

# 食品中矮壮素和缩节胺分析方法的研究进展\*

张 曦<sup>1</sup>, 金 芬<sup>1</sup>, 钱永忠<sup>1</sup>, 于志勇<sup>2</sup>, 王 静<sup>1</sup>

1( 中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所, 北京, 100081)

2( 中国科学院生态环境研究中心环境水质学国家重点实验室, 北京, 100085)

**摘 要** 近年来由于植物生长调节剂使用不当引起的食品安全问题逐渐增多,而吸引了众多研究人员对其检测方法的研究。矮壮素和缩节胺是我国农业上广泛使用的植物生长调节剂,随着人们对其残留危害的日益关注,痕量矮壮素和缩节胺的分析技术也在不断发展。文中综述了近年来食品中矮壮素和缩节胺分析前处理技术和测定方法的研究进展,并着重介绍了固相萃取法及液相色谱-质谱法,为进一步研究食品中矮壮素和缩节胺的分析检测方法以及开展风险评估提供参考。

**关键词** 矮壮素,缩节胺,植物生长调节剂,检测方法

矮壮素(chlormequat chloride, CQ)和缩节胺(mepiquat chloride, MQ)是我国广泛使用的2种植物生长调节剂,它们可经由叶片、幼枝、芽、根系吸收进入植株体内,抑制赤霉素的合成,从而有效地控制植物徒长,提高农产品产量和品质。国际食品法典委员会(CAC)、欧盟及加拿大、日本等国均已制定了其残留限量标准(MRL),其中日本规定矮壮素、缩节胺在番茄中的MRL分别为0.05, 0.01 mg/kg<sup>[1]</sup>。

研究表明,即使在低于日允许摄入量(ADI)浓度水平下,矮壮素对动物的繁殖能力仍有不良影响<sup>[2~5]</sup>。美国国家职业安全与健康研究所(NIOSH)发布的化学物质毒性数据库(RTECS)已将矮壮素列为疑似内分泌干扰物质<sup>[6]</sup>。至此,矮壮素和缩节胺的残留问题受到了越来越多的关注。然而近年来矮壮素等残留超标现象仍很严重,仅2000年~2002年欧

盟委员会就婴儿食品、鲜果及蔬菜中的矮壮素残留问题,发布了17次快速预警通告。矮壮素和缩节胺的残留已成为影响食品安全的潜在重要因素。

本文综述了近年来食品中矮壮素和缩节胺分析前处理技术和测定方法的研究进展,并着重介绍了固相萃取法(SPE)及液相色谱-质谱法(LC-MS),为开展我国相关领域中矮壮素和缩节胺的分析检测方法研究及风险评估提供参考。

## 1 前处理方法

国内外所建立的矮壮素和缩节胺SPE方法由于所选用的萃取柱和试剂不同,萃取效果也不同。基于矮壮素和缩节胺的物理化学性质,现有的文献主要采用反相固相萃取柱和阳离子交换柱等进行净化(见表1)。

表1 食品中矮壮素和缩节胺的固相萃取方法

方 法	样品基质	固相萃取柱	回收率	备 注
C <sub>18</sub> -SPE 法	谷 类	SPE-C <sub>18</sub> 柱 (BondElut)	CQ: 89%~99%	Vahl et al. [7]
	谷 类	SPE-C <sub>18</sub> 柱	CQ: 94% MQ: 99%	Andersen et al. [8]
	梨, 浓缩梨汁	BondElut SCX	CQ: 梨 81%~85% 浓缩梨汁 90%~93%	Zhao et al. [9]
强阳离子交换 (SCX)-SPE 法	番茄, 梨, 小麦粉	BondElut SCX 或 LiChrolut SCX	CQ: >90% 番茄 92% 小麦粉 96%	Riediker et al. [10]
	梨, 浓缩梨汁, 水果 酱, 谷类制品	LiChrolut SCX	CQ: 88%~96%	Hau et al. [11]

第一作者: 硕士研究生。

\* 中央级公益性科研院所基本科研业务费专项(No: 0032007228), 2008年农业行业标准制修订项目资助  
收稿日期: 2008-06-23, 改回日期: 2008-09-17

如表1所示, C<sub>18</sub>-SPE法是净化矮壮素和缩节胺的常用方法之一。Vahl et al. [7]用甲醇-水-醋酸(体积比75: 24: 1)溶液提取谷类中的矮壮素, 提取液

