

# 固相微萃取技术在昆虫信息化学物质 提取中的应用进展\*

苏钟琪\*\* 董 祥 谢雯其 马 涛\*\*\* 温秀军\*\*\*

(华南农业大学林学与风景园林学院, 广州 510642)

**摘 要** 目前, 固相微萃取 (Solid phase microextraction, SPME) 技术的广泛应用为多个领域发展提供了便利, 其优点是方便了现场采样和样品制备, 实现了高通量的自动化操作, 与气相色谱、质谱等一起联用, 便于远程监测。当下依旧需要对该技术的速度、效率和专一性进一步提高。随着 SPME 技术使用范围的扩大, 在昆虫领域方面的研究逐步扩展, 从植物源挥发物到昆虫表皮挥发物, 再到昆虫性信息素和卵挥发物等方面的应用逐渐增多。本文综述固相微萃取方法及优缺点, 以及提取不同昆虫化学物质的最优萃取材料, 以期在选择最佳的萃取方法和材料提供参考, 从而减少制备样品前处理所需时间, 提高样品制备的速度和效率。

**关键词** 固相微萃取; 萃取纤维材料; 性信息素; 化学物质

## Application of solid phase microextraction to the extraction of insect semio-chemicals

SU Zhong-Qi\*\* DONG Xiang XIE Wen-Qi MA Tao\*\*\* WEN Xiu-Jun\*\*\*

(College of Forestry and Landscape Architecture, South China Agricultural University, Guangzhou 510642, China)

**Abstract** The increasing application of solid phase microextraction (SPME) technology has improved the development of various fields. The advantages of this technology are that it facilitates on-site sampling and sample preparation, realizes high-throughput automatic operation, and can be combined with gas chromatography and mass spectrometry for remote monitoring. Further improvements to the speed, efficiency and specificity of this technology are, however, still required. SPME has now been applied to plant and insect volatiles, insect sex pheromones and egg volatiles. Here, we summarize the methods, disadvantages and advantages of solid-phase microextraction, and the optimal extraction materials for different insect semio-chemicals. The purpose of this review is to provide a reference for the selection of optimal methods and materials, thereby increasing the speed and efficiency of sample preparation.

**Key words** solid phase microextraction; extraction of fiber materials; sex pheromones; chemical substances

固相微萃取 (Solid phase microextraction, SPME) 是一种包含采样、萃取和富集的样品前处理方法, 克服了传统样品制备的几个缺点, 如: 对于复杂样品需要多种方法配合进行处理, 操作步骤多容易损坏样品、周期时间长、劳动强度大及多数操作反复进行。SPME 的发展是为了能够

适应实验室和现场分析处理新型样品的需求, 于 1993 年商品化 (马健和柳意, 2006; 傅若农, 2015)。最早的固相微萃取技术形式为纤维针式固相微萃取 (Fiber-SPME), 之后陆续出现了管内固相微萃取技术 (In-tube-SPME)、搅拌棒式固相微萃取技术 (Stir bar sorption extraction,

\*资助项目 Supported projects: 广东省林业科技创新项目 (2019KJCX016)

\*\*第一作者 First author, E-mail: 1297486435@qq.com

\*\*\*共同通讯作者 Co-corresponding authors, E-mail: matao@scau.edu.cn; wenxiujun@scau.edu.cn

收稿日期 Received: 2022-11-16; 接受日期 Accepted: 2023-03-07

SBSE), 目前, Fiber-SPME 和 SBSE 用于气、液、固体中的挥发性、半挥发性、难挥发性物质的萃取、分析和富集, 并同气相色谱、液相色谱和色谱-质谱等分析仪器联合使用, 这些技术的出现使富集倍数和萃取效率得到进一步提高 (Aufartová *et al.*, 2011; 徐刚等, 2013)。

SPME 一般是用固体支撑架固定需要萃取的定量物品, 将萃取纤维置于样品中一段时间, 待达到吸附平衡之后迅速进行脱附、分析。固相微萃取主要有 3 种基本方式: 直接萃取(Direct immersion, DI)、顶空萃取(Headspace, HS)和膜保护萃取( Popiel and Popiel, 2011; Feng *et al.*, 2021; 吴哲宽等, 2021)。直接萃取时, 将装有萃取纤维的针头直接插入到样品中, 将基质样品中的分析物吸附在萃取相中; 顶空萃取时, 先将分析组分从液相中扩散渗透到气相中, 之后从气相转移到萃取固定相中; 膜保护萃取时, 利用微孔膜将有机相和水相隔开, 在微孔膜的油水接触界面上进行萃取或反萃取。通过搅拌可以加快分析物从样品基质到萃取纤维的传导速率, 从而加快萃取速率。SPME 成功研发归因于其商业化, 现主要以单相和多相吸附剂为主, 单相吸附剂有聚丙烯酸酯 (Polyacrylate, PA)、聚二甲基硅氧烷 (Polydimethylsiloxane, PDMS) 和聚乙二醇 (Carbowax, CW), 多相吸附剂有二乙烯基苯 (Divinylbenzene, DVB)/专利碳吸附剂( Carboxen, CAR)/聚二甲基硅氧烷 (DVB/CAR/PDMS)、聚二甲基硅氧烷/二乙烯基苯 (PDMS/DVB)、专利碳吸附剂/聚二甲基硅氧烷 (CAR/PDMS) (Souza Silva *et al.*, 2013)。商品萃取头有一些缺点: 种类很少, 很难适应所有的需要, 例如常规萃取头不能适应一些选择性很高的萃取要求, 热稳定性和机械强度差, 选择性不好, 对极性基质中的极性化合物萃取效率低, 其品种只限于各种膜厚的聚二甲基硅氧烷 (PDMS)、二乙烯基苯 (DVB)、聚丙烯酸酯 (PA)、专利碳吸附剂 (CAR) 和聚乙二醇 (CW) 及其结合体, 如 PDMS/DVB、PDMS/CAR 或 CW/DVB (Souza Silva *et al.*, 2017)。为了解决这一难题, 人们研究合成对分析物具有高选择性吸着剂, 使用少量吸着剂就可以有效地萃取目标化合物, 这样人们

可以使用很便宜的聚合物来制备 SPME 萃取头, 并且这种聚合物制备的 SPME 萃取头可以适应一定范围的 pH 和温度, 机械强度和重复性俱佳。

美国 Supelco 公司共有 22 款以 PDMS (Polydimethylsiloxane)、CAR (Carboxen)、DVB (Divinylbenzene) 和 PA (Polyacrylate) 4 种萃取材料或材料组合制备的 SPME 产品, 分别针对挥发性、半挥发性、极性以及非极性物质的 SPME 分析 (陆峰和刘荔荔, 1998)。青岛贞正分析仪器有限公司共有 17 款以 PDMS、DVB、PA、CAR、SiO<sub>2</sub>、AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 和 PES 7 种萃取材料组合制备的 SPME 产品。其中双极性涂层针对非极性、极性或两者都需要萃取的物质 (He *et al.*, 2016)。与吸附剂不同的是, 在固体涂层中, 分析物的提取是通过吸附进行的, 在提取过程中, 分析物迁移到吸附剂的孔隙中, 然后通过各种相互作用, 如  $\pi$ - $\pi$  键、氢或范德瓦尔斯相互作用, 与吸附剂表面相互作用。当使用固体涂层时, 孔隙分布和孔径的大小很重要, 因为它们保留给定分析物的能力与孔径直接相关; 具体地说, 一个孔大约可以保留其直径一半大小的分析物。CAR 由大量微孔组成, 开孔直径为 2-20 Å; 因此, 它不能有效地吸附或解吸大分子量的分子。相反, DVB 表现出高度的中孔 (范围从 20-500 Å), 因此不能令人满意地吸附小分子 (Souza Silva *et al.*, 2013)。本文为选择最佳的萃取方法和材料提供参考, 从而减少制备样品前处理所需时间, 增加其制备速度和效率。

