定 烘箱法(YC/T 31—1996, ISO 2881:1992, eqv)

### 3 原理

用丙酮提取烟草中的农药残留，用乙酸乙酯和环己烷进行液-液分配，凝胶渗透色谱和硅胶柱层析净化，气相色谱法或气相色谱-质谱法测定。

### 4 试剂与材料

水应为蒸馏水或同等纯度的水。所有试剂应适用于农药残留量分析。所有溶剂应依照与样品测定(萃取和测定)相同的程序做空白试验以检查其纯度，溶剂色谱图的基线上应没有明显会影响农药残留测定的峰出现。

4.1 农药标准品：高效氯氟氰菊酯、氟氯氰菊酯、氯氟氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯、克百威、甲萘威、二嗪磷、甲基对硫磷、毒死蜱、马拉硫磷、杀螟硫磷、对硫磷、倍硫磷、甲胺磷、速灭磷、久效磷、甲霜灵、磷胺、氟节胺、仲丁灵、异丙乐灵、二甲戊灵。

4.2 氯化钠，分析纯。

4.3 无水硫酸钠，分析纯(550℃干燥至少 2 h)。

4.4 混合盐，氯化钠：硫酸钠为 1：1(质量分数)。

4.5 石英棉，经硅烷化处理。

4.6 丙酮，需重蒸并验证。

4.7 环己烷，需重蒸并验证。

4.8 乙酸乙酯，需重蒸并验证。

4.9 凝胶渗透色谱(GPC)流动相，乙酸乙酯：环己烷为 1：1(体积分数)，或二者的共沸蒸馏物。

4.10 聚苯乙烯，38 μm~74 μm，建议使用 Bio-Beads S-X3。

- 4.11 正己烷,需重蒸并验证。
- 4.12 异辛烷,需重蒸并验证。
- 4.13 甲苯,需重蒸并验证。
- 4.14 硅胶,用1.5%的水脱活。

将61 μm~250 μm的硅胶在130℃温度下烘干至少5 h,在干燥器中冷却至室温后,转移至250 mL具塞三角瓶中。每98.5 g硅胶加入1.5 g水,边加边持续摇动。加完后立即盖上塞子,用手剧烈摇动三角瓶5 min,直至没有块状物。然后在振荡器上振荡至少2 h,保存于密闭容器中。

4.15 农药标准溶液

4.15.1 单一标准储备液

分别称取0.01 g(精确至0.1 mg)每种农药标准品(4.1)到各自的100 mL容量瓶中,用GPC流动相(4.9)稀释定容,配制浓度为100 μg/mL的每种农药单一标准储备液。

单一标准储备液应贮存于0℃~4℃条件下,可至少稳定三个月。

4.15.2 混合储备液

按各检测器检测的靶标物移取对应的农药单一标准储备液5 mL(4.15.1)于相应100 mL容量瓶中,用GPC流动相(4.9)稀释定容,得到各农药标准品浓度约为5 μg/mL的混合储备液。即配即用。

4.15.3 工作标准液

由混合储备液(4.15.2)制备至少五个工作标准溶液,农药残留浓度采用峰面积积分,其浓度范围应覆盖预计检测到的样品含量,外标法定量。

工作标准液和样品空白溶液的示例色谱图如图A.1 a)、A.1 b)、A.2 a)、A.2 b)、A.3 a)、A.3 b)、A.4 a)和A.4 b)所示。

5 仪器

常用实验仪器及下述各项:

