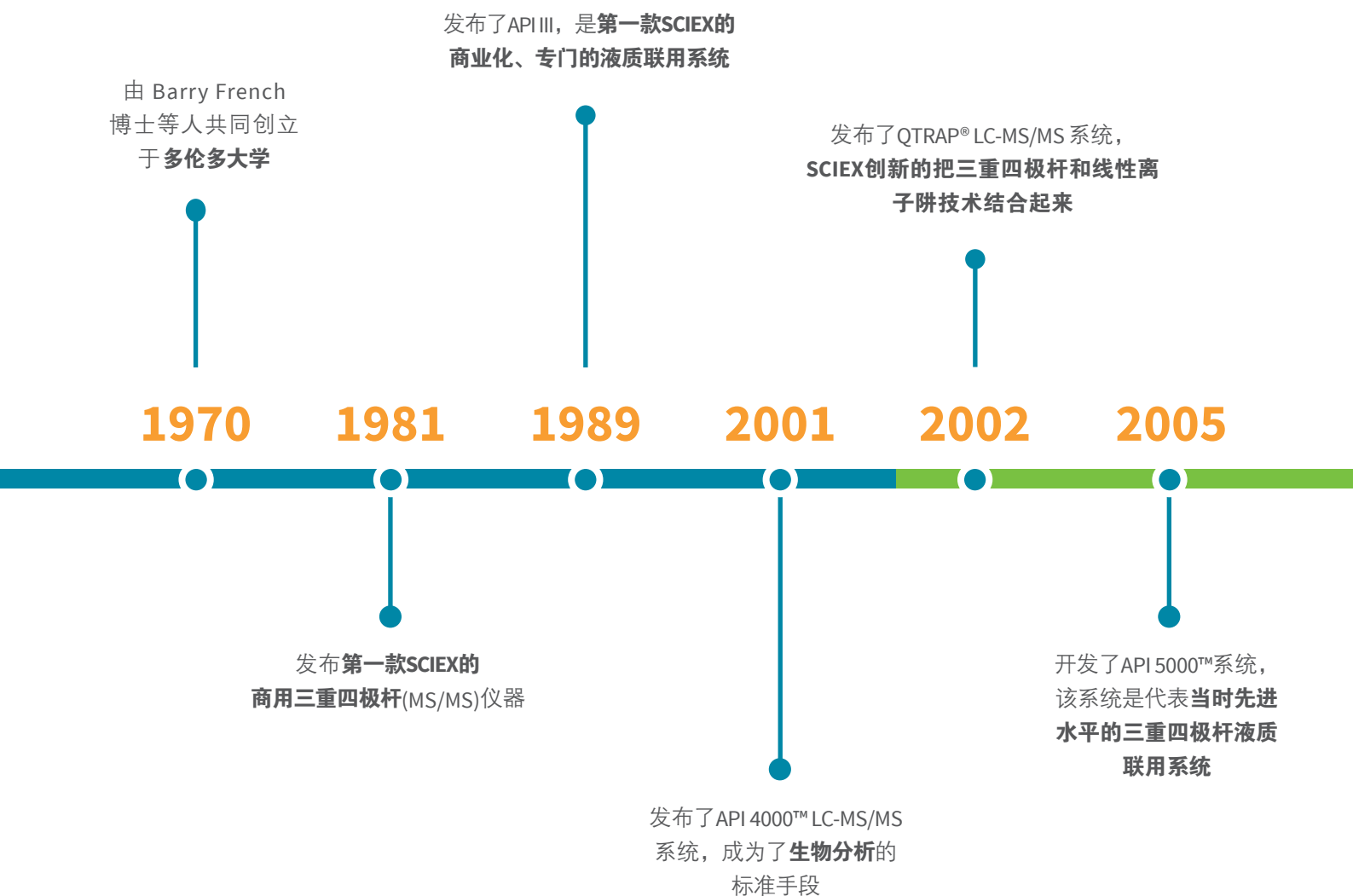


2020 版中国药典 SCIEX 质谱解决方案应用文集



SCIEX 50 年的创新历程



内容提要 

发布了**业界**
知名的5500系列

发布了X系列，用于常规检测的
高分辨质谱 - **X500R QTOF 系统**

SCIEX Now™ 客户服务端也在这一
年上线

这一年发布新产品数量
创新高，这其中也包括
SWATH®采集技术

五十
周年纪念

2008 **2009** **2012** **2013** **2015** **2018** **2020**

成为**丹纳赫集团**的一员，
并于2010年**收购Eksigent**
公司的液相业务

发布了**SCIEX**的首款**医疗器械**
和体外诊断的解决方案，整
合了**Beckman Coulter®**的
毛细管电泳业务

发布了**C100HT** 生物制品分析系统，
OptiFlow™ Turbo V 离子源，和
StatusScope® 远程监控服务

内容提要

➔ 50 年的创新历程.....	2.
➔ 前言.....	5.
➔ SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS 系统用于中药药材及饮片中 30 种禁用农药及其代谢物检测.....	6.
➔ SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS 系统用于中药材中黄曲霉毒素的定量分析检测.....	12.
➔ SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS 系统用于中药材中玉米赤霉烯酮的定量分析检测.....	15.
➔ SCIEX Triple Quad™ LC-MS/MS 系统快速鉴别胶类药物真伪.....	18.
➔ 中药中 523 种农药残留检测的液质联用整体解决方案.....	21.

中医药是中华民族的文化瑰宝，国家近年来鼓励和大力支持中医药的传承和创新，中共中央国务院 2019 年发布了关于促进中医药传承创新发展的意见，目的是健全中医药服务体系，发挥中医药在维护和促进人民健康中的独特作用。而大力推动中药质量的提升和产业高质量发展是推动中医药事业发展的基本保障，建立和加强植物类药材或饮片质量控制监测体系已成必然。

2020 版中国药典对于很多中药材企业是极具挑战的，合规合法前提下的方法建立验证、仪器耗材选择、实验室偏差的出现与解决，加之中药痕量分析、基质多样复杂，选择可靠的分析方案尤为重要。

SCIEX 一直致力于帮助食品药物，食品安全，环境，组学，临床市场的科研以及分析测试人员提供应对复杂科学挑战的方案，为提供更全面的质谱技术，更人性化的控制软件，更优异的售后服务而不断努力，SCIEX 因具有丰富的专业经验而被广泛认可。针对 2020 版中国药典对于质谱检测的需求，SCIEX 提供了从仪器到软件整体的解决方案，实现准确快速的定量检测，获得更高灵敏度和更准确的结果。SCIEX 是您可信赖的伙伴，一起为改善人们的生活而努力。



SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS系统用于中药药材及饮片中30种禁用农药及其代谢物检测

Application of SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS System for the Detection of 30 Prohibited Pesticides and Their Metabolites in Chinese Herbal Medicines and Decoction Pieces

陈金梅, 司丹丹, 龙志敏, 郭立海
Chen Jinmei, Si Dandan, Long Zhimin, Guo Lihai

SCIEX应用支持中心, 中国
SCIEX, China

关键词: SCIEX Triple Quad™ 3500 系统, 中药药材及饮片, 农残, 黄芩, 柴胡, 当归

Key Words: SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS System, Traditional Chinese Medicine and Decoction Pieces, Pesticide Residue, Baikal Skullcap, Bupleurum Chinense, Chinses Angelica



ExionLC™系统+ SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS系统

前言

国家药典委发布的《中国药典》2020版四部对中药药材及饮片中30种禁用农药及其代谢物残留量规范了液相色谱质谱联用的测定方法,并注明药材及饮片中对应禁用农药及代谢物的方法定量限。本文采用SCIEX Triple Quad 3500系统用于30种禁用农药及其代谢物检测,完全满足《中国药典》的要求,为检测工作者提供完整、灵敏、可靠的解决方案。

仪器设备

样品前处理

取供试品粉末(过三号筛)5g,精密称定。加氯化钠1g,立即摇散。再加入乙腈50mL,匀浆处理2分钟(转速不低于每分钟12000转),离心(每分钟4000转)。取上清液,沉淀再加乙腈50mL,匀浆处理1分钟,离心,合并两次提取的上清液减压浓缩至约3~5mL,放冷,用乙腈稀释至10.0mL,摇匀,即得。





液相方法

色谱柱: Phenomenex Kinetex C18
(100 × 2.1 mm, 2.6 μ m,)
流动相: A相: 0.1% 甲酸溶液 (含 5 mmol/L 甲酸铵)
B相: 乙腈-0.1% 甲酸溶液 (含 5 mmol/L 甲酸铵) (95:5, v/v)
流速: 0.3 mL/min
柱温: 40 °C
进样量: 2 μL

质谱方法

离子源: ESI源, 正离子模式

表1. 液相梯度

时间(min)	A(%)	B(%)
0	70	30
1	70	30
12	0	100
14	0	100
14.1	70	30
16	70	30

离子源参数:

IS电压: 3000 V 气帘气 CUR: 25 psi
雾化气 GS1: 55 psi 辅助加热气 GS2: 50 psi
碰撞气 CAD: Medium 源温度 TEM: 400 °C

表2. 30种禁用农药及其代谢物的质谱参数

Q1	Q3	时间(min)	化合物名称	去簇电压 (V)	碰撞能量 (V)
142	125	0.73	甲胺磷 1	54	18
142	94	0.73	甲胺磷 2	54	19
304.2	217.1	6.08	苯线磷 1	77	31
304.2	202	6.08	苯线磷 2	77	45
336	266.1	3.47	苯线磷亚砷 1	60	28
336	188.3	3.48	苯线磷亚砷 2	85	38
320.1	292.1	2.24	苯线磷亚砷 1	60	21
320.1	233	2.23	苯线磷亚砷 2	60	34
247	109.1	8.2	地虫硫磷 1	50	25
247	137.1	8.21	地虫硫磷 2	60	15
323	115	8.37	治螟磷 1	70	43
323	171.1	8.37	治螟磷 2	70	21
222.1	165	3.7	克百威 1	70	17
222.1	123.1	3.7	克百威 2	70	29
238	163	1.35	3-羟基克百威 1	65	20
238	181	1.35	3-羟基克百威 2	65	14
411.1	196.1	4.16	胺苯磺隆 1	49	23
411.1	168.1	4.16	胺苯磺隆 2	49	35
382	167	3.42	甲磺隆 1	36	21
382	199	3.42	甲磺隆 2	36	27



表2. 30种禁用农药及其代谢物的质谱参数 (续)

Q1	Q3	时间(min)	化合物名称	去簇电压 (V)	碰撞能量 (V)
358	141	3.79	氯磺隆 1	51	23
358	167	3.81	氯磺隆 2	51	25
271	159	7.9	硫线磷 1	65	19
271	97	7.9	硫线磷 2	65	51
314	120	7.42	氯唑磷 1	70	40
314	162	7.42	氯唑磷 2	70	22
261	75	8.41	甲拌磷 1	51	21
261	47	8.41	甲拌磷 2	47	46
293	115.1	5.48	甲拌磷砒 1	60	33
293	247.1	5.48	甲拌磷砒 2	60	12
277	171.1	4.04	甲拌磷亚砒 1	60	16
277	97.1	4.04	甲拌磷亚砒 2	60	44
363	227	8.18	蝇毒磷 1	100	36
363	307	8.18	蝇毒磷 2	100	25
256.2	140	1.77	硫环磷 1	80	32
256.2	168	1.77	硫环磷 2	65	22
300	174	2.43	磷胺 1	70	20
300	126.9	2.43	磷胺 2	70	28
208.1	116.2	2.49	涕灭威 1	22	12
208.1	89.2	2.49	涕灭威 2	22	25
223	86	0.93	涕灭威砒 1	63	20
223	148	0.93	涕灭威砒 2	63	12
207	132	0.73	涕灭威亚砒 1	51	10
207	89	0.73	涕灭威亚砒 2	51	20
224.1	127	0.84	久效磷 1	71	21
224.1	98	0.84	久效磷 2	71	17
259.1	89	4.92	内吸磷 1	43	30
259.1	60.9	4.92	内吸磷 2	43	33
243	131	6.3	灭线磷 1	51	29
243	97	6.3	灭线磷 2	51	41
321	171	6.5	特丁硫磷砒 1	50	18
321	265	6.5	特丁硫磷砒 2	85	12
305	187	5.3	特丁硫磷亚砒 1	52	17
187	159	5.3	特丁硫磷亚砒 2	75	13
312	270.2	5.5	水胺硫磷 1	67	23
312	236.2	5.5	水胺硫磷 2	67	22
197.1	117.1	1.05	杀虫脒 1	75	39
197.1	89	1.05	杀虫脒 2	75	61
332	231	8.12	甲基异柳磷 1	40	20
332	273	8.12	甲基异柳磷 2	40	9



实验结果

1. 灵敏度: 按照药典限度要求, 将30种混合标准品溶液用乙腈稀释至浓度低于限度10倍, 进样分析, 可以看出30种化合物响应很好, 完全满足实验需求。

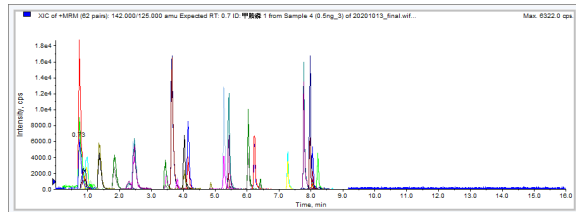


图1. 30种农药的提取离子流色谱图(低于限度10倍)