过 BondElut 的  $C_{18}$  固相萃取柱。柱子的活化条件分别为 5 mL 甲醇和 3 mL 含有 50 mmol/L 醋酸铵的甲醇-水-醋酸溶液(体积比 50 : 49 : 1)。柱子活化后,将含有 1.0 mL 提取液,1.0 mL 水-醋酸溶液(体积比 99 : 1)的混合液匀速通过  $C_{18}$  固相萃取柱,收集前 1 mL 流出液用做液相色谱分析,该方法矮壮素的回收率可达到 89% 以上。

除  $C_{18}$ -SPE 法以外,阳离子交换(strong cation exchange, SCX)-SPE 法也是矮壮素和缩节胺常用的净化方法之一。Zhao et al.<sup>[9]</sup> 将 100 g 梨匀浆后与 100 mL 甲醇混合提取 4h 后过滤,取其中 10 mL 滤液过 SCX 固相萃取柱,柱子的活化条件分别为 5 mL 甲醇和 5 mL 甲醇-水混合液(体积比 2 : 3),上样后依次用 3 mL 水和 3 mL 甲醇-水混合液(体积比 1 : 1)淋洗去除杂质,最后矮壮素用含有 200 mmol/L 醋酸铵的甲醇-水混合液(体积比 1 : 1)洗脱,获得了很好的回收和净化效果,回收率为 81%~85%。此外,该方法也适用于梨汁中的矮壮素的提取净化,回收率可达 90% 以上。在此基础上,Riediker et al.<sup>[10]</sup> 采用在线 SCX-SPE 法对番茄、梨、小麦粉进行提取净化,也取得了较好的回收率。

SPE 法具有操作简便、快速、重现性好等特点,适合提取微量样品,基本能满足实际检验的需要。纵观上述 SPE 法发现,选用特异性强、专属性好 SCX 固相萃取柱或离子对试剂优化处理的  $C_{18}$  固相萃取柱,并选择恰当的洗脱试剂,对食品中的矮壮素和缩节胺均能获得较好的回收净化效果,回收率均在 70% 以上。但该方法的不足之处是洗脱液中常含有酸或碱,从而导致洗脱液难浓缩且对分析柱有一定的损害。

考虑到常规检测的费用及可操作性,2006 年颁布的矮壮素和缩节胺的欧盟标准<sup>[12,13]</sup> 未采纳固相萃取法,而是将样品提取后离心过滤。具体步骤如下:称取 20 g 有代表性的样品放入搅拌杯中,加 360  $\mu$ L 的 d4-矮壮素和 d3-缩节胺内标,加水使得样品和水的总体积为 20 mL,之后加入 40 mL 甲醇并搅拌 2 min,使得提取液总体积为 60 mL,以 3 000 g 离心后,用注射器取 2 mL 上清液过 0.45  $\mu$ m 的针头式过滤器后,用于液相色谱-质谱的测定。王金花<sup>[14]</sup> 在测定番茄及番茄酱等产品时也采用了类似的前处理过程。首先准确称取样品 5.00 g,加水定容至 20 mL,以 2 500 r/min 旋涡混匀 1 min,超声波提取 30 min。再以 8 500 r/min 离心 10 min,取上清液通过 0.2  $\mu$ m

聚丙烯滤膜,用于超高效液相色谱-串联质谱的测定。与固相萃取法相比,该方法无需考虑洗脱液对分析柱的危害问题,为分析蔬菜和水果中的矮壮素和缩节胺残留量提供了快速可行的办法。但由于该过程实际上是样品稀释而不是样品浓缩的过程,所以对于极低浓度的样品的适用性不强。

## 2 分析方法

### 2.1 传统方法

检测矮壮素残留的传统方法包括化学法(水剂 HG2-818-75)、电位滴定法(CIPAC 手册,1988, D,39)以及气相色谱法<sup>[14]</sup>。其中化学法采用化学滴定进行定量分析,如我国国家质量技术监督局颁布的水剂 HG2-818-75 标准是通过硝酸银滴定测定游离氯和总氯,由此计算矮壮素的含量。但该方法灵敏度不高,误差较大,不适合食品中矮壮素和缩节胺的痕量分析。