## 1 固相微萃取的优点与适用范围

固相微萃取有 6 大优点: (1) 不需要溶剂的样品处理技术, 实现了样品从吸附浓缩到进样再到解析, 二次污染可以忽略不计。(2) 与传统的固相萃取 (Solidphase extraction, SPE)、液液萃取 (Liquid-liquid extraction, LLE) 相比, SPME 设备携带方便, 操作简单、灵敏、高效、成本低。(3) 可同气相色谱 (Gas chromatography, GC)、质谱 (Mass spectrometer, MS) 和高压液相色谱 (High-pressure liquid chromatography,

HPLC)等多种现代分析仪器联用。(4)样品量要求小,对样品体系的原始平衡造成影响小,适用于现场采样和野外采样分析。(5)在线自动化能力强,以及对复杂的实际样品具有高质量定性和定量分析结果的能力。(6)SPME 方法为动态平衡萃取、非完全萃取,应用面更宽。

SPME 是应用范围较广的样品制备技术。SPME 可以对环境中的水、土、植物等污染物以及对空气进行检测(Ras *et al.*, 2009; Lan *et al.*, 2020; 李宇宇等, 2020),如农药残留、酚类、醛类、苯系物、胺类、脂肪酸、多氯联苯、多环芳烃、非离子表面活性剂以及无机金属离子、有机金属化合物等。SPME 还应用于医药、临床及执法等各方面(Dewulf *et al.*, 2002; 余忠宁等, 2019),如法医毒物检测中,由于涉及目标物的含量低且能够得到的检材量少,因此在收集法医毒物及其代谢物的过程中使用(任建新等, 2018)。SPME 在食品领域中的应用更加广泛,对于不同风味食品研究逐渐丰富。一种新的定量测定红葡萄酒薄荷味中 9 种萜类成分的方法,该方法结合顶空 SPME-Arrow 提取和 GC-MS/MS 分析,萃取选用 PDMS/DVB 光纤,电离能为 30 eV,可优化分析物的检测(马雯等, 2015; 李博恩等, 2018; Lisanti *et al.*, 2021; 张文娟和周考文, 2021)。SPME 还能应用于监测虫害,Laopongsit 等(2014)在检测小麦籽粒害虫时,通过改变固相微萃取纤维种类、提取时间、提取温度和解吸时间,建立了检测侵害指示物挥发性成分的最佳方法。王新花等(2015)采用 SPME-GC-MS 测定了自主研发的缓释型和普通型双条杉天牛 *Semanotus bifasciatus* 引诱剂在林间使用 0、10 和 30 d 后的主要挥发性物质的种类和含量,检测结果表明,2 种引诱剂共检测出主要挥发性物质 31 种,其中对双条杉天牛的引诱具有重要作用的烯类化合物 21 种。

## 2 固相微萃取在昆虫性信息素提取中应用

SPME 由于具有使用方便等优点,广泛应用于提取昆虫体表挥发物、性信息素、聚集信息素、

产卵抑制信息素、昆虫的卵挥发物或者虫粪中的信息素等,也常用于植物源的样品采样(Saïd *et al.*, 2005; 魏成梅等, 2021)。由于昆虫产生的具有生物活性的化合物非常少,同时产生的化合物种类繁多,但化学性质相似,因此结合高效分离系统(如 GC/EAD、GC/MS 和 GC/FT-IR)的技术往往是首选的方法(Zarbin and Vidal, 2020; Gaffke and Alborn, 2021)。

固相微萃取技术提取昆虫性信息素方法如下:(1)将 SPME 手柄固定在适宜的高度和角度或者手持,让 SPME 针头伸进养虫笼内接近一头已呈现求偶姿态的雌性尾部(大多数昆虫求偶状态为腹部末端上翘),如香梨优斑螟 *Euzophera pyriella* 和茶银尺蠖 *Scopula subpunctaria*,将纤维头用手柄推出保护针外(图 1),等待纤维头将昆虫性信息素吸附在表面之后,立刻将纤维头插进气相色谱(GC)进样口进行热解吸附,在气相色谱柱中分离(李咏玲等, 2010; 马涛等, 2018)。

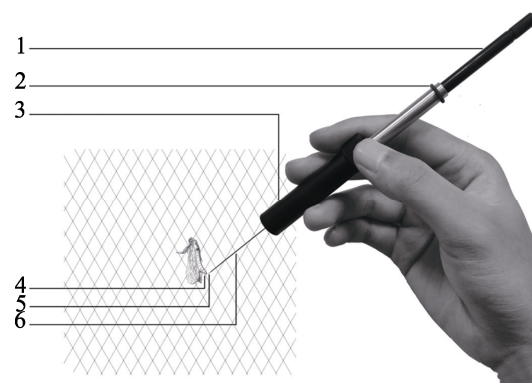


图 1 手持 SPME 提取性信息素示意图

Fig. 1 Hand held SPME to extract sex pheromone

1. 活塞; 2. 橡胶圈; 3. 金属手柄; 4. 雌虫腺体;
5. SPME 纤维; 6. 不锈钢针。
1. Piston; 2. Rubber band; 3. Metal handle; 4. Female insect glands; 5. SPME fiber; 6. Stainless steel needle.

(2)在立体显微镜下直接用萃取纤维摩擦昆虫的腺体,如使用 PDMS/DVB 纤维摩擦冷麻醉白蚁 *Termites* 的胸腺(Lacey *et al.*, 2011),或者通过使用血管夹(10 mm×2.15 mm, Fine Science Tools Inc, Foster City, CA)强行挤出腺体并保持,然后使用便携式 SPME 现场采样器,用纤维在昆

虫腺体的背侧或者腹侧部分摩擦约 1 min，然后收回纤维（Foster and Anderson, 2018），表面化学物质积累在纤维上后，直接将萃取头插入气相色谱-质谱联用仪(GC-MS)。(3)将昆虫放于 2 mL 的圆柱形带间隔盖的玻璃瓶中，使昆虫暴露在自然光周期下，室内模仿自然日光循环，将自动取样器靠近装有昆虫的玻璃瓶旁，持续提取瓶中的挥发性物质，直到昆虫在夜间表现出停止释放信息素的迹象（Levi-Zada *et al.*, 2011）。(4)将昆虫研磨碎，使用溶剂提取样品。向样品中加入提取溶剂（1 mL），以 2 000 r/min 离心 5 min，将提取的样品转移到 2 mL 分析瓶中。将固相微

萃取器直接插入瓶中，在室温下放置 16 h。然后，使用气相色谱-质谱联用仪（GC-MS）进行分析（Al-Khshemawee *et al.*, 2018）。(5) Sledge 等（2000）提取社会黄蜂 *Polistes dominulus* 信息素（重醇、碳氢化合物和酸）的方法是：将一种 7 mm PDMS 直接插入活标本的分泌腺中，但这样会牺牲样本个体。在提取昆虫挥发性物质的过程中，往往由于昆虫种类不同，不清楚哪种纤维材料的萃取头效果最好，本文罗列了部分不同种类的萃取纤维提取不同昆虫性信息素的方法（表 1），旨在为提取昆虫挥发性物质的过程中，选择更适合的萃取纤维头提供参考。