2. 线性范围: 分别精密量取空白基质溶液1.0 mL (6份) 置氮吹仪上, 40 °C水浴浓缩至约0.6 mL, 分别加入混合对照品溶液配置成浓度分别为1、2、5、10、20、50 ng/mL的基质标准曲线, 30种化合物的线性范围好, 相关系数均大于0.996。

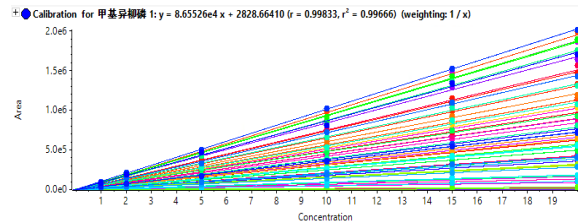


图2. 30种化合物基质标准曲线

3. 回收率结果: 采用直接提取法分别对黄芩、柴胡和当归样品进行前处理, 药典规定限度浓度, 3次重复样本, 方法回收率在60%~110%之间, 方法精密度RSD<10%, 可满足药典的方法学验证要求, 因此选用直接提取法对黄芩、柴胡和当归样品在SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS系统上进行禁用农药检测工作。

表3. 黄芩、柴胡和当归样品中回收率结果

序号	名称	黄芩 加标回收率 (%)	重复性 (RSD%)	柴胡 加标回收率 (%)	重复性 (RSD%)	当归 加标回收率 (%)	重复性 (RSD%)
1	甲胺磷	76.59	1.16	60.28	4.58	60.85	3.92
2	苯线磷	96.55	2.74	83.55	3.52	77.93	3.00
3	苯线磷砷	92.22	3.11	89.46	1.19	82.60	2.46
4	苯线磷亚砷	89.79	1.04	79.07	2.48	82.47	0.32
5	地虫硫磷	92.61	2.7	83.56	3.63	74.76	4.19
6	治螟磷	84.68	3.1	89.36	4.38	76.08	1.32
7	克百威	97.55	1.42	82.65	1.01	80.11	0.46
8	3-羟基克百威	93.09	2.19	76.30	2.94	74.70	1.11
9	胺苯磺隆	91.77	2.35	81.19	1.75	79.35	1.08
10	甲磺隆	103.58	1.16	84.17	1.22	86.32	1.98
11	氯磺隆	89.04	3.73	70.85	3.25	80.72	1.79
12	硫线磷	89.70	3.99	79.67	3.4	75.63	4.81



表3. 黄芩、柴胡和当归样品中回收率结果 (续)

序号	名称	黄芩 加标回收率 (%)	重复性 (RSD%)	柴胡 加标回收率 (%)	重复性 (RSD%)	当归 加标回收率 (%)	重复性 (RSD%)
13	氯唑磷	92.16	1.44	84.69	1.66	74.30	0.93
14	甲拌磷	83.62	4.47	87.95	1.16	91.15	4.66
15	甲拌磷砒	93.10	3.71	84.86	3.22	77.82	2.86
16	甲拌磷亚砒	93.08	1.24	77.48	2.39	92.53	2.17
17	蝇毒磷	93.04	3.56	87.58	8.11	76.76	3.87
18	硫环磷	92.89	1.22	77.03	1.53	73.57	1.91
19	磷胺	89.82	1.08	81.06	0.86	82.43	0.91
20	涕灭威	89.25	1.7	78.90	0.42	78.73	0.97
21	涕灭威砒	95.48	2.19	75.08	1.18	74.31	1.75
22	涕灭威亚砒	77.76	3.22	66.37	1.37	65.42	0.84
23	久效磷	92.31	1.41	73.53	0.94	72.06	0.25
24	内吸磷	85.48	2.53	75.86	1.01	78.74	1.69
25	灭线磷	91.08	2.11	82.25	1.3	77.91	2.30
26	特丁硫磷砒	91.94	2.14	78.80	2.62	81.21	3.23
27	特丁硫磷亚砒	87.47	2.14	87.03	2.89	86.98	1.24
28	水胺硫磷	93.10	0.7	85.47	0.31	71.92	1.91
29	杀虫脒	90.63	3.27	74.05	1.51	73.03	2.50
30	甲基异柳磷	89.12	2.33	84.93	1.41	76.94	4.88

表4. 阳性样本检出结果

药材	名称	含量 (µg/kg)	标准品离子比率	样品离子比率	离子比率偏差
柴胡	甲拌磷亚砒	0.02	0.37	0.36	2.70%
当归	甲拌磷	0.44	0.25	0.25	0.00%
当归	甲拌磷砒	0.26	0.97	0.89	8.25%
当归	甲拌磷亚砒	0.72	0.38	0.38	0.00%

4. 阳性样本的检出: 采用直接提取法对均黄芩、柴胡和当归进行处理, 黄芩未检出30中禁用农药, 柴胡检出甲拌磷亚砒, 当归检出甲拌磷、甲拌磷砒和甲拌磷亚砒, 满足0212检定通则的限量要求。以柴胡中检

测出甲拌磷亚砒为例, 软件可根据符合药典要求的离子比率限度对样品中化合物的离子比率进行判定并对结果过滤, 可直观看出是否符合离子比率偏差是否满足要求。

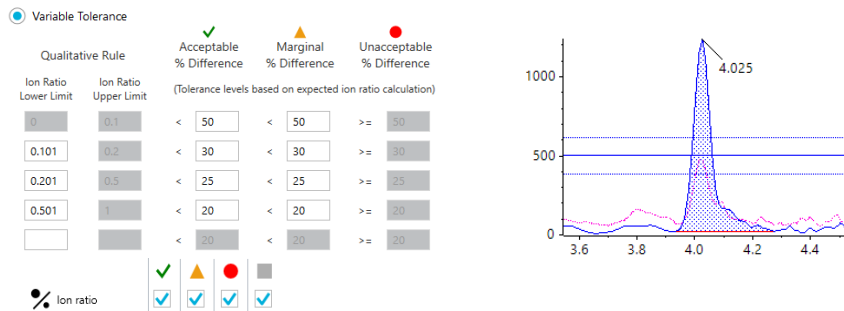


图3. 软件自动过滤符合要求的结果截面图和柴胡中甲拌磷亚砷的提取离子流色谱图

总结

本文遵从国家药典委发布的《中国药典》2020版四部对中药药材及饮片中30种禁用农药及其代谢物要求，采用SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS系统，灵敏度、重现性和准确性良好，完全满足药典规定的30种禁用农药及其代谢物同时检测需求，可用于多种中药材和饮片中禁用禁用农药及其代谢物的检测工作。



SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS系统用于中药材中黄曲霉毒素的定量分析检测

The Determination of Aflatoxins in Traditional Chinese Medicines using SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS System

史晓媛; 龙志敏; 郭立海

Shi Xiaoyuan; Long Zhimin; Guo Lihai

SCIEX应用支持中心(上海)

SCIEX Application and Support Center (Shanghai)

Key words: Aflatoxins, Traditional Chinese Medicine, SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS System

真菌毒素是由产毒真菌在适宜的环境条件下产生的有毒次生代谢产物，中药材在种植、运输及储存等过程中易产生一些真菌毒素，如黄曲霉毒素、伏马毒素、赭曲霉毒素、呕吐毒素、玉米赤霉烯酮等，黄曲霉毒素被世界卫生组织（WHO）划定为I类致癌物，是一种毒性极强的，对人和动物肝脏组织有破坏作用，严重时，可导致肝癌甚至死亡。主要的黄曲霉毒素有四种：黄曲霉B1、B2、G1和G2，以黄曲霉毒素B1最为多见。2020版中国药典对中药材的黄曲霉毒素制定了限量标准，其中黄曲霉毒素B1不得高于5 μg/kg，黄曲霉B1、B2、G1和G2总量不得高于10 μg/kg。本文以水蛭为基质，根据2020版中国药典2351通则，建立了中药材中黄曲霉毒素的定量方法，为真菌毒素的检测提供一套完整的解决方案。

方法特点

1. 提供一套完整的样品前处理方法、液相方法和质谱方法，节省了检测工作者的方法开发时间

样品前处理

遵照中国药典2351通则中黄曲霉毒素的前处理方法，准确称取试品粉末约15 g（过二号筛），加入氯化钠3 g，精密加入70%甲醇溶液70 mL，高速搅拌2 min（搅拌速度大于11000 r/min），离心5 min，精密量取上清液15 mL，用水稀释至50 mL，摇匀，离心10 min，精密量取上清液20 mL，通过免疫亲和柱。流速3 mL/min，用水20 mL洗脱，弃去洗脱液，使空气进入柱子，再用2 mL甲醇洗脱，收集洗脱液，过0.22 μm微孔滤膜，滤液进行LC-MS/MS分析。

仪器设备



ExionLC™ AC系统+ SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS系统



液相条件

色谱柱: Phenomenex Kinetex C18
100mm × 2.1 mm, 1.7 μm)

柱温: 25 °C

进样体积: 5 μL

流动相: A相为水 (含10 mmol/L乙酸铵),
B相为甲醇

流速: 0.3 mL/min

表1. 液相梯度洗脱, 液相总运行时间为10 min

时间 (min)	%A	%B
0	65	35
4.5	15	85
6.0	0	100
6.5	65	35
10	65	35

质谱条件

SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS系统

离子源为ESI源;

扫描方式为多反应监测 (MRM) 采集模式, 正离子扫描;

IS电压: 5500 V; 气帘气CUR: 35 psi;

雾化气GS1: 50 psi; 辅助气: 65 psi;

离子源温度为650 °C; 碰撞气: 8 psi

各化合物质谱参数见附表

实验结果

1. 4种黄曲霉毒素的提取离子色谱图 (图2)

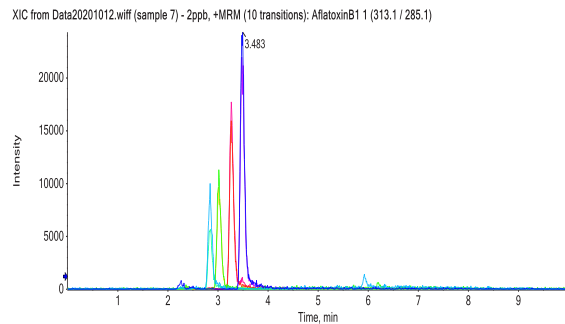


图2. 4种黄曲霉毒素提取离子色谱图

2. 专属性

对空白基质样本中黄曲霉毒素提取离子流图的考察表明, 4种黄曲霉毒素的出峰位置无干扰, 专属性良好 (图3)

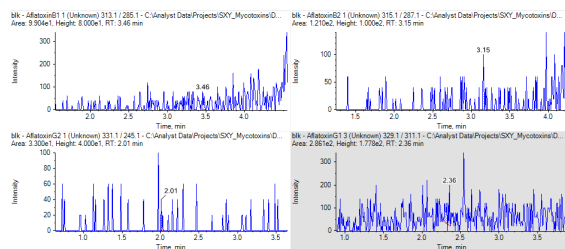


图3. 4种黄曲霉毒素在空白基质中的提取离子色谱图

3. 定量限和线性范围

用70%甲醇稀释配制系列标准曲线, 浓度为0.04 ng/mL~10 ng/mL, 以峰面积对浓度做标准曲线, 在线性范围内线性关系良好, 相关系数大于0.99, 标曲各点准确度在91.2%-112.7%之间。图4为黄曲霉毒素标



准曲线和相关系数。黄曲霉毒素B1和B2在SCIEX Triple Quad™ 3500系统上的定量限为0.1 µg/kg，黄曲霉毒素G1和G2的定量限为0.3 g/kg，最低定量下限样品连续进样6针，RSD<10%。

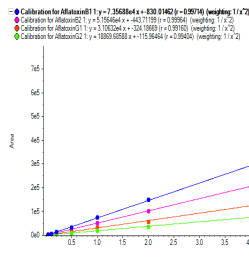


图 4. 4种黄曲霉毒素的线性曲线

4. 提取回收率

对样品进行前处理，3个浓度，6次重复样本，方法回收率在80%~120%之间，方法精密度RSD<5%，可满足药典的方法学验证要求。

表2 加标回收率测试结果(%)

序号	名称	加标回收率 0.3 µg/kg	加标回收率 1 µg/kg	加标回收率 5 µg/kg
1	黄曲霉毒素B1	84.72	82.3	82.49
2	黄曲霉毒素B2	88.12	96.02	91.02
3	黄曲霉毒素G1	112.8	112.73	104.1
4	黄曲霉毒素G2	117.71	109.86	117.75

结论

本文针对中药材中黄曲霉毒素的检测方法，遵从2351通则，利用SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS系统进行检测，灵敏度、重现性和回收率良好，完全满足药典规定的检测需求，可用于多种中药材中黄曲霉毒素的检测工作。