Allender et al.<sup>[15,16]</sup> 均采用五氟噻吩(PFTP)作为衍生试剂,通过脱去矮壮素分子结构中氮(N)上的甲基和乙基的衍生化反应,建立了棉籽中矮壮素的气相色谱-电子捕获检测(GC-ECD)方法和气相色谱-质谱(GC-MS)方法。虽然 GC-MS 法相对于滴定法等传统方法,在灵敏度上有了很大的改善,且步骤比较简单,只需要一步衍生;但是该方法的不足之处是其衍生产物不包含矮壮素的特征结构,其他季铵类物质也可能发生脱烷基化反应得到相同的衍生产物。因此,该方法对矮壮素或缩节胺来说不具有特异性。

### 2.2 毛细管电泳-质谱(CE-MS)方法

毛细管电泳与质谱联用技术是近年来发展起来的一种新型分离检测技术。它综合了毛细管电泳的高效、快速与质谱强大的检测功能等优点,在生命科学及食品科学研究领域得到了广泛的应用。Núñez et al.<sup>[17]</sup> 采用电喷雾离子源(ESI)作为电离源开展了水中百草枯、敌草快和甲基硫酸离子草吡啶 3 种农药以及矮壮素和缩节胺 2 种植物生长调节剂的 CE-MS 方法研究。作者通过优化鞘液、鞘液组成,电喷雾电压等参数,使用含 200 mmol/L 甲酸胺(pH=3)的体积分数 50% 甲醇溶液作为运行电解质定量测定以上 5 种物质。在相应的浓度范围内,峰面积与样品浓度呈现良好的线性关系,且迁移时间和峰面积的相对标准偏差分别在 1.0% 和 2.0% 以内,方法重现性好。

### 2.3 液相色谱-质谱(LC-MS)方法

液相色谱-紫外(LC-UV)技术是目前检测极性

化合物的一个重要手段,但由于矮壮素和缩节胺 2 种植物生长调节剂本身不含有发色基团,所以常规的紫外检测器无法直接检测。而近年来发展起来的质谱技术,特别是双级质谱(MS-MS)技术,克服了 LC-

UV 技术缺乏特异性以及难以准确定量的问题。LC-MS、LC-MS-MS 和飞行时间质谱(TOF-MS)等方法进行矮壮素和缩节胺分析的方法屡见报道,根据所用色谱柱的类型大致可以分为以下 5 类(见表 2)。

表 2 食品中矮壮素和缩节胺的 LC-MS 方法

检测方法	样品基质	液相色谱柱	质谱类型	备注
离子交换 色谱法	梨、梨汁	WCX, SCX	LC-ESI-MS-MS	Zhao et al. [9]
	番茄、梨、小麦粉	GromSil SCX	LC-ESI-MS-MS	Riediker et al. [10]
	梨、梨汁、果酱、谷类制品	SCX	LC-ESI-MS-MS	Hau et al. [11]
	谷类	S5 ODS1	LC-ESI-MS-MS	Vahl et al. [7]
	猪血清、猪奶	S5 ODS1	LC-ESI-MS-MS	Poulsen et al. [19]
反相色谱法	水	Kromasil C <sub>8</sub>	LC-ESI-MS	Castro et al. [20,21]
	梨	Hypersil ODS, Hypersil BDS C <sub>18</sub>	LC-ESI-MS-MS	Evans et al. [22]
	梨	IonPac CG12A, IonPac CS12A	LC-ESI-MS-MS	Peeters et al. [23]
聚合物载体色谱法	蘑菇、梨、小麦粉 和水果泥	Shodex RSpak DE-613, DE-413	LC-ESI-MS-MS	Lutz et al. [24]
	番茄及其制品	BEH HILIC	LC-ESI-MS-MS	王金花等人 [14]
亲水色谱法	水、蔬菜	HILIC	LC-ESI-MS-MS	Guo [25]

Thurman et al. [18] 比较了大气压化学电离源 (APCI) 和 ESI 2 种电离方式对矮壮素和缩节胺分析灵敏度的影响,结果表明,矮壮素和缩节胺这类带正电荷的调节剂对 ESI<sup>+</sup> 比 APCI<sup>+</sup> 更敏感。所以在分析矮壮素和缩节胺时,几乎所有的研究人员都选择 ESI 作为电离源。