- 5.1 高速匀浆机,300 r/min~23 000 r/min。
- 5.2 具塞三角瓶,150 mL,250 mL,500 mL。
- 5.3 量筒,250 mL。
- 5.4 带尾管浓缩瓶,250 mL,400 mL(尾管在1.0 mL、2.5 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL和10 mL处有刻度)。
- 5.5 玻璃漏斗,φ45 mm,100 mm。
- 5.6 旋转蒸发器。
- 5.7 移液管,10 mL。
- 5.8 超声波清洗器。
- 5.9 滤纸筒,φ9 cm,快速,使用之前用丙酮充分萃取。
- 5.10 凝胶渗透色谱仪(GPC)。色谱柱长40 cm,内径25 mm,带有尾端适配器。样品环5.0 mL。玻璃注射器,10 mL(或一次性聚丙烯注射器)。
- 5.11 滴管。
- 5.12 层析柱,内径7 mm,长23 cm。
- 5.13 离心机,3 500 r/s。
- 5.14 容量瓶,10 mL。
- 5.15 气相色谱仪。
- 5.15.1 配电子捕获检测器(ECD)的气相色谱仪

使用电子捕获检测器(ECD)。色谱柱推荐使用熔融石英毛细管柱,长30 m,内径0.32 mm,固定相HP-5,膜厚0.25 μm。

## 5.15.2 配火焰光度检测器(FPD)检测器的气相色谱仪

使用火焰光度检测器(FPD),配硫滤光片。色谱柱推荐使用熔融石英毛细管柱 SGE-ZII,长 30 m,内径 0.32 mm,膜厚 0.25  $\mu\text{m}$ (BPX50)。

5.16 气相色谱/质谱联用仪:使用质谱检测器。色谱柱推荐使用熔融石英毛细管柱,长 30 m,内径 0.32 mm,固定相 DB-17MS,膜厚 0.25  $\mu\text{m}$ 。

注:玻璃器皿用洗涤剂洗涤后要用水和丙酮充分冲洗。

## 6 采样与试样制备

6.1 按 GB/T 5606.1 或 GB/T 19616 抽取样品。

6.2 按 YC/T 31 制备试样,测定水分含量。

## 7 分析步骤

正式样品分析之前应使用烟草样品,参考表 1 用量,按照 7.1~7.3 进行回收率试验,并达到表 1 所列回收率。

表 1 重复性、回收率和检出限

农药名称	加入量/ $\mu\text{g}$	回收率/ (%)	变异系数/ (%)	加入量/ $\mu\text{g}$	回收率/ (%)	变异系数/ (%)	检出限/ ( $\mu\text{g/g}$ )
二嗪磷	2.45	93.20	8.94	9.82	93.38	6.48	0.02
甲基对硫磷	2.95	86.55	8.37	11.79	89.43	3.14	0.06
毒死蜱	3.13	88.82	9.18	12.54	89.34	5.72	0.04
马拉硫磷	2.45	79.73	5.98	9.82	84.01	6.77	0.06
杀螟硫磷	2.29	87.34	7.76	9.17	90.66	4.04	0.05
对硫磷	2.76	88.04	6.87	11.04	89.89	3.33	0.05
倍硫磷	3.37	81.31	4.30	13.47	84.16	4.21	0.04
氟节胺	0.72	82.70	8.44	2.89	87.08	3.61	0.01
高效氯氟氰菊酯	1.09	84.40	6.79	4.36	88.53	4.28	0.02
氯氟氰菊酯	1.14	84.50	10.40	4.56	88.82	4.86	0.03
氯氟菊酯	1.33	71.68	7.73	5.32	77.69	6.48	0.03
氟戊菊酯	1.31	79.39	5.35	5.23	87.25	7.30	0.02
溴氟菊酯	1.15	91.59	7.00	4.59	94.12	3.01	0.02
克百威	4.47	98.13	6.77	17.88	103.90	5.32	0.01
仲丁灵	2.48	68.67	3.28	9.92	76.90	7.92	0.03
甲霜灵	2.643	80.70	6.55	10.57	83.33	6.62	0.03
异丙乐灵	2.08	83.50	3.22	8.31	93.97	3.39	0.02
甲萘威	4.125	89.43	9.25	16.57	100.17	6.87	0.02
二甲戊灵	2.89	76.70	2.75	11.56	85.87	7.24	0.02
甲胺磷	3.16	70.03	3.26	12.63	62.97	7.78	0.01
速灭磷	2.38	95.27	5.99	9.54	91.40	4.75	0.01
久效磷	2.22	94.57	3.62	8.89	98.03	8.16	0.02
磷胺	2.32	94.57	3.62	9.31	98.03	8.16	0.03