表 1 不同种类的萃取纤维对不同昆虫性信息素的提取方法  
Table 1 Extraction of different insect sex pheromones by different kinds of extraction fibers

| 萃取材料<br>Extracted material | 昆虫<br>Insect                           | 提取时间<br>Extraction time | 提取温度（℃）<br>Extraction temperature（℃） | 提取化合物<br>Extraction compound | 参考文献 Reference                  |
|----------------------------|----------------------------------------|-------------------------|--------------------------------------|------------------------------|---------------------------------|
| PDMS                       | 棉铃虫 <i>Helicoverpa armigera</i>        | -                       | 28-30                                | 醛类                           | 鲁玉杰等, 2001                      |
|                            | 叶螟 <i>Phyllonorycter acerifoliella</i> | 2-4 h                   | 13-15                                | 酯类                           | Mozūraitis <i>et al.</i> , 2000 |
|                            | 香烟甲虫 <i>Lasioderma serricorne</i>      | 2 h                     | 22                                   | 酮类                           | Guarino <i>et al.</i> , 2020    |
|                            | 橄榄果蝇 <i>Bactrocera oleae</i>           | 1 h                     | 25                                   | 酯类                           | Levi-Zada <i>et al.</i> , 2012  |
|                            | 社会黄蜂 <i>Polistes dominulus</i>         | -                       | 25                                   | 醇类/烷烃类                       | Sledge <i>et al.</i> , 2000     |
|                            | 樟子松蛾 <i>Phyllonorycter sylvella</i>    | 3 h                     | 25                                   | 酯类                           | Augusto and Valente, 2002;      |
|                            | 芝麻虫 <i>Sesamia nonagriodes</i>         | 5 min                   | 22±1                                 | 醇类/酯类                        | Frérot <i>et al.</i> , 1997     |
|                            | 黑夜蛾 <i>Heliothis virescens</i>         | 1 min                   | 25                                   | 醛类                           | Foster and Anderson, 2018       |
|                            | 赤眼蜂 <i>Trichogramma turkestanica</i>   | 20-50 h                 | 25±2                                 | 烷烃类                          | van Beek <i>et al.</i> , 2005   |
|                            | 杨桃螟 <i>Eucosma notanthes</i>           | 5 min                   | 25                                   | 醇类                           | Chu <i>et al.</i> , 2005        |
|                            | 美洲大蠊 <i>Periplaneta americana</i>      | 12 h                    | 25                                   | 烯烃类                          | Saïd <i>et al.</i> , 2005       |
|                            | 菜青虫 <i>Pieris rapae</i>                | -                       | 25                                   | 酯类/醇类/醛类                     | Li <i>et al.</i> , 2016         |
|                            | 小枣蛾 <i>Batrachedra amydraula</i>       | 2 h                     | 25                                   | 酯类                           | Levi-Zada <i>et al.</i> , 2013  |
| PDMS/DVB                   | 白蚁 <i>Termites</i>                     | 12 s                    | 25                                   | 醇类/烷烃类                       | Wen <i>et al.</i> , 2015        |
|                            | 大蜡螟 <i>Galleria mellonella</i>         | 5 min                   | 50                                   | 酮类                           | 刘位芬等, 2018                      |
|                            | 美洲大蠊 <i>Periplaneta americana</i>      | 12 h                    | 25                                   | 烯烃类                          | Saïd <i>et al.</i> , 2005       |
|                            | 沙蝇 <i>Sandflies</i>                    | 6 h                     | 15/30/45                             | -                            | Goulart <i>et al.</i> , 2017    |
| PDMS/CAR/DVB               | 云南松毛虫 <i>Dendrolimus houi</i>          | 3 h                     | 24-27                                | 醇类/酯类                        | 孔祥波等, 2010                      |

3 固相微萃取在昆虫表皮挥发物提取中应用

昆虫表皮挥发性化学物质由碳氢化合物组成，有助于保护昆虫表皮和化学交流或者通过散

发出作为驱虫剂的挥发性分泌物来抵御捕食者。在群居昆虫中，这些挥发性化合物是重要的符号化学物质，在识别同巢伴侣、等级和性别等过程起着不可或缺的作用，Ferreira-Caliman 等(2012)使用 SPME 法证明了一种苯乙烯-二乙烯基苯聚合物可以用于从活体昆虫中提取表皮碳氢化合

物，在实验探索中证明德国小蠊 *Blattella germanica* 释放有活性的挥发物可起到一定引诱作用，引起群体聚集（邱文毅等, 2014）。对于不同昆虫，其表皮挥发物也有所区别，本文总结了固相微萃取不同种类的萃取纤维在不同昆虫表皮挥发物提取中的应用（表 2）。

表 2 不同种类的萃取纤维对不同昆虫表皮挥发物的提取  
Table 2 Extraction of volatiles from different insect epidermis by different kinds of extraction fibers

| 萃取材料<br>Extracted material | 昆虫<br>Insect                           | 提取时间<br>Extraction time | 提取温度 (°C)<br>Extraction temperature (°C) | 提取化合物<br>Extraction compound | 参考文献<br>Reference                                      |
|----------------------------|----------------------------------------|-------------------------|------------------------------------------|------------------------------|--------------------------------------------------------|
| PDMS/CAR/DVB               | 赤拟谷盗 <i>Tribolium castaneum</i>        | 4 h                     | 30                                       | 醇类/酯类等                       | Laopongsit <i>et al.</i> , 2014                        |
|                            | 马铃薯甲虫 <i>Leptinotarsa decemlineata</i> | 40 min                  | 105                                      | 烷烃类/醛类/酮类等                   | Wojciechowska and Gołębiowski, 2020                    |
|                            | 黄粉虫 <i>Tenebrio molitor</i>            | 40 min                  | 105                                      | 烷烃类/醛类/酮类等                   |                                                        |
|                            | 地中海头角炎果蝇 <i>Ceratitis capitata</i>     | 16 h                    | 25±5                                     | 酯类/烯烃类等                      | Al-Khshemawee <i>et al.</i> , 2018                     |
|                            | 蜜蜂 <i>Apis mellifera</i>               | 30 min                  | 50                                       | 烯烃类/烷烃类                      | Haber <i>et al.</i> , 2019                             |
|                            | 芫菁 Blister beetle                      | 35 min                  | 85                                       | 酮类等                          | Mehdinia <i>et al.</i> , 2011                          |
|                            | 欧洲臭虫 <i>Graphosoma lineatum</i>        | 15 min                  | 25                                       | 醛类/醇类/芳香化合物                  | Šanda <i>et al.</i> , 2012                             |
|                            | 巴西“恐龙”蚂蚁 <i>Dinoponera quadriceps</i>  | 2 min                   | 25                                       | 烷烃类                          | Augusto and Valente, 2002; Frérot <i>et al.</i> , 1997 |
| PDMS                       | 圭亚那圣甲虫 <i>Scarabaeus aloeus</i>        | 5 min                   | 25                                       | 酮类/酯类                        | Augusto and Valente, 2002                              |
| CWR/PDMS                   | 温带臭虫 <i>Cimex lectularius</i>          | 5 min                   | 28                                       | 醛类/酯类                        | Cannon <i>et al.</i> , 2020                            |
| DVB/CAR/PDMS/StableFlex    | 织带衣蛾 <i>Tineola bisselliella</i>       | 2 h                     | 25                                       | 醛类                           | Arnault <i>et al.</i> , 2012                           |
| PDMS/DVB                   | 桃果蝇 <i>Bactrocera zonata</i>           | 2 h                     | 25                                       | 醛类/酯类                        | Levi-Zada <i>et al.</i> , 2020                         |
|                            | 德国小蠊 <i>Blattella germanica</i>        | 1 h                     | 25                                       | 醇类/酮类                        | 邱文毅等, 2014                                             |