附表：4种黄曲霉毒素保留时间及质谱参数

序号	化合物	保留时间 (min)	保留时间		去簇电压 (V)	碰撞能量 (V)
			Q1	Q3		
1	黄曲霉毒素B1 Aflatoxin B1	3.48	313.1	285.1	95	32
			313.1	241.1	95	50
2	黄曲霉毒素B2 Aflatoxin B2	3.27	315.1	287.1	113	41
			315.1	259.1	113	35
3	黄曲霉毒素G1 Aflatoxin G1	3.02	329.1	243.2	110	33
			329.1	311.1	110	30
4	黄曲霉毒素G2 Aflatoxin G2	2.84	331.1	245.1	115	39
			331.1	313.1	115	30



SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS系统用于中药材中玉米赤霉烯酮的定量分析检测

The Determination of Zearalenone in Traditional Chinese Medicines using SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS System

史晓媛；龙志敏 郭立海

Shi Xiaoyuan; Long Zhimin; Guo Lihai

SCIEX应用支持中心（上海）

SCIEX Application and Support Center (Shanghai)

Key words: Aflatoxins, Traditional Chinese Medicine, SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS System

真菌毒素是由产毒真菌在适宜的环境条件下产生的有毒次生代谢产物，中药材在种植、运输及储存等过程中易产生一些真菌毒素，如黄曲霉毒素、伏马毒素、赭曲霉毒素、呕吐毒素、玉米赤霉烯酮等。与粮谷类似的中药材基质容易收到玉米赤霉烯酮的污染，玉米赤霉烯酮对神经系统、心脏、肾脏、肝和肺都会有一定的毒害作用，2020版中国药典对中药材的玉米赤霉烯酮制定了限量标准，不得高于500 μg/kg。本文以薏苡仁为基质，根据2020版中国药典2351通则，建立了中药材中玉米赤霉烯酮的定量方法，为真菌毒素的检测提供一套完整的解决方案。

方法特点

提供一套完整的样品前处理方法、液相方法和质谱方法，节省了检测工作者的方法开发时间

样品前处理

遵照中国药典2351通则中的玉米赤霉烯酮前处理方法，准确称取样品粉末约20 g（过二号筛），加入氯化钠4 g，精密加入90%乙腈溶液100 mL，高速搅拌2 min（搅拌速度大于11000 r/min），离心10 min，精密量取上清液10 mL，用水稀释至50 mL，摇匀，离心10 min，精密量取上清液20 mL，通过免疫亲和柱。流速3 mL/min，用水20 mL洗脱，弃去洗脱液，使空气进入柱子，再用2 mL甲醇洗脱，收集洗脱液，过0.22 μm微孔滤膜，滤液进行LC-MS/MS分析。

仪器设备



ExionLC™ AC系统+ SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS系统



液相条件

色谱柱: Phenomenex Kinetex C18
100mm × 2.1 mm, 1.7 μm

柱温: 40 °C

进样体积: 5 μL

流动相: A 相为水, B 相为甲醇

流速: 0.3 mL/min

表1. 液相梯度洗脱, 液相总运行时间为10 min

时间 (min)	%A	%B
0	45	55
5	10	90
7	10	90
7.1	45	55
10	45	55

质谱条件

SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS 系统

离子源为 ESI 源;

扫描方式为 MRM 采集模式, 负离子扫描;

IS 电压: -4500 V; 气帘气 CUR: 25 psi;

雾化气 GS1: 60 psi; 辅助气: 60 psi;

离子源温度为 750 °C; 碰撞气: 9 psi

化合物质谱参数

序号	化合物	保留时间(min)	Q1	Q3	去簇电压(V)	碰撞能量(V)
1	玉米赤霉烯酮	3.42	317.0	175.0	-112	-31
	Zearalenone		317.0	131.2	-112	-38

实验结果

1. 玉米赤霉烯酮的提取离子色谱图 (图2)

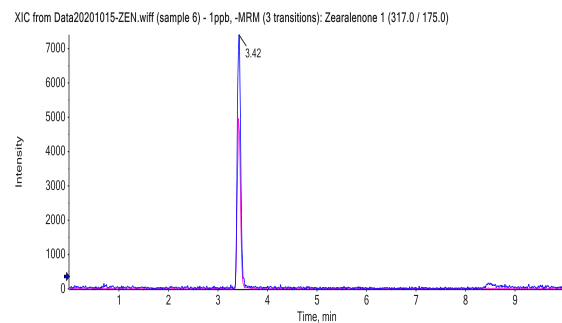


图2. 玉米赤霉烯酮提取离子色谱图

2. 专属性

对空白基质样本中玉米赤霉烯酮提取离子流图的考察表明, 玉米赤霉烯酮的出峰位置无干扰, 专属性良好 (图3)

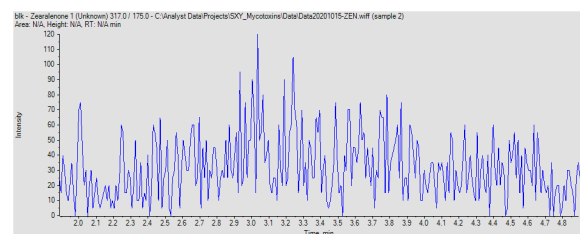


图3. 玉米赤霉烯酮在空白基质中的提取离子色谱图



表2. 加标回收率测试结果(%)

名称	加标回收率 (4 µg/kg)	RSD	加标回收率 (20 µg/kg)	RSD	加标回收率 (20 µg/kg)	RSD
玉米赤霉烯酮	93.56	6.43	92.73	4.52	92.1	3.79

3. 定量限和线性范围

用甲醇稀释配制系列标准曲线，浓度为 0.2 ng/mL~50 ng/mL，以峰面积对浓度做标准曲线，在线性范围内线性关系良好，相关系数大于 0.99，标曲各点准确度在 91.2%~112.7% 之间。图 4 为玉米赤霉烯酮标准曲线和相关系数。

玉米赤霉烯酮在 3500 上的定量限为 0.5 µg/kg，最低定量下限样品连续进样 6 针，RSD<10%。

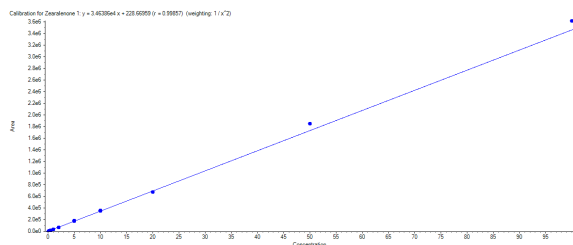


图 4. 玉米赤霉烯酮的线性曲线

4. 提取回收率

对样品进行前处理，3 个浓度，6 次重复样本，方法回收率在 80%~120% 之间，方法精密度 RSD<5%，可满足药典的方法学验证要求。

结论

本文针对中药材中玉米赤霉烯酮的检测方法，遵从 2351 通则，利用 SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS 系统进行检测，灵敏度、重现性和回收率良好，完全满足药典规定的检测需求，可用于多种中药材中玉米赤霉烯酮的检测工作。