## 7.1 萃取和液-液分配

称取 10 g 样品(精确至 0.01 g)于 500 mL 具塞三角瓶中(5.2)。加入预先加热到 40℃ 的水,根据样品含水量调整总水量为 100 g。用玻璃棒充分搅动后静置 30 min。再加入 200 mL 丙酮(4.6),在高速匀浆机(5.1)上匀浆 2 min。然后加入 35 g 氯化钠(4.2),100 mL GPC(4.9)流动相,再匀浆 1 min。静置直至分层后收集上层有机相。

用量筒(5.3)准确量取 200 mL 有机相,转移到装有 无水硫酸钠(4.3)的漏斗(5.5)中,过滤至 400 mL 浓缩瓶(5.4)内。漏斗用石英棉(4.5)塞孔,上铺约 100 g 无水硫酸钠。分四次每次用 20 mL GPC 流动相(4.9)洗涤量筒和漏斗,洗涤液同样过滤至 400 mL 浓缩瓶(5.4)中。将浓缩瓶置于旋转蒸发仪(5.6)上(水浴温度 < 40℃)浓缩近干,必要时氮吹。

向浓缩瓶中准确加入 7.5 mL 乙酸乙酯(4.8),旋转浓缩瓶以溶解内壁上的残留[可将浓缩瓶浸入超声波(5.8)中加速溶解],再加入 5 g 混合盐(4.4)和 7.5 mL 环己烷(4.7),使总体积达到 15.0 mL。静置至混合盐沉降后,取出上层溶液,在离心机(5.13)上离心 5 min 后用滤纸筒(5.9)过滤,得到滤液约 10 mL。

## 7.2 净化

### 7.2.1 凝胶渗透色谱净化

#### 7.2.1.1 凝胶渗透色谱柱的装填

将 50 g Bio-Beads(4.10)悬浮在 GPC 流动相(4.9)中,放置过夜使其膨胀。把全部悬浮物一次性倒入色谱柱(容积约 180 mL)(5.10)。待凝胶沉降至约 32 cm 高且无气泡时,塞上尾端适配器,并使其降低至凝胶床基上层。安装在凝胶渗透色谱上即可使用。

如果长期使用后凝胶床基因受压而降低,则应相应调整尾端适配器。

#### 7.2.1.2 净化

将 7.1 得到的约 10 mL 滤液置于进样盘上,运行凝胶渗透色谱仪。

滤液被准确注入 5 mL 的样品环(5.10)内,用 GPC 流动相(4.9)以 5.0 mL/min 的洗脱速度洗脱,收集 23 min~50 min 时间段洗脱液于 150 mL 具塞三角瓶(5.2)中。转移洗脱液于 250 mL 浓缩瓶(5.4)中,用 GPC 流动相(4.9)洗涤三角瓶,洗涤液并入浓缩瓶中。置于旋转蒸发仪(5.6)上浓缩至 1 mL(慢速旋转,浓缩瓶只浸入少部分于水浴中)。用乙酸乙酯(4.8)洗涤浓缩瓶,定容至 5.0 mL。此为溶液 A,用于气相色谱分析或进一步的硅胶柱净化。

### 7.2.2 硅胶层析柱净化

#### 7.2.2.1 硅胶柱的装填

层析柱(5.12)的装填:先填装少量石英棉(4.5),后填入 1.0 g 脱活硅胶(4.14),然后填入 5 mm~10 mm 厚的无水硫酸钠(4.3),最后在层析柱上层再填入少量石英棉(4.5)。

使用前,硅胶层析柱用 5 mL 正己烷(4.11)预淋洗,弃去洗脱液。

#### 7.2.2.2 净化

移取 7.2.1.2 所得溶液 A 2.5 mL 于 250 mL 浓缩瓶(5.4)中,加入 2×10 mL 异辛烷(4.12),置于旋转蒸发仪(水浴温度 30℃~40℃)(5.6)上浓缩至 1 mL 左右,转移至 7.3.1 预淋过的层析柱内,洗脱液用 10 mL 容量瓶(5.14)接收。