4 固相微萃取在植物源挥发性物质中的应用

不同植物有不同的挥发性次生物质，并以一定的比例构成该种植物的化学指纹图。大部分存在于植物的花、叶、果实等部位。植物的不同部位、不同种类产生的挥发物质种类有明显的差异，如叶片的气味物质种类较为复杂，其中醇类化合物最多，其次是萜烯类和芳香类、少量酮类和烃类化合物，果实中主要是酯类和萜烯类，在花中产生的化合物主要以芳香类、酯类和萜烯类化合物为主（靳泽荣和张金桐, 2017；张静静等, 2019）。植食性昆虫在与寄主植物长期的协同进化过程中，逐渐形成了利用寄主植物的气味寻找

寄主植物的能力，因此可以利用寄主植物的挥发物来诱集植食性昆虫。植食性金龟子由于取食部位的不同，有的对绿叶挥发物敏感，有的对花的挥发物敏感，如丽金龟科和花金龟科的金龟子，取食和求偶都在花上，这些金龟子的感觉细胞对花的挥发物敏感，所以可以利用花的挥发物来诱集金龟子，作为预测预报和防治工作的手段（鲁继红, 2008）。昆虫的寄主植物中存在多种挥发性物质，这些物质在昆虫求偶交配、寄主定向、刺激昆虫产卵等行为过程中起着非常重要的作用，但昆虫往往仅需接收到其中的一小部分化合物即可，能使昆虫准确定位适合的寄主而避开非寄主植物吸引植食性昆虫的挥发物，一般被称为资源指示气味，利用昆虫寄主植物中的挥发物质诱杀害虫已经成为害虫综合防治与治理的重要

措施（刘亚强等，2007；樊建庭等，2013；滕小慧等，2017）。

植物与昆虫协同进化过程中，植物源挥发物对昆虫的生理及行为活动均有影响（巩雪芳等，2018）。张凡等（2020）通过气相色谱-触角电位联用仪（GC-EAD）和 Y 型嗅觉仪，测定枸杞红

瘿蚊 *Jaapiella* sp.对枸杞花蕾挥发物的电生理和行为反应，筛选关键活性挥发物。李大鹏等（2013）研究表明，使用 SPME 检测法相对于其他检测法如 SDE 检测法，检测出来的物质更多，且更加接近真实的状态。本文总结了部分运用 SPME 技术提取昆虫选择的寄主植物的挥发物（表 3）。

表 3 不同种类的萃取纤维对不同寄主植物挥发物的提取

Table 3 Extraction of volatiles from different host plants by different kinds of extraction fibers

| 萃取材料<br>Extracted<br>material | 植物<br>Plant                             | 提取时间<br>Extraction<br>time | 提取温度（℃）<br>Extraction<br>temperature（℃） | 提取化合物<br>Extraction<br>compound | 参考文献<br>Reference  |
|-------------------------------|-----------------------------------------|----------------------------|-----------------------------------------|---------------------------------|--------------------|
| PDMS/C<br>AR/DVB              | 家榆 <i>Ulmus pumila</i>                  | 2 h                        | 25                                      | 酯类/萜烯类                          | 鲁继红, 2008          |
|                               | 蓖麻（叶） <i>Ricinus communis</i> （leaf）    | 2 h                        | 25                                      | 酯类/醛类/醇类等                       |                    |
|                               | 虎榛子 <i>Ostryopsis davidiana</i>         | 30 min                     | 40                                      | 酯类/萜烯类/芳香化<br>合物等               | 靳泽荣等, 2016         |
|                               | 紫花苜蓿（叶） <i>Medicago sativa</i> （leaf）   | -                          | -                                       | 酮类/醇类/酯类等                       | 张静静等, 2019         |
|                               | 紫花苜蓿（茎） <i>Medicago sativa</i> （stem）   |                            |                                         | 醇类/酯类/酮类等                       |                    |
|                               | 紫花苜蓿（花） <i>Medicago sativa</i> （flower） |                            |                                         | 醇类/酯类/烷烃类等                      |                    |
|                               | 细叶云南松 <i>Pinus yunnanensis</i>          | 15 min                     | 75                                      | 萜烯类/醇类/醛类等                      | 吴东山等, 2021         |
|                               | 宁夏枸杞（花） <i>Lycium barbarum</i> （flower） | 40 min                     | 25                                      | 醇类/醛类/烷烃类等                      | 张凡等, 2020          |
|                               | 三裂绣线菊 <i>Spiraea trilobata</i>          | 30 min                     | 40                                      | 醇类/酯类/萜烯类等                      | 靳泽荣和张金<br>桐, 2017  |
|                               | 臭椿 <i>Ailanthus altissima</i>           | 35 min                     | 40                                      | 萜烯类/醇类/烷烃类等                     | 李大鹏等, 2013         |
|                               | 落叶松 <i>Larix gemelinii</i>              | 20 min                     | 30                                      | 萜烯类/醇类/酮类等                      | 徐伟等, 2009          |
|                               | 酸枣 <i>Ziziphus jujuba</i>               | 1 h                        | 25                                      | 萜烯类/酯类                          | 杨立军等, 2012         |
|                               | 木枣 <i>Zizyphus jujuba</i>               | 1 h                        | 25                                      | 萜烯类/酯类                          |                    |
|                               | 扁蓿豆 <i>Melissilus ruthenicus</i>        | -                          | -                                       | 醇类/酯类/酮类等                       | 白泽珍等, 2021         |
|                               | 黑豆 <i>Glycine max</i>                   |                            |                                         | 醇类/醛类/酯类等                       |                    |
|                               | 野大豆 <i>Glycine soja</i>                 |                            |                                         | 醇类/醛类/酯类等                       |                    |
| PDMS                          | 水稻 <i>Oryza sativa</i>                  | 40 min                     | 25                                      | 醇类/酯类/萜烯类等                      | 苏贻娟等, 2012         |
|                               | 樟树 <i>Cinnamomum camphora</i>           | 40 min                     | 35                                      | 萜烯类/醇类/醛类等                      | 邱华龙等, 2017         |
|                               | 黄桃 <i>Amygdalus persica</i>             | 30 min                     | 25                                      | 萜烯类/醇类/醛类等                      | Xiang et al., 2017 |

## 5 展望

树叶表面产生的挥发性植物成分（李军，2016），不仅可以帮助昆虫找到食物来源，还可以找到交配对象，此类化合物包括苯甲醛、苯乙醛或己醛，自然界中的许多香料都属于醛类，动物和植物都能产生醛，这些化合物具有各种性

质，其中之一就是吸引力，这几类物质的提取最适合用 PDMS/CAR/DVB 或 PDMS 这 2 款材料。鳞翅目昆虫对桃树果实中产生的醛类（辛醛、壬醛、癸醛和苯甲醛）有反应（San Román et al., 2015）。Xiang 等（2017）通过桃子的挥发物提取实验提出，醛类特别是壬醛对于雌性梨小食心虫 *Grapholitha molesta* 更有吸引力，未来设计应

侧重雌性诱杀。多数昆虫性信息素由 2 种以上组分组成, 仅用单一组分作为性信息素的昆虫很少。鳞翅目雌蛾性信息素主要是 C12、C14、C16 和 C18 等碳链化合物, 终端为乙酸酯、醛、醇和烃类化合物, 少数为酮类, 一般链上带有 1-2 个双键(马涛等, 2019, 2013), 洋槐蠹蛾 *Prinoxystus robiniae* 性信息素为顺-3, 反-5-十四碳二烯醇醋酸酯。有些蛾类性信息素组分非常特殊, 如棉潜蛾 *Lyonetiidae* 的性信息素为 Z9-十四碳硝酸酯和 Z8-十三碳硝酸酯, 雄蛾性信息素几乎全是简单的醛、醇、羧酸和萜类, 其分子量小、挥发性高, 如大蜡螟 *Galleria mellonella* 雄蛾分泌物为正壬醛和正十一醛(Mori *et al.*, 2015)。对于昆虫性信息素中含有这几类物质的提取, 最适合用 PDMS/CAR/DVB、PDMS/DVB、PDMS 这 3 款材料, 因为聚二甲基硅氧烷/二乙烯基苯(PDMS/DVB)纤维可用于分析脂肪酸水样或昆虫脂类中的脂肪酸酯(Banel and Zygmunt, 2008; Cerkowniak *et al.*, 2018), 并且可以借鉴 Bojke 等(2020)建立的一种测定醛类物质的方法, 采用顶空固相微萃取器纤维取样同气相色谱-质谱联用分析。