单级质谱在给定的分析参数下,仅通过改变锥孔电压 (cone voltage),即能产生稳定的基峰 [M-Cl]<sup>+</sup> 离子 (CQ: 121.8 (m/z); MQ: 113.96 (m/z))。而在双级质谱条件下,改变碰撞能量,样品进入一级质谱后即产生 [M-Cl]<sup>+</sup> 离子;母离子 [M-Cl]<sup>+</sup> 离子进入二级质谱后发生  $\alpha$  断裂,接着发生氢重排及 i 断裂,矮壮素产生有显著丰度的 57.86 (m/z) 及 62.74 (m/z) 离子碎片,定量离子选择丰度较高的 57.86 (m/z);缩节胺产生有显著丰度的 57.84 (m/z) 及 97.81 (m/z) 离子碎片,定量离子选择丰度较高的 97.81 (m/z) [14]。

ODS(octadecyl silane)柱是最常用的反相色谱柱。Vahl et al. [7] 使用 S5 ODS1 色谱柱 (250 mm × 2 mm),流动相为含 50 mmol/L 醋酸铵的乙腈-甲醇-水-醋酸 (体积比 53:21:5:1) 溶液,分析了谷物中矮壮素残留,分析时间为 15 min,检测限可以达到 9  $\mu$ g/kg。相对于传统的电位滴定法及气相色谱法等,灵敏度有了显著的提高。但是由于矮壮素阳离子易与 ODS 柱固定相上残留的硅羟基发生反应,所以色谱峰会变宽,且拖尾的现象比较严重。Poulsen

et al. [19] 对方法进行了改进,在 S5 ODS1 色谱柱前连接了 1 个小的保护柱,并将流动相优化为 25% 含 50 mmol/L 醋酸铵的水-乙腈 (体积比 99:1) 溶液和 75% 含 50 mmol/L 醋酸铵的乙腈-甲醇-醋酸 (体积比 71:29:1) 溶液,测定了猪血清和猪奶中的矮壮素残留。对于以上 2 种样品基质来说,矮壮素的保留时间稳定,检测限分别为 0.2  $\mu$ g/kg 和 0.3  $\mu$ g/kg。Castro et al. [20] 采用 Kromasil C<sub>8</sub> (200 mm × 2.1 mm, 5  $\mu$ m) 色谱柱,梯度洗脱分离水中的 5 种季铵化合物,流动相分别为含 15 mmol/L 七氟丁酸的水溶液 (pH=3.3) 和乙腈。因为在流动相中添加了七氟丁酸作为离子对试剂,相对于没有添加离子对试剂的流动相来说,峰形和灵敏度都有所改善,其检测限可以达到 6~85 ng/L。

SCX 是强阳离子交换柱,固定相以超纯硅胶为基质,表面键合有芳香族磺酸基团,从机理上来说更适合分析亲水性的碱性物质。Hau et al. [11] 选用 SCX 柱 (150 mm × 2 mm),流动相为含 50 mmol/L 醋酸铵的甲醇-水 (体积比 1:1),10  $\mu$ L 的进样量,测定了食物中的矮壮素残留。Riediker et al. [10] 用在线 SPE-LC-ESI-MS-MS 的方法检测梨、番茄和小麦粉等样品基质中的矮壮素和缩节胺残留,为了避免残留物污染 SPE 柱,作者在每次测样后用含有 1% 醋酸的甲醇-水 (体积比 1:1) 溶液冲洗自动进样器的进样针和样品环。Peeters et al. [23] 也利用在线 SPE-LC-

ESI-MS-MS 技术分析了梨中的矮壮素含量,进样量为 25  $\mu\text{L}$ ,流动相是含 20 mmol/L 硫酸的乙腈-水溶液,流速为 1.0 mL/min,所需分析时间是 12 min。Zhao et al.<sup>[9]</sup>在相同进样量及柱内径(4.6 mm)条件下测定了梨及梨汁中矮壮素的含量,并比较了弱阳离子(weak cation exchange, WCX)柱和 SCX 柱的效果。结果表明,SCX 柱对矮壮素的保留更强,峰也相对更宽,所以作者建议选择 WCX 交换柱用于日常检测。与 4.6 mm 内径的 WCX 柱相比,内径为 2 mm 的 WCX 柱更适合质谱分析,进样量也可以由 20  $\mu\text{L}$  减少至 5  $\mu\text{L}$ 。而 Evans et al.<sup>[22]</sup>从色谱峰的不对称性和峰宽的角度比较了用 ODS 柱与 SCX 柱测定梨中矮壮素含量的效果,结果表明在流动相中添加离子对试剂的 ODS 柱较 SCX 柱更优越,该方法也适用于水样的分析。