SCIEX Triple Quad™ LC-MS/MS系统快速鉴别胶类药物真伪

SCIEX Triple Quad™ LC-MS/MS System Quickly Identify the Authenticity of Colloid Drugs

谢亚平, 司丹丹, 龙志敏, 郭立海

Xie Yaping, Si Dandan, Long Zhimin, Guo Lihai

SCIEX中国应用技术中心

Key Words: SCIEX Triple Quad™ LC-MS/MS System、Colloid drugs、Authenticity identification

胶类药物, 是由动物的皮、甲、角等为原料, 加工熬制成的明胶类药物, 主要有阿胶、龟甲胶、鹿角胶。因其独特的疗效和保健作用一直倍受国人的喜爱, 但由于利益驱动, 近年来有关胶-类药物的造假现象层出不穷。例如市场上出现的假阿胶现象, 假阿胶的加工过程没有卫生标准可言, 不法商贩为了谋求暴利, 牛皮骡马皮什么“料”都敢熬, 甚至还会添加明胶增稠。劣质阿胶服用后无法吸收, 还会导致肠梗阻等危害人体健康, 使得阿胶由

“补品”变成“毒品”。

《中华人民共和国药典》明确规定阿胶为马科动物驴的干燥皮或鲜皮经煎煮、浓缩制成的固体胶。然而, 关于真假阿胶的鉴别存在许多难点问题, 仅仅依靠经验鉴定和传统方法已不能全面准确地进行阿胶的真假鉴别。目前, 阿胶行业内已经采用先进的皮源性检测技术, 该技术基于先进的液质联用技术, 具有灵敏度高、准确性好、特异性强的特点, 从分子基础上进行阿胶真伪的科学鉴别, 保证了阿胶的真实性和道地性。

试验方法

1. 样品的配制

分别称取阿胶、龟甲胶、鹿角胶样品0.1 g, 按照《中国药典》2015版中鉴别项下的方法、国家食品药品监督管理局批准颁布的胶类药物补充检验方法以及山东阿胶行业协会团体标准中的样品处理方法, 进行提取和酶切, 制备对照药材溶液和实际样品溶液。

2. 液相条件

液相: ExionLC™ AD 系统

色谱柱: 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂, 内径2.1 mm

流动相: A相: 水 (0.1%甲酸)

B相: 乙腈

流速: 0.3 mL/min

柱温: 40°C

进样量: 5 μL

梯度洗脱, 洗脱程序如表1:



表1. 液相梯度条件。

时间 (min)	%A	%B
0	95	5
25	80	20
40	50	50
40.1	5	95
45	5	95
50	95	5

3. 质谱条件

SCIEX Triple Quad™ LC-MS/MS系统

ESI正模式检测

IS电压: 5500V 气帘气CUR: 30 psi

雾化气GS1: 50 psi 辅助加热气: 50 psi

碰撞气CAD: 9 源温度TEM: 500°C

质谱参数如表2:

表2. 质谱参数。

胶类来源	Q1	Q3	DP	CE	EP	CXP
驴皮源	539.8	612.4	50	26	10	6
	539.8	923	50	29	10	6
驴源多肽A1	469.25	712.3	85	27	10	15
	469.25	783.4	85	27	10	19
驴源多肽A2	618.35	779.4	100	34	10	15
	618.35	850.4	100	34	10	18
鹿角胶	765.4	554	58	32	10	6
	765.4	733	58	27	10	6
龟甲胶	631.3	546.4	70	27	10	6
	631.3	921.4	70	41	10	6
牛皮源	641.3	726.2	55	32	10	6
	641.3	783.3	55	35	10	6
马皮源	386.4	377.2	40	15	10	6
	386.4	322.3	40	15	10	6
猪皮源	774.5	977.8	60	28	10	6
	774.5	1034.6	60	25	10	6

实验结果与讨论

针对目前胶类药物的行业现状和发展前景, SCIEX采用SCIEX Triple Quad™系统开发出多种胶类药物的液质联用检测方法, 既涵盖阿胶、龟甲胶、鹿角胶以及这三种胶类药物中其他动物源性非法添加的检测, 实现一针进样同时检测所有胶类药物(16个MRM离子对), 又可满足定性和定量的双重标准, 灵敏度可充分满足药典及相关团体标准。

通过对各对照药材和实际样品进行分析, 结果表明: 阿胶、龟甲胶、鹿角胶各化合物检测离子对MRM色谱峰的信噪比远远大于2015版药典规定的信噪比大于

3:1; 对照药材中牛皮源特征肽、猪皮源特征肽、马皮源特征肽的信噪比均远远大于10:1, 远远满足药典和相关团体标准的要求(10:1)。其中药典规定的驴源多肽A1、A2最低定量限为50 ng/mL, 该检测浓度下A1、A2的信噪比分别为 $S/N \geq 151$ 和 $S/N \geq 273$, 根据此信噪比推测驴源多肽A1、A2的定量下限最低可做到1-2 ng/mL, 远远满足药典规定的定量要求。对照药材和实际样品的典型色谱图如图1~图3所示