目前, 在昆虫化学物质提取过程中所用的 SPME 材料主要是以 PDMS、PDMS/DVB 和 DVB/CAR/PDMS 这 3 种材料为主, 其中复合材料在提取未知成分方面更具有优势, 将这 3 种材料在气相色谱进样器中进行萃取参数、解吸时间和温度的对比选择, 其中 DVB/CAR/PDMS 是目前优先选择的混合吸附剂材料, 被认为是最适合用于分子中含有 5-13 个碳原子以及醛类分析的纤维。SPME 技术的广泛应用为多个领域的发展提供便利, 其优点是方便了现场采样和样品制备, 实现了高通量的自动化操作, 与气相色谱、质谱等一起联用, 在远程监测应用方面都十分广泛, 但仍然存在不足之处, 如批次之间纤维萃取平行差、萃取纤维记忆效应较为严重、萃取纤维寿命短。SPME 技术在昆虫化学物质的提取方面具有很大潜力, 萃取纤维制备工艺、涂层材料表面物化性质以及在使用萃取纤维过程中还需要做出改进, 当下依旧需要对该技术的速度、效率

和专一性进一步提高。现阶段, 国内外利用昆虫自身行为和生理特征现象来进行害虫的防治, 以利用昆虫性信息素和植物源挥发物为主, 不仅能减少环境污染, 而且防治效果明显。但是由于昆虫化学物质释放量少, 利用率低, 且由于仪器检测不充分等原因, 仍有很多昆虫的活性组分无法检测出, 因此迫切需要更深入的研究, 为昆虫提取技术打下坚实基础, 为更好地开展昆虫性信息素组分的研究提供技术参考。

## 参考文献 (References)

- Al-Khshemawee H, Du X, Agarwal M, Yang JO, Ren YL, 2018. Application of direct immersion solid-phase microextraction (DI-SPME) for understanding biological changes of Mediterranean fruit fly (*Ceratitis capitata*) during mating procedures. *Molecules*, 23(11): 2951.
- Arnault I, Decoux M, Meunier E, Hebbinckuys T, Macrez S, Auger J, De Reyser D, 2012. Comparison in vitro and in vivo efficiencies of three attractant products against webbing clothes moth *Tineola bisselliella* (Hummel) (Lepidoptera: Tineidae). *Journal of Stored Products Research*, 50: 15–20.
- Aufartová J, Mahugo-Santana C, Sosa-Ferrera Z, Santana-Rodríguez JJ, Nováková L, Solich P, 2011. Determination of steroid hormones in biological and environmental samples using green microextraction techniques: An overview. *Analytica Chimica Acta*, 704(1/2): 33–46.
- Augusto F, Valente ALP, 2002. Applications of solid-phase microextraction to chemical analysis of live biological samples. *Trends in Analytical Chemistry*, 21(6/7): 428–438.
- Bai ZZ, Yang MH, Zhao X, 2021. Comparison of two methods for the collection of volatiles from three legumes. *Grassland and Turf*, 41(2): 84–91. [白泽珍, 杨美红, 赵祥, 2021. 2 种方法收集 3 种豆科植物挥发物的成分分析. *草原与草坪*, 41(2): 84–91.]
- Banel A, Zygmunt B, 2008. Application of combination of solid phase microextraction and gas chromatography for determination of volatile fatty acids in environmental and related samples. *Ecological Chemistry and Engineering S-Chemia I Inżynieria Ekologiczna S*, 15(1): 7–28.
- Bojke A, Tkaczuk C, Bauer M, Kamysz W, Gołębiowski M, 2020. Application of HS-SPME-GC-MS for the analysis of aldehydes produced by different insect species and their antifungal activity. *Journal of Microbiological Methods*, 169: 105835.
- Cannon C, Stejskal S, Perrault KA, 2020. The volatile organic