Guo<sup>[25]</sup>采用了 HILIC(hydrophilic interaction chromatography)柱测定了 5 种季铵类化合物,包括乙酰胆碱,胆碱,甜菜碱,矮壮素及缩节胺等。该色谱柱在不需要离子对试剂的情况下就能够分离矮壮素及缩节胺,并获得很好的灵敏度。已有的研究表明,HILIC 柱的固定相能够更好的保留季铵类化合物,并且具有良好的选择性。流动相中乙腈的比例、柱温、缓冲盐的类型以及浓度等参数对分离效果都有显著的影响。当用单级质谱作为检测器时,方法的灵敏度比用反相色谱法高出 75 倍左右,非常适合矮壮素及缩节胺的分析。近年来,随着超高效液相色谱-双级质谱(UPLC-MS-MS)技术的发展,王金花等人<sup>[14]</sup>用粒径仅为 1.7  $\mu\text{m}$  的 BEH HILIC 柱(150 mm  $\times$  2.1 mm),乙腈和含 0.1% 甲酸的 10 mmol/L 醋酸铵(体积比 6:4)溶液作为流动相,流速 0.25 mL/min,进样体积 3  $\mu\text{L}$ ,测定了番茄及其制品中矮壮素和缩节胺残留。该方法的检出限为 0.8  $\mu\text{g/kg}$ ,检测时间仅需约 2 min,完全满足番茄及其制品中矮壮素和缩节胺残留量的快速、高灵敏度的分析要求。

### 3 结 论

由于矮壮素和缩节胺均为强极性、阳离子化合物,阳离子交换色谱柱、添加离子对试剂的反相色谱柱及 HILIC 柱对其均能达到很好的分离测定效果;而 CE-MS、LC-MS 及 LC-MS-MS 等质谱联用技术的应用提高了矮壮素和缩节胺分析的灵敏度。特别是近年来发展起来的 UPLC-MS-MS 技术,在很大程度上缩短了测试的时间,为实现矮壮素和缩节胺的快

速分析提供了可能。

### 参 考 文 献

- 1 食品中农业化学品残留限量编委会. 日本肯定列表制定食品中农业化学品残留限量 药品卷[M]. 北京: 中国标准出版社, 2006
- 2 Tomer H, Blottner S, Kuhla S, et al. Influence of chlorocholine chloride-treated wheat on selected in vitro fertility parameters in mice [J]. Reprod Toxicol, 1999, 13: 399~404
- 3 Sorensen M T, Danielsen V. Effect of the plant growth regulator, chlormequat, on mammalian fertility [J]. Int J Androl, 2006, 29: 129~132
- 4 Hagemeister H, Kuhla S, Langhammer M, et al. Study of the influence of chlorocholine chloride (CCC, chlormequat) on selected fertility parameters in lab mice [J]. Schrift Bundes Ernaehrung Landwirtschaft Forsten Reihe A Angewandte Wissenschaft, 1999, 483: 207~210
- 5 Andersen H R, Anderson A. Environ. Comparison of short-term estrogenicity tests for identification of hormone-disrupting chemicals [J], Environ. Health Prospect, 1999, 107 (Supply 1): 89~108
- 6 [http://www.scorecard.org/health-effects/chemicals-2.tcl?short\\_hazard\\_name=endo&all\\_p=t](http://www.scorecard.org/health-effects/chemicals-2.tcl?short_hazard_name=endo&all_p=t)
- 7 Vahl M, Graven A, Juhler R K. Analysis of Chlormequat residues in grain using liquid chromatography-mass spectrometry (LC-MS/MS) [J]. Fresenius J, Anal, Chem, 1998, 361: 817~820
- 8 Andersen J H, Bille R L L, Granby K, et al. An inter-comparison study of the determination of Glyphosate, Chlormequat and Mepiquat residues in wheat [J]. Food Addit Contam, 2007, 24 (2): 140~148
- 9 Zhao Y, Lazou K, Schelfaut M, et al. Determination of Chlormequat residues in pears and pear concentrates by Benchtop LC-ESI-MS [J]. Chromatogr, 2000, 51: 531~535
- 10 Riediker S, Obrist H, Varga N, et al. Determination of Chlormequat and Mepiquat in pear, tomato, and wheat flour using on-line solid-phase extraction (Prospekt) coupled with liquid chromatography-electrospray ionization tandem mass spectrometry [J]. J Chromatogr A, 2002, 966: 15~23
- 11 Hau J, Riediker S, Varga N, et al. Determination of the plant growth regulator chlormequat in food by liquid chromatography-electrospray ionisation tandem mass spectrometry [J]. J, Chromatogr A, 2000, 878: 77~86
- 12 EN15054 2006, Non fatty foods-Determination of