##### 7.2.2.2.1 甲苯洗脱

量取 8 mL 甲苯(4.13)做洗脱液。

加入 2 mL 甲苯(4.13)至浓缩瓶中,超声溶解(瓶内仍有未溶物)后转移至层析柱内洗脱,待液面下降到填料上部,再分别用 3×2 mL 甲苯重复上述操作。收集洗脱液,用甲苯定容至 10 mL。此为溶液 B,待色谱分析。

##### 7.2.2.2.2 丙酮洗脱

量取 8 mL 丙酮(4.6)做洗脱液。

加入 2 mL 丙酮(4.6)至浓缩瓶中,超声溶解(瓶内应无未溶物)后转移至层析柱内洗脱,待液面下降到填料上部,再分别用 3×2 mL 丙酮重复上述操作。收集洗脱液,用丙酮定容至 10 mL。此为溶液 C,特色谱分析。

### 7.3 测定

#### 7.3.1 气相色谱(FPD 检测器)

- 靶标物:二嗪磷、甲基对硫磷、毒死蜱、马拉硫磷、杀螟硫磷、对硫磷、倍硫磷;
- 样品溶液:7.2.1.2 所得溶液 A。

##### 7.3.1.1 温度

进样口温度应为 250℃,检测器温度应为 250℃。柱温合适的方法如下:

- 初始温度:50℃;
- 初始时间:1 min;
- 程序升温 1:以 25℃/min 速率由 50℃升至 100℃;
- 程序升温 2:以 5℃/min 速率由 100℃升至 270℃;
- 总运行时间:37 min。

##### 7.3.1.2 气流速率

根据仪器操作手册及分析人员的经验设定气流速率,恒压模式的气流速率如下:

- 载气:氮气,速率 30 cm/s;
- 尾吹气:氮气,19 mL/min;
- 氢气:75 mL/min;
- 空气:100 mL/min。

##### 7.3.1.3 进样方式及模式

自动进样器或其他合适的进样装置,进样量 2 μL,不分流进样。进样后分流阀关闭 0.5 min。

#### 7.3.2 气相色谱(ECD 检测器)

- 靶标物:氟节胺、高效氯氟菊酯、氯氟菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯;
- 样品溶液:7.2.2.1 所得溶液 B。

##### 7.3.2.1 温度

进样口温度应为 250℃,检测器温度应为 300℃。柱温合适的方法如下:

- 初始温度:70℃;
- 初始时间:2 min;
- 程序升温 1:以 30℃/min 速率由 70℃升至 160℃;
- 程序升温 2:以 2.5℃/min 速率由 160℃升至 220℃;
- 程序升温 3:以 5.0℃/min 速率由 220℃升至 260℃;
- 顶温时间:在 260℃保持 10 min;
- 总运行时间:47 min。

##### 7.3.2.2 气流速率

根据仪器操作手册及分析人员的经验设定气流速率,合适的气流速率如下:

- 载气:氮气,2.5 mL/min;
- 尾吹气:氮气,60 mL/min;
- 阳极气:6 mL/min。

##### 7.3.2.3 进样方式及模式

自动进样器或其他合适的进样装置,进样量 1 μL,不分流进样。进样后分流阀关闭 0.5 min。

#### 7.3.3 气相色谱-质谱联用仪

- 靶标物:甲胺磷、速灭磷、克百威、久效磷、甲霜灵、磷胺、仲丁灵、异丙乐灵、二甲戊灵、甲萘威;

——样品溶液,7.2.2.2.1 所得溶液 B,7.2.2.2.2 所得溶液 C。需分别检测。

7.3.3.1 温度

进样口温度 250℃,柱温合适的方法如下:

- 初始温度:70℃;
- 初始时间:2 min;
- 程序升温 1;以 25℃/min 速率由 70℃升至 130℃;
- 程序升温 2;以 2.0℃/min 速率由 130℃升至 220℃;
- 程序升温 3;以 10.0℃/min 速率由 220℃升至 280℃;
- 顶温时间;在 280℃保持 6.60 min;
- 总运行时间;62.00 min。

7.3.3.2 气流速率

根据仪器操作手册及分析人员的经验设定气流速率,适合的气流速率如下:

载气:氮气,1.5 mL/min。

7.3.3.3 进样方式及模式

自动进样器或其他合适的进样装置,进样量 2.0 μL,不分流进样。进样后分流阀关闭 0.5 min。

7.3.3.4 检测器

质谱检测器;电离电压 70 eV,离子源温度 230℃,传输线温度 250℃。

采用选择离子模式检测。选择离子如表 2。

表 2 质谱检测器检测农药的保留时间及选择离子

序号	农药名称	样品溶液	保留时间/ min	目标离子 质荷比	离子 1 质荷比	离子 2 质荷比
1	仲丁灵	B	31.70	266	224	250
2	异丙乐灵	B	32.80	280	238	—
3	二甲戊灵	B	35.36	252	281	—
4	甲胺磷	C	8.17	141	94	95
5	速灭磷	C	11.62 和 12.39	127	164	192
6	久效磷	C	25.22	127	109	192
7	克百威	C	27.02	164	149	—
8	磷胺	C	30.70	264	193	—
9	甲霜灵	C	31.92	206	249	—
10	甲萘威	C	33.93	144	115	201

8 结果计算

8.1 FPD 检测器

以干基计的农药残留量  $R_p$  计,数值以微克每克表示,按式(1)计算:

$$R_p = \frac{c \times 5}{m \times (1 - w) \times F} \times 3 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$c$ ——由标准曲线得出的农药残留浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

$5$ ——溶液最终定容的体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试料质量,单位为克(g);

$w$ ——样品的水分百分含量, %(质量分数);

$F$ ——稀释因子( $F=200/285$ )。

## 8.2 ECD 检测器和 MSD 检测器

以干基计的农药残留量  $R_p$  计,数值以微克每克表示,按式(2)计算:

$$R_p = \frac{c \times 10}{m \times (1 - w) \times F} \times 6 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$c$ ——由标准曲线得出的农药残留浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

10——溶液最终定容的体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试料质量,单位为克(g);

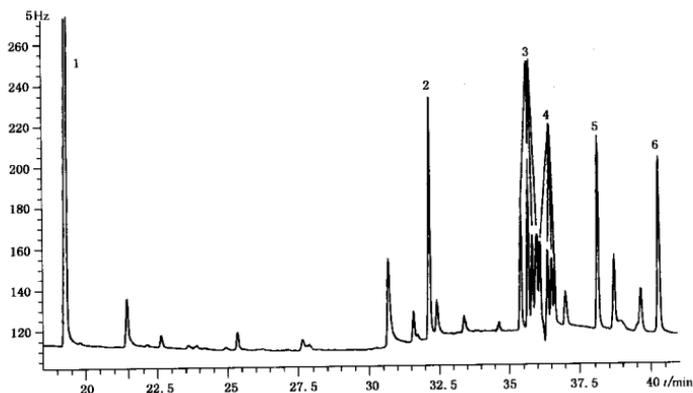
$w$ ——样品的水分百分含量, %(质量分数);

$F$ ——稀释因子( $F=200/285$ )。

## 9 重复性、回收率和检出限

本方法精密度的试验研究结果表 1 给出。

附录 A  
(资料性附录)  
色谱图示例



- 1—19.3 min, 氟节胺;
- 2—32.1 min, 高效氯氟氰菊酯;
- 3—35.6 min, 氟氯氰菊酯(共四个峰);
- 4—36.4 min, 氯氟菊酯(共四个峰);
- 5—38.1 min, 氰戊菊酯;
- 6—40.3 min, 溴氰菊酯。