- compound profile from *Cimex lectularius* in relation to bed bug detection canines. *Forensic Chemistry*, 18: 100214.
- Cerkowniak M, Bogus MI, Wloka E, Stepnowski P, Gołębowski M, 2018. Application of headspace solid-phase microextraction followed by gas chromatography coupled with mass spectrometry to determine esters of carboxylic acids and other volatile compounds in *Dermestes maculatus* and *Dermestes ater* lipids. *Biomedical Chromatography*, 32(2): e4051.
- Chu T, Hung C, Hsu C, 2005. Solid-phase microextraction for the investigation of sex pheromone of *Eucosma notanthes* Meyrick. *Talanta*, 65(3): 743–749.
- Dewulf JO, Van Langenhove H, Wittmann G, 2002. Analysis of volatile organic compounds using gas chromatography. *Trends in Analytical Chemistry*, 21(9/10): 637–646.
- Fan JT, Meng JG, Zhao LL, Sun JH, 2013. Field trapping utilizing an aggregation pheromone and host volatiles on the Japanese pine sawyer *Monochamus alternatus* Hope (Coleoptera: Cerambycidae). *Chinese Journal of Applied Entomology*, 50(5): 1274–1279. [樊建庭, 孟俊国, 赵莉茜, 孙江华, 2013. 聚集性信息素和植物源信息素对松墨天牛的联合诱捕作用. 应用昆虫学报, 50(5): 1274–1279.]
- Feng JJ, Feng JQ, Ji XP, Li CY, Han S, Sun HL, Sun M, 2021. Recent advances of covalent organic frameworks for solid-phase microextraction. *Trends in Analytical Chemistry*, 137: 116208.
- Ferreira-Caliman MJ, Turatti I, Lopes NP, Zucchi R, Nascimento FS, 2012. Analysis of insect cuticular compounds by non-lethal solid phase micro extraction with styrene-divinylbenzene copolymers. *Journal of Chemical Ecology*, 38(4): 418–426.
- Foster SP, Anderson KG, 2018. Differential pheromone sampling of the gland of female *Heliothis virescens* moths reveals glandular differences in composition and quantity. *Journal of Chemical Ecology*, 44(5): 452–462.
- Frérot B, Malosse C, Cain AH, 1997. Solid - phase microextraction (SPME): A new tool in pheromone identification in lepidoptera. *Journal of High Resolution Chromatography*, 20(6): 340–342.
- Fu RN, 2015. Development of solid phase microextraction (SPME) in recent years. *Chinese Journal of Analysis Laboratory*, 34(5): 602–620. [傅若农, 2015. 固相微萃取(SPME)近几年的发展. 分析实验室, 34(5): 602–620.]
- Gaffke AM, Alborn HT, 2021. Desorption temperature, solid-phase microextraction (SPME), and natural product analyses, how low can we go? *Journal of Chemical Ecology*, 47(2): 134–138.
- Gong XF, Xie SA, Che XR, Lu SJ, Lu N, 2018. Relationship between insect pheromones and host volatiles in green control and research progress review. *Shaanxi Forest Science and Technology*, 46(5): 91–98. [巩雪芳, 谢寿安, 车显荣, 吕淑杰, 吕妮, 2018. 昆虫信息素与寄主挥发物在绿色防控中的关系及研究进展. 陕西林业科技, 46(5): 91–98.]
- Goulart TM, Tosta CD, Machado VE, Da Rocha Silva FB, De Castro CF, Ortiz DGS, Oliveira WHC, Pinto MC, 2017. Solid phase microextraction, sand flies, oviposition pheromones, plaster of Paris and siloxanes—What is in common? *Acta Tropica*, 168: 50–53.
- Guarino S, Basile S, Caimi M, Carratello A, Manachini B, Peri E, 2020. Insect pests of the Herbarium of the Palermo botanical garden and evaluation of semiochemicals for the control of the key pest *Lasioderma serricorne* F. (Coleoptera: Anobiidae). *Journal of Cultural Heritage*, 43: 37–44.
- Haber M, Mishyna M, Martinez JJ, Benjamin O, 2019. Edible larvae and pupae of honey bee (*Apis mellifera*): Odor and nutritional characterization as a function of diet. *Food Chemistry*, 292: 197–203.
- He M, Yang ZY, Guan WN, Gonçalves CMV, Nie J, Wu H, 2016. GC-MS analysis and volatile profile comparison for the characteristic smell from Liang-wai Gan Cao (*Glycyrrhiza uralensis*) and honey-roasting products. *Journal of Chromatographic Science*, 54(6): 879–887.
- Jin ZR, Liu ZX, Chen XP, Zhang JT, 2016. Analysis of volatile components from *Ostryopsis davidiana* leaves using HS-SPME&GC-MS. *Subtropical Plant Science*, 45(4): 329–331. [靳泽荣, 刘志雄, 陈旭鹏, 张金桐, 2016. 虎榛子叶片挥发性成分 HS-SPME&GC-MS 分析. 亚热带植物科学, 45(4): 329–331.]
- Jin ZR, Zhang JT, 2017. Analysis of volatile components from *Spiraea trilobata* L. leaves using HS-SPME&GC-MS. *Journal of Shanxi Agricultural Sciences*, 45(5): 729–731. [靳泽荣, 张金桐, 2017. HS-SPME&GC-MS 分析三裂绣线菊叶片的挥发性物质. 山西农业科学, 45(5): 729–731.]
- Kong XB, Zhao LL, Zhang Z, Wang HB, Bai FH, Yu GM, 2010. Solid-phase microextraction of pheromone components of *Dendrolimus houi* (Lepidoptera: Lasiocampidae) and their characterization by gas chromatography-mass spectrometry and GC-electroantennographic detection. *Acta Entomologica Sinica*, 53(8): 857–863. [孔祥波, 赵莉茜, 张真, 王鸿斌, 柏芳华, 于国民, 2010. 松毛虫性信息素的固相微萃取及质谱和触角电位分析. 昆虫学报, 53(8): 857–863.]
- Lacey MJ, Sémon E, Krasulová J, Sillam-Dussès D, Robert A, Cornette R, Hoskovec M, Žáček P, Valterová I, Bordenau C, 2011. Chemical communication in termites: syn-4, 6-dimethylundecan-1-ol as trail-following pheromone, syn-4, 6-dimethylundecanal and (5E)-2, 6, 10-trimethylundeca-5, 9-dienal as the respective



- male and female sex pheromones in *Hodotermopsis sjoestedti* (Isoptera, Archotermopsidae). *Journal of Insect Physiology*, 57(12): 1585–1591.
- Lan H, Hartonen K, Riekkola M, 2020. Miniaturised air sampling techniques for analysis of volatile organic compounds in air. *Trends in Analytical Chemistry*, 126: 115873.
- Laopongsit W, Szrednicki G, Craske J, 2014. Preliminary study of solid phase micro-extraction (SPME) as a method for detecting insect infestation in wheat grain. *Journal of Stored Products Research*, 59: 88–95.
- Levi-Zada A, Fefer D, Anshelevitch L, Litovsky A, Bengtsson M, Gindin G, Soroker V, 2011. Identification of the sex pheromone of the lesser date moth, *Batrachedra amydracula*, using sequential SPME auto-sampling. *Tetrahedron Letters*, 52(35): 4550–4553.
- Levi-Zada A, Levy A, Rempoulakis P, Fefer D, Steiner S, Gazit Y, Nestel D, Yuval B, Byers JA, 2020. Diel rhythm of volatile emissions of males and females of the peach fruit fly *Bactrocera zonata*. *Journal of Insect Physiology*, 120: 103970.
- Levi-Zada A, Nestel D, Fefer D, Nemni-Lavy E, Deloya-Kahane I, David M, 2012. Analyzing diurnal and age-related pheromone emission of the olive fruit fly, *Bactrocera oleae* by sequential SPME-GCMS analysis. *Journal of Chemical Ecology*, 38(8): 1036–1041.
- Levi-Zada A, Sadowsky A, Dobrinin S, David M, Ticuchinski T, Fefer D, Greenberg A, Blumberg D, 2013. Reevaluation of the sex pheromone of the lesser date moth, *Batrachedra amydracula*, using autosampling SPME-GC/MS and field bioassays. *Chemoecology*, 23(1): 13–20.
- Li BE, Qiu YJ, Li XY, He J, Yang PH, 2018. Research progress of flavor chemistry of aquatic products based on SPME technology. *Journal of Agriculture*, 8(11): 62–67. [李博恩, 仇玉洁, 李晓月, 贺江, 杨品红, 2018. 基于 SPME 技术的水产品风味化学研究进展. 农学学报, 8(11): 62–67.]
- Li DP, Cao YX, Chen NZ, Ma F, Yu YX, Li ZH, Chen HJ, 2013. Studies on volatiles compounds from leave of *Ailanthus altissima* extracts by simultaneous distillation extractor and solid phase micro-extraction. *Plant Quarantine*, 27(1): 1–6. [李大鹏, 曹逸霞, 陈乃中, 马菲, 于艳雪, 李志红, 陈洪俊, 2013. 固相微萃取和同时蒸馏萃取法分析臭椿叶挥发性组分的初步研究. 植物检疫, 27(1): 1–6.]
- Li J, 2016. Research progress in the volatile organic compounds of plant. *Ecology and Environmental Sciences*, 25(6): 1076–1081. [李军, 2016. 植物挥发性有机化合物研究方法进展. 生态环境学报, 25(6): 1076–1081.]
- Li Y, Mathews RA, 2016. In vivo real-time monitoring of aphrodisiac pheromone release of small white cabbage butterflies (*Pieris rapae*). *Journal of Insect Physiology*, 91/92: 107–112.
- Li YL, Han FS, Zhang JT, 2010. Review on insect sex pheromone. *Journal of Shanxi Agricultural Sciences*, 38(6): 51–54. [李咏玲, 韩福生, 张金桐, 2010. 昆虫性信息素研究综述. 山西农业科学, 38(6): 51–54.]
- Li YY, Gegen T, Trigele, Sun L, Hao JF, Jiang XW, Jia YS, 2020. Optimization of HS-SPME-GC-MS for determination of volatile components in natural forage by response surface methodology. *Heilongjiang Animal Sciences and Veterinary Medicine*, 593(5): 93–97, 100, 150–151. [李宇宇, 格根图, 特日格乐, 孙林, 郝俊峰, 降晓伟, 贾玉山, 2020. 响应曲面法优化 HS-SPME-GC-MS 测定天然牧草中挥发性成分工艺研究. 黑龙江畜牧兽医, 593(5): 93–97, 100, 150–151.]
- Lisanti MT, Laboyrie J, Marchand-Marion S, De Revel G, Moio L, Riquier L, Franc C, 2021. Minty aroma compounds in red wine: Development of a novel automated HS-SPME-arrow and gas chromatography-tandem mass spectrometry quantification method. *Food Chemistry*, 361: 130029.
- Liu YQ, Peng DY, Qi ZJ, 2007. Evaluation of cytotoxicity of three botanical insecticidal activities against the midgut cell of *Mythimna separata*. *Chinese Journal of Applied Entomology*, 44(5): 676–679. [刘亚强, 彭大勇, 祁志军, 2007. 三种植物源杀虫活性成分对东方粘虫中肠细胞的毒力测定. 应用昆虫学报, 44(5): 676–679.]
- Lu F, Liu LL, 1998. The principle, application and development of solid-phase microextraction technology. *Foreign Medical Sciences Section on Pharmacy*, 25(3): 173–177. [陆峰, 刘荔荔, 1998. 固相微萃取技术的原理, 应用及发展. 国外医学: 药学分册, 25(3): 173–177.]
- Lu JH, 2008. Extraction and identification of semiochemicals about *Holotria diomphalia* Bates. Master dissertation. Harbin: Northeast Forestry University. [鲁继红, 2008. 东北大黑鳃金龟信息物质的提取与鉴定. 硕士学位论文. 哈尔滨: 东北林业大学.]
- Lu YJ, Zhang XX, Zhai BG, 2001. Application of solid phase microextraction (SPME) in studying sex pheromones of *Helicoverpa armigera*. *Journal of Nanjing Agricultural University*, 24(2): 49–52. [鲁玉杰, 张孝羲, 翟保平, 2001. 固相微量萃取法在棉铃虫性信息素研究中的应用. 南京农业大学学报, 24(2): 49–52.]
- Ma J, Liu Y, 2006. Application progress of solid-phase microextraction technology. *Journal of Liaoning Teachers College*, 8(3): 17–18. [马健, 柳意, 2006. 固相微萃取技术应用进展. 辽宁师专学报, 8(3): 17–18.]
- Mao T, Huang ZJ, Zhu Y, Lin N, Xiao Q, He YR, Wen XJ, 2019.