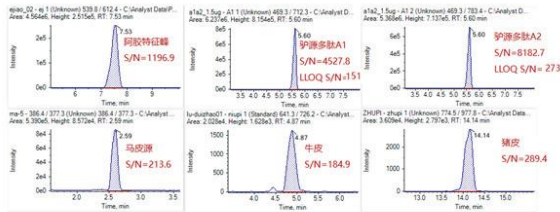


图1. 对照药材（阿胶及阿胶中非法添加）各特征肽典型色谱图（S/N大于10）。

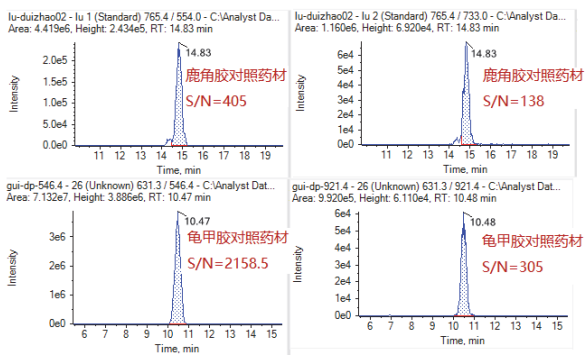


图2. 对照药材（龟甲胶、鹿角胶）各特征肽典型色谱图（S/N大于10）。

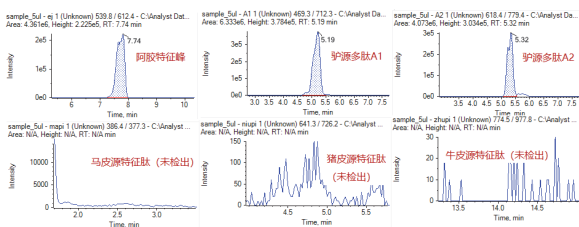


图3. 阿胶实际样品各特征肽典型色谱图。（非法添加动物源性特征肽均未检出，驴源多肽A1和A2的含量大于药典要求的0.17%）

小结

本实验采用SCIEX Triple Quad™ LC-MS/MS系统实现一针进样同时进行所有胶类药物的定性鉴别试验和定量实验（共检测16个MRM离子对），采用本方法对对照药材和实际样品进行检测分析，大大提高了检测通量，节省了分析时间，且检测结果远远满足药典以及行业团体标准的要求，为胶类药物的真伪鉴别和质量控制提供了准确可靠的检测方法和试验依据。

参考文献

1. 《中国药典》2015年版第一部
2. 国家食品药品监督管理总局药品补充检验方法 <http://www.nicpbp.org.cn/CL0829/>
3. 国家药典委员会官方网站 <http://www.chp.org.cn/view/ff8080816c69cb52016c7407bef91467?a=BZZY>
4. 山东阿胶行业协会团体标准TSDEJ 01-2019《阿胶》
5. 山东阿胶行业协会团体标准TSDEJ 02-2019《阿胶糕》



中药中523种农药残留检测的液质联用整体解决方案

LC-MS/MS Method for Determination of 523 Pesticide Residues in Traditional Chinese Medicine

叶儿翠, 朱怀恩, 周哲

Ye Ercui, Zhu Huaien, Zhou Zhe

SCIEX, China

Key words: Multi-Pesticide Residues, Traditional Chinese medicine, SCIEX Triple Quad™ LC-MS/MS System

近年来, 中医药在防治常见病、多发病、慢性病及重大疾病中的疗效和作用, 日益得到国际社会的认可和接受。由于作为中成药原料的中药材本身的农产品属性, 中药农药残留已成为中药走向国际市场的瓶颈, 阻碍我国中药材现代化、国际化的步伐。

2020 版《中国药典》发布的编制大纲提出, 将重点解决中药材和中药饮片的农药残留、重金属及有害元素以及真菌毒素的限量标准。为应对中药农残检测的更高要求, 满足中药材农农药残留的监管需要, 建立多农残检测方法至关重要。本文采用 SCIEX Triple Quad™ 质谱系统建立了 523 种农药的定量方法, 为检测工作者提供完整、可靠的解决方案。

方法特点

1. 本方法实现了一针进样, 15 min内完成中药中523种农药残留的同时测定, 大大提高了检测通量。
2. 提供了523种农药质谱条件、液相条件以及保留时间, 帮助节省方法开发时间。
3. 参照2020年版《中国药典》2341农药残留量测定法

(第一次征求意见稿)方法, 采用改良的快速样品前处理技术(Quick、Easy、Cheap、Effective、Rugged、Safe, QuEChERS)方法进行样品前处理, 通过了严格的方法学验证, 可用于实际样品的残留分析检测。

仪器设备



ExionLC™系统+SCIEX Triple Quad™ LC-MS/MS系统

样品前处理

参照 2020 年版《中国药典》2341 农药残留量测定法(第一次征求意见稿)



前处理耗材

- 无水硫酸镁与无水乙酸钠的混合包 (Agela, P/N:MS-MG5052)
 - 分散固相萃取净化管 (Agela, P/N:MS-9PP0268)
 - 液相方法色谱柱: Phenomenex Kinetex C18 (100 × 3.0mm, 2.6 μm, PN00D-4462-Y0)
- 流动相: A相: 0.05% 甲酸 +5 mmol/L 甲酸铵水溶液
B相: 0.05% 甲酸 +5 mmol/L 甲酸铵甲醇

流速: 0.4 mL/min

柱温: 40°C

进样量: 2 μL

梯度洗脱

时间 (min)	%A	%B
0	95	5
0.5	95	5
3	40	60
7	20	80
12	2	98
13	2	98
13.1	95	5
15	95	5

2 方法学验证: 配制一系列基质混合标准工作溶液, 采用外标法定量, 结果表明 523 种农药在 0.5~50 ng/L 范围内呈良好线性关系 ($r > 0.995$)。选用人参、枸杞、黄芪做添加回收实验, 482 种农药 (占总数 95%) 在 10 μg/kg 加标水平下回收率为 70~120%, RSD 均不大于 15%, 表明方法可用于中药材中多农药残留的快速测定, 获得灵敏、可靠的检测结果。

质谱方法

离子源: ESI 源, 正离子模式

离子源参数:

IS 电压: 5500V 气帘气 CUR:30psi

雾化气 GS1:55psi 辅助气 GS2:55psi

源温度 TEM:550°C 碰撞气 CAD:Medium

各化合物质谱参数可参照参考文献^[1,2]

实验结果

1. 采用分时间窗口多反应监测 (Scheduled MRM) 采集方式, 一次进样, 523 种农药残留分析时间为 15min。

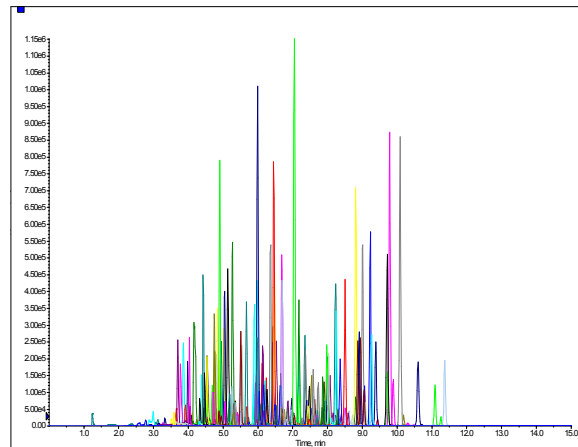


图1. 枸杞基质中 5 μg/kg 农药的色谱图。

2 方法学验证: 配制一系列基质混合标准工作溶液, 采用外标法定量, 结果表明 523 种农药在 0.5~50 ng/L 范围内呈良好线性关系 ($r > 0.995$)。选用人参、枸杞、黄芪做添加回收实验, 482 种农药 (占总数 95%) 在