图 A. 1 a) ECD 检测器 0.05  $\mu\text{g/mL}$  工作标准溶液的色谱图

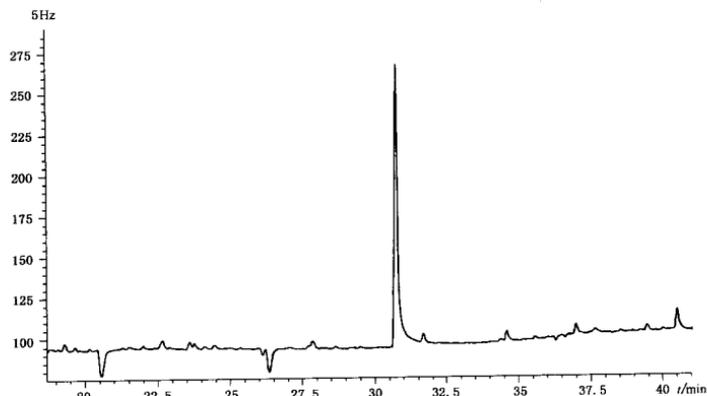
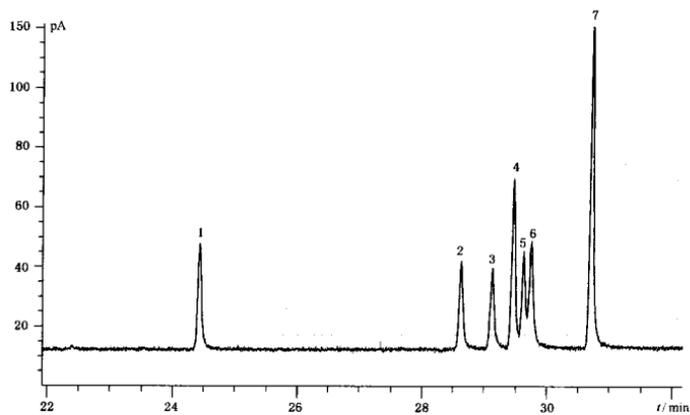


图 A. 1 b) 无氟节胺、高效氯氟氰菊酯、氟氯氰菊酯、氯氟菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯  
农药残留烟草样品的色谱图



- 1—24.4 min, 二嗪磷;  
 2—28.6 min, 甲基对硫磷;  
 3—29.1 min, 毒死蜱;  
 4—29.5 min, 马拉硫磷;  
 5—29.6 min, 杀螟硫磷;  
 6—29.7 min, 对硫磷;  
 7—30.7 min, 倍硫磷。

图 A.2 a) FPD 检测器 1.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$  工作标准液色谱图

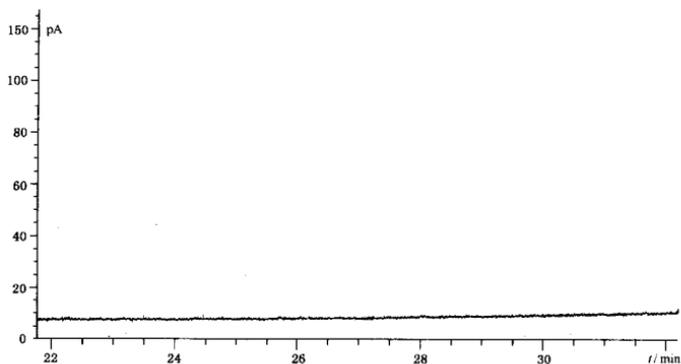
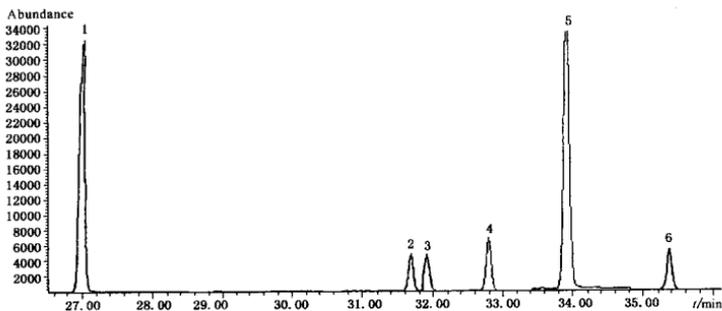