- Progress in sex pheromone components in Geometrid species (Lepidoptera: Geometridae) and their applications. *Scientia Silvae Sinicae*, 55(5): 152–162. [马涛, 黄志嘉, 朱映, 林娜, 肖强, 何余容, 温秀军, 2019. 尺蛾科昆虫性信息素组分特征及应用进展. 林业科学, 55(5): 152–162.]
- Ma T, Lin N, Liu XB, Zhang N, Zhang MY, Huang XN, Wen XJ, 2018. Insect pheromone extraction and analysis of insect pheromone. *Experimental Technology and Management*, 35(12): 68–71. [马涛, 林娜, 刘小蓓, 张娜, 张曼玉, 黄夏宁, 温秀军, 2018. 昆虫性信息素提取与分析. 实验技术与管理, 35(12): 68–71.]
- Ma T, Zhang M, Zhu XJ, Yang XC, Li YZ, Wen XJ, 2013. Active components and structural features of insect sex pheromones in Pyraloidea. *Chinese Journal of Ecology*, 32(12): 3378–3384. [马涛, 张蒙, 朱雪姣, 杨兴翠, 李奕震, 温秀军, 2013. 螟蛾总科昆虫性信息素活性组分及结构特征. 生态学杂志, 32(12): 3378–3384.]
- Ma W, Li Z, Bai Y, Liu HW, 2015. Application of ambient mass spectrometry for rapid screening in food safety. *Journal of Food Safety and Quality*, 6(12): 4695–4701. [马雯, 栗则, 白玉, 刘虎威, 2015. 敞开式离子化质谱在食品安全快速筛查中的应用. 食品安全质量检测学报, 6(12): 4695–4701.]
- Mehdinia A, Asiabi M, Jabbari A, Abtahi SM, 2011. Analysis of cantharidin in false blister beetles (Coleoptera: Oedemeridae) by headspace solid-phase microextraction and gas chromatography-mass spectrometry. *Journal of Chromatography B*, 879(27): 2897–2901.
- Mozūraitis R, Būda V, Jonušaitė V, Borg-Karlson, AK, Noreika R, 2000. Sex pheromones of *Phyllonorycter acerifoliella* and *Ph. heegerella* and communication peculiarities in three species of leafmining moths. *Entomologia Experimentalis et Applicata*, 94(1): 15–23.
- Mori K, Akasaka K, 2015. Pheromone synthesis. Part 256: Synthesis of the four stereoisomers of 5,11-dimethylpentacosane, a new sex pheromone component of the male *Galleria mellonella* (L.), with high stereochemical purities as determined by the derivatization-HPLC analysis of the eight stereoisomers of 5,11-dimethyl-8-pentacosanol. *Tetrahedron*, 71(24): 4102–4115.
- Popiel S, Sankowska M, 2011. Determination of chemical warfare agents and related compounds in environmental samples by solid-phase microextraction with gas chromatography. *Journal of Chromatography A*, 1218(47): 8457–8479.
- Qiu HL, Zhao DY, Mo X, Xu JZ, Jie YZ, Qin CS, 2017. The impact of *Polylopha cassicola* damage on the volatiles of *Cinnamomum camphora* leaves. *Journal of Environmental Entomology*, 39(2): 464–470. [邱华龙, 赵丹阳, 莫羨, 徐金柱, 揭育泽, 秦长生, 2017. 肉桂双瓣卷蛾为害对樟树叶片挥发物的影响. 环境昆虫学报, 39(2): 464–470.]
- Qiu WY, Wen P, Wu HL, He DY, Guo FQ, Mo JC, Qian J, 2014. Component analysis of volatile attractants from *Blattella germanica*. *Chinese Journal of Vector Biology and Control*, 25(3): 235–238. [邱文毅, 文平, 吴海磊, 何德雨, 郭峰琦, 莫建初, 钱进, 2014. 德国小蠊虫体挥发物成分分析. 中国媒介生物学及控制杂志, 25(3): 235–238.]
- Ras MR, Borrull F, Marcé RM, 2009. Sampling and preconcentration techniques for determination of volatile organic compounds in air samples. *Trends in Analytical Chemistry*, 28(3): 347–361.
- Saïd I, Gaertner C, Renou M, Rivault C, 2005. Perception of cuticular hydrocarbons by the olfactory organs in *Periplaneta americana* (L.) (Insecta: Dictyoptera). *Journal of Insect Physiology*, 51(12): 1384–1389.
- San Román I, Bartolomé L, Gee WS, Alonso RM, Beck JJ, 2015. Comparison of ex situ volatile emissions from intact and mechanically damaged walnuts. *Food Research International*, 72(6): 198–207.
- Šanda M, Žáček P, Streinz L, Dračinský M, Koutek B, 2012. Profiling and characterization of volatile secretions from the European stink bug *Graphosoma lineatum* (Heteroptera: Pentatomidae) by two-dimensional gas chromatography/time-of-flight mass spectrometry. *Journal of Chromatography B*, 881/882: 69–75.
- Sledge MF, Moneti G, Pieraccini G, Turillazzi S, 2000. Use of solid-phase microextraction in the investigation of chemical communication in social wasps. *Journal of Chromatography A*, 873(1): 73–77.
- Souza Silva EA, Risticvic S, Pawliszyn J, 2013. Recent trends in SPME concerning sorbent materials, configurations and in vivo applications. *Trends in Analytical Chemistry*, 43: 24–36.
- Souza Silva ÉA, Saboia G, Jorge NC, Hoffmann C, Dos Santos Isaías RM, Soares GLG, Zini CA, 2017. Development of a HS-SPME-GC/MS protocol assisted by chemometric tools to study herbivore-induced volatiles in *Myrcia splendens*. *Talanta*, 175: 9–20.
- Song AY, Kang MX, Yang J, Shi EL, Wang W, 2018. Application of solid phase microextraction in the analysis of amphetamine-type drugs in the biological samples. *Chinese Journal of Forensic Medicine*, 33(6): 604–607. [宋爱英, 康明星, 杨晶, 石恩林, 王炜, 2018. 固相微萃取在苯丙胺类毒品分析中的应用. 中国法医学杂志, 33(6): 604–607.]
- Su YJ, Wang RL, Ye M, Song YY, Zeng RL, 2012. Comparison of