- chlormequat and mepiquat - LC-MS method
- 13 EN15055 2006, Non fatty foods-Determination of chlormequat and mepiquat - LC-MS-MS method
  - 14 王金花, 卢晓宇, 黄 梅, 等. 超高效液相色谱—质谱法快速分析番茄及其制品中矮壮素和缩节胺残留量[J]. 分析化学, 2007, 35 (10): 1 509~1 512
  - 15 Allender W J. Determination of Chlormequat residues in cotton seed by gas chromatography [J]. Pestic. Sci, 1992, 35: 265~269
  - 16 Mortimer R D, Weber D F. Weber some comments on a recently proposed method of determining Chlormequat residues by derivatization with Pentafluorothiophenol [J]. Pestic Sci, 1994, 40: 31~35
  - 17 Nñez O, Moyano E, Galceran M T. Capillary electrophoresis-mass spectrometry for the analysis of quaternary ammonium herbicides [J]. J Chromatogr A, 2002, 974: 243~255
  - 18 Thurman E M, Ferrer I, Barcelo D. Choosing between atmospheric pressure chemical ionization and electrospray ionization interfaces for the HPLC/MS analysis of pesticides [J], Anal. Chem, 2001, 73: 5 441~5 449
  - 19 Poulsen M E, Christensen H B, Srensen M T, et al. Determination of Chlormequat in pig serum and sow milk by LC-MS/MS [J]. Anal Bioanal Chem, 2007, 389: 1 799~1 804
  - 20 Castro R, Moyano E, Galceran M T. On-line ion-pair solid-phase extraction-liquid chromatography-mass spectrometry for the analysis of quaternary ammonium herbicides [J]. J Chromatogr A, 2000, 869: 441~449
  - 21 Castro R, Moyano E, Galceran M T. Galceran. Ion-Trap versus quadrupole for analysis of quaternary ammonium herbicides by LC-MS [J]. Chromatogr, 2001, 53: 273~278.
  - 22 Evans C S, Startin J R, Goodall D M, et al. Goodall et al. Improved sensitivity in detection of Chlormequat by liquid chromatography-mass spectrometry [J]. J Chromatogr A, 2000, 897: 399~404
  - 23 Peeters M C, Defloor I, Coosemans J, et al. Simple ion chromatographic method for the determination of Chlormequat residues in pears [J]. J Chromatogr A, 2001, 920: 255~259
  - 24 Alder L, Startin J R. Determination of Chlormequat and Mepiquat in foods by liquid chromatography/mass spectrometry or liquid chromatography/tandem mass spectrometry; Interlaboratory study [J]. J AOAC Int, 2005, 88: 1 762~1 776
  - 25 Guo Y. Analysis of quaternary amine compounds by hydrophilic interaction chromatography/mass spectrometry (HILIC/MS) [J]. J Liq Chromatogr Related Technol, 2005, 28: 497~512

## Research Progress in Determination of Chlormequat Chloride and Mepiquat Chloride in Food

Zhang Xi<sup>1</sup>, Jin Fen<sup>1</sup>, Qian Yongzhong<sup>1</sup>, Yu Zhiyong<sup>2</sup>, Wang Jing<sup>1</sup>

1( Institute of Quality Standard and Testing Technology for Agro-product, Chinese Academy of Agricultural Sciences, Beijing 100081, China;

2( State Key Lab of Environmental Aquatic Chemistry, Research Center for Eco-Environmental Sciences, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100085, China)

**ABSTRACT** More and more food safety problems have been raised by the extensive use of the plant growth regulators (PGR). However, the establishment of reliable determination methods is still underway. Chlormequat Chloride (CQ) and Mepiquat Chloride (MQ) are two PGRs widely used methods in China. In this article, the trace analysis methods of these PGRs were developed. The progress of the clean-up techniques and the detection methods of these two PGRs were introduced, especially on the solid phase extraction (SPE) method and liquid chromatography—mass spectrography (LC-MS). They provide a reference for the further research on analysis method of CQ and MQ as well as the risk assessment in food.

**Key words** chlormequat chloride, mepiquat chloride, plant growth regulator, analysis methods