图 A.2 b) 无二嗪磷、甲基对硫磷、毒死蜱、马拉硫磷、杀螟硫磷、对硫磷、倍硫磷  
 农药残留烟草样品色谱图



- 1—27.0 min, 克百威;  
2—31.7 min, 仲丁灵;  
3—31.9 min, 甲霜灵;  
4—32.8 min, 异丙乐灵;  
5—33.9 min, 甲萘威;  
6—35.4 min, 二甲戊灵。

图 A.3 a) MSD 检测器 6 种含氮农药 1.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$  工作标准液的选择离子色谱图

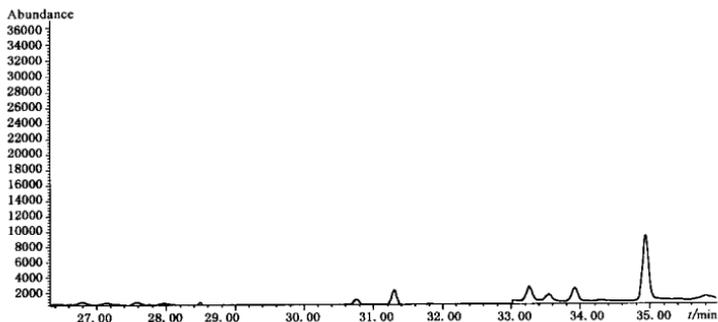
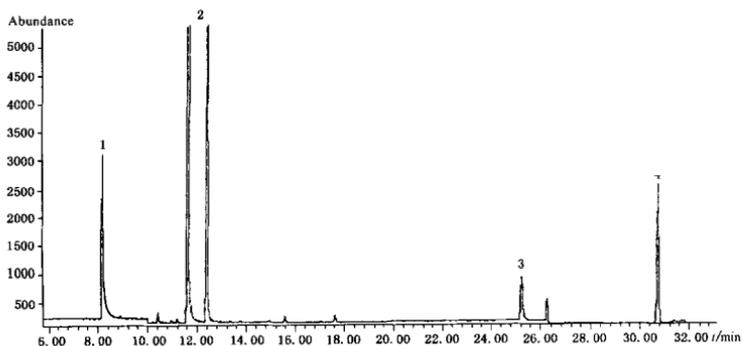


图 A.3 b) 无克百威、甲霜灵、仲丁灵、异丙乐灵、二甲戊灵、甲萘威农药  
残留烟草样品的选择离子色谱图



- 1—8.2 min, 甲胺磷;  
 2—11.6 min 和 12.4 min, 速灭磷;  
 3—25.2 min, 久效磷;  
 4—30.7 min, 磷胺。

图 A.4 a) MSD 检测器四种含磷农药 0.5  $\mu\text{g}/\text{mL}$  工作标准液的选择离子色谱图

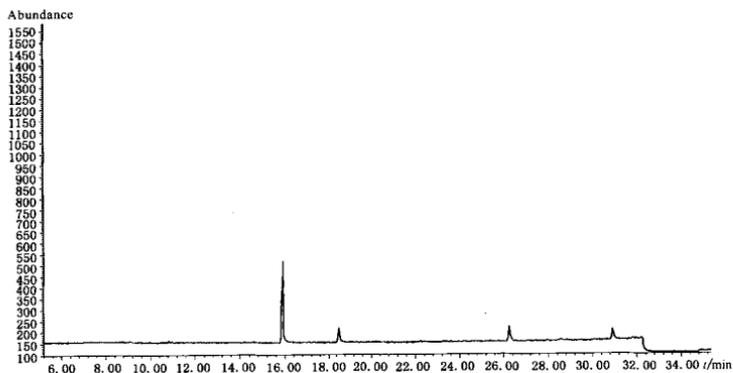


图 A.4 b) 无甲胺磷、速灭磷、久效磷、磷胺  
 农药残留烟草样品的选择离子色谱图