- profiling rice volatiles by means of solid phase microextraction. *Scientia Agricultura Sinica*, 45(4): 809–814. [苏贻娟, 王瑞龙, 叶茂, 宋圆圆, 曾任森, 2012. 固相微萃取技术收集水稻挥发物的比较. *中国农业科学*, 45(4): 809–814.]
- Teng XH, Gao XG, Gong DF, Zhang HF, Yan FM, Guo XR, Li WZ, Yuan GH, 2017. Field screening and evaluation of broad spectrum attractants of scarab beetles. *Chinese Journal of Applied Entomology*, 54(5): 859–864. [滕小慧, 高新国, 龚东风, 张鸿飞, 闫凤鸣, 郭线茹, 李为争, 原国辉, 2017. 金龟甲广谱引诱剂配方筛选及田间评价. *应用昆虫学报*, 54(5): 859–864.]
- Van Beek TA, Silva IMMS, Posthumus MA, Melo R, 2005. Partial elucidation of *Trichogramma putative* sex pheromone at trace levels by solid-phase microextraction and gas chromatography–mass spectrometry studies. *Journal of Chromatography A*, 1067(1/2): 311–321.
- Wang XH, Pang XW, Li DM, Zhu CY, Shan CS, Wang XY, 2015. Effect of slow-releasing attractants on the *Semanotus bifasciatus*. *Chinese Journal of Biological Control*, 31(3): 416–422. [王新花, 庞献伟, 李冬梅, 朱翠英, 单长松, 王晓英, 2015. 一种缓释型双条杉天牛引诱剂缓释效果的研究. *中国生物防治学报*, 31(3): 416–422.]
- Wei CM, Zhang XG, Tang JC, Dong WX, 2021. Progress in research on semiochemicals in insect frass. *Chinese Journal of Applied Entomology*, 58(4): 810–821. [魏成梅, 张秀歌, 唐加莱, 董文霞, 2021. 虫粪中信息化学物质的研究进展. *应用昆虫学报*, 58(4): 810–821.]
- Wen P, Mo JC, Lu CW, Tan K, Šobotník J, Sillam-Dussès D, 2015. Sex-pairing pheromone of *Ancistrotermes dimorphus* (Isoptera: Macrotermitinae). *Journal of Insect Physiology*, 83: 8–14.
- Wojciechowska M, Gołębiowski M, 2020. SPME - GC/MS analysis of volatile compounds contained in the insect larvae of *Tenebrio molitor* and *Leptinotarsa decemlineata* before and after using insecticides. *Chemistry & Biodiversity*, 17(4): e1900743.
- Wu DS, Jia J, Chen H, Yan PD, Xu RX, Yang LQ, Yang ZQ, 2021. Analysis of induced resistant volatile compounds in *Pinus yunnanensis* var. *tenuifolia* damaged by *Tomicus minor* (Coleoptera: Scolytidae) by HS-SPME-GC/MS method. *Scientia Silvae Sinicae*, 57(6): 103–110. [吴东山, 贾婕, 陈虎, 颜培栋, 徐荣勋, 杨柳琴, 杨章旗, 2021. 利用 HS-SPME-GC/MS 法分析横坑切梢小蠹危害细叶云南松诱导抗性挥发物质. *林业科学*, 57(6): 103–110.]
- Wu ZK, Rao XF, Ma XB, Qin GJ, Yu Z, Yang YH, Lan MR, 2021. Development of solid phase microextraction technology. *Yunnan Chemical Technology*, 48(10): 9–10. [吴哲宽, 饶雄飞, 马希斌, 覃光炯, 余振, 杨艳华, 兰明蓉, 2021. 固相微萃取研究进展. *云南化工*, 48(10): 9–10.]
- Xiang HM, Ma RY, Diao HL, Li XW, He XJ, Guo YF, 2017. Peach-specific aldehyde nonanal attracts female oriental fruit moths, *Grapholita molesta* (Lepidoptera: Tortricidae). *Journal of Asia-Pacific Entomology*, 20(4): 1419–1424.
- Xu G, Shi MG, Wu MH, Liu N, Shi QH, 2013. Principle and application of solid phase micro-extraction. *Journal of Shanghai University (Natural Science Edition)*, 19(4): 368–373. [徐刚, 史茗歌, 吴明红, 刘宁, 师千惠, 2013. 固相微萃取的原理及应用. *上海大学学报(自然科学版)*, 19(4): 368–373.]
- Xu W, Yan SC, Liao YZ, Feng CF, 2009. Comparison of two collecting methods for analysis of volatiles of *Larix gemelinii* seedlings. *Acta Ecologica Sinica*, 29(6): 2884–2892. [徐伟, 严善春, 廖月枝, 冯春富, 2009. 落叶松(*Larix gemelinii*)苗挥发物两种收集方法的对比分析. *生态学报*, 29(6): 2884–2892.]
- Yang LJ, Li XG, Liu HX, 2012. Host and oviposition selection of adult *Ancylis sativa* (Lepidoptera: Tortricidae). *Acta Phytophylacica Sinica*, 39(2): 142–146. [杨立军, 李新岗, 刘惠霞, 2012. 枣镰翅小卷蛾成虫的寄主趋向和产卵选择. *植物保护学报*, 39(2): 142–146.]
- Yu ZN, Zhang ZM, Li GK, 2019. Application of microextraction in neurotransmitter analysis. *Chinese Journal of Analytical Chemistry*, 47(10): 1580–1591. [余忠宁, 张卓旻, 李攻科, 2019. 微萃取技术在神经递质分析中的应用研究. *分析化学*, 47(10): 1580–1591.]
- Zarbin PHG, Vidal DM, 2020. The Chemistry of insect pheromones. *Comprehensive Natural Products III*, 3: 179–221.
- Zhang F, Xu CQ, Chen J, Ma M, Lu PF, Liu S, Li JL, Qiao HL, 2020. Electrophysiological and behavioral responses of gall midge, *Jaapiella* sp. to volatiles of host plant *Lycium barbarum*. *Chinese Journal of Applied Ecology*, 31(7): 2299–2306. [张凡, 徐常青, 陈君, 马妹, 陆鹏飞, 刘赛, 李建领, 乔海莉, 2020. 枸杞红瘿蚊对寄主植物挥发物的电生理和行为反应. *应用生态学报*, 31(7): 2299–2306.]
- Zhang JJ, Bai ZZ, Li YY, Yang MH, Zhao X, 2019. Analysis of volatile components from different parts of *Medicago sativa*. *Grassland and Turf*, 39(6): 11–18. [张静静, 白泽珍, 李亚勇, 杨美红, 赵祥, 2019. 紫花苜蓿不同部位的挥发性成分分析. *草原与草坪*, 39(6): 11–18.]
- Zhang WJ, Zhou KW, 2021. Application of HS-SPME-GC-MS in the analysis of volatile components in food. *Food Research and Development*, 42(17): 218–224. [张文娟, 周考文, 2021. HS-SPME-GC-MS 在食品挥发性物质分析中的应用. *食品研究与开发*, 42(17): 218–224.]