10 µg/kg加标水平下回收率为70~120%，RSD均不大于 定，获得灵敏、可靠的检测结果。
15%，表明方法可用于中药材中多农药残留的快速测

表1. 典型农药的定量限 (LOQ)、相关系数(r)及3种中药基质中的平均回收率及相对标准偏差。

No.	农药名称	LOQ (ug/kg)	r	加标浓度	人参 Recovery %	RSD%	枸杞 Recovery %	RSD %	黄芪 Recovery %	RSD %
1	乙酰甲胺磷	0.5	0.9999	5	77.4	3.4	81.1	4.7	91.9	5.4
				10	79.6	5.5	81.2	4.1	93.3	7.4
2	啶虫脒	0.5	0.9991	5	101.9	10.9	95.1	9	105.2	4
				10	113	6.5	111.4	3.5	94	8.5
3	乙草胺	0.5	0.9998	5	91.9	12.2	91.6	5.2	102.9	6.1
				10	103.4	10.9	102	7.2	95.8	6.4
4	甲草胺	0.5	0.9989	5	113.4	8.2	92.4	5	87.1	2.4
				10	113.2	7.8	104.1	4.1	105.6	3.6
5	涕灭威	0.5	0.9982	5	83.2	13.4	96.8	2.4	84.1	5.6
				10	112.3	12.4	90.6	3.4	93.8	7.7
6	涕灭威砒	0.5	0.9994	5	100	3.2	97	5.4	101	5.9
				10	107.8	4.6	105.1	1.3	104.4	4.8
7	涕灭威亚砒	0.5	0.9997	5	81.2	4.3	85.5	5.9	89.4	7.3
				10	87.3	2.8	92.9	2.4	92.1	2.4
8	辛唑啉菌胺	0.5	0.9997	5	70.4	9.1	79.7	5.9	86.6	6.2
				10	72.9	6.5	76.8	5.4	83.8	2.9
9	莠灭净	0.5	0.9995	5	80.9	1.1	95.5	2.1	99.5	4.3
				10	94	6.4	98.3	4	95	3.8
10	酰嘧磺隆	0.5	0.9994	5	82.2	8.5	92.8	4.3	94.8	2.8
				10	91.9	7.6	94.5	1.9	93.1	4.7
11	莠去津	0.5	0.9999	5	100.4	8.7	99.4	5.9	102.9	6.4
				10	109	14.1	99.2	4.3	104	6.5
12	保棉磷	0.5	0.9997	5	99.7	8.4	112.7	3.4	98.9	8.4
				10	107.9	2.7	111.4	8	103.1	3
13	噁菌酯	0.5	0.9978	5	83.6	5.1	110.7	4.2	106	1.5
				10	113	4.5	113.4	2.5	106.4	0.8
14	苯霜灵	0.5	0.9998	5	106.2	6.9	106.2	7.1	87.8	12.8
				10	102.3	8.3	106.7	3.4	91.5	6.6
15	苯螨特	0.5	0.9993	5	113.3	8.6	105.1	10.4	110.9	11.4
				10	110.9	12.7	104.8	8.1	112.9	7.2
16	联苯肼酯	0.5	0.999	5	83.7	5.7	90.7	3.2	84.2	3.2
				10	83	8.1	88.3	3.4	81.9	5.7
17	联苯三唑醇	0.5	0.9992	5	110	6.9	101.3	9.3	94.5	6.8
				10	113.5	6.6	105.6	4.7	100.6	6.2
18	啶酰菌胺	0.5	0.9987	5	87.4	4.3	106.6	3.6	105.5	7.9
				10	114.1	1	107.5	4.6	100.3	8.7



表1. 典型农药的定量限 (LOQ)、相关系数(r)及3种中药基质中的平均回收率及相对标准偏差。(续)

No.	农药名称	LOQ (ug/kg)	r	加标浓度	人参 Recovery %	RSD%	枸杞 Recovery %	RSD %	黄芪 Recovery %	RSD %
19	除草定	0.5	0.998	5	86.2	7.5	106.2	7.3	105.1	11.6
				10	107	9.3	111.4	3.7	108.9	7
20	噻嗪酮	0.5	0.9995	5	98.7	3	100.5	3.2	100.9	1
				10	104.9	3.3	102.7	1.8	100.9	3.5
21	丁草胺	0.5	0.9995	5	108	5.2	99	1.5	109.4	2
				10	105.8	4.2	99.2	2.5	106.1	7.1
22	仲丁灵	0.5	0.9999	5	96.3	3.1	98.4	1.4	100.2	2.2
				10	99.5	4.9	99.4	2.8	104	1.5
23	硫线磷	0.5	0.9992	5	98.5	3.6	100	2.2	101.3	2.6
				10	104.7	5.2	102.3	0.9	102.2	1
24	甲萘威	0.5	0.9988	5	97.4	14.1	98.3	10.8	97.5	3.3
				10	99.1	7.2	93.8	6.1	102.2	3.4
25	多菌灵	0.5	0.9979	5	75.2	7	83	6.2	72.5	4
				10	72.6	7.9	89.4	2.5	76.8	2.4
26	克百威	0.5	0.9982	5	80.9	1.9	105.5	3	114.8	4.1
				10	105.5	2.7	110.2	2.4	110	6.2
27	3-羟基克百威	0.5	0.9997	5	103.7	6.7	87.2	7.4	98.9	5
				10	111.5	9.7	99.9	6.5	107.3	3.1
28	丁硫克百威	0.5	0.9997	5	55.7	17.1	55.7	12.4	49.4	2.2
				10	49.7	18.1	53.3	16.8	54.7	4
29	萎锈灵	0.5	0.9995	5	106.3	5.6	100.5	3.6	102.6	1.2
				10	106.3	5.6	105.6	0.9	108.6	3.5
30	氯虫酰胺	0.5	0.9986	5	107.3	5.5	97.9	4.3	85.8	6.5
				10	93.3	13.7	96.9	5	94.4	12.7
31	氟啶脲	0.5	0.9998	5	87	5.1	90.3	2.5	90.1	2.7
				10	88.3	4.6	89	2.3	111.2	5.4
32	绿麦隆	0.5	0.9995	5	85.1	4.1	94.4	5.6	105.5	5.6
				10	97.3	5	96	4.9	104.5	5.8
33	氯苯胺灵	0.5	0.9993	5	100.6	13.8	98.4	4.9	113.5	5.7
				10	114.4	5	99.7	2.9	108.2	8.6
34	毒死蜱	0.5	0.9995	5	96.1	5.5	97.9	4.6	96.5	6.9
				10	104.6	4.3	99	3.2	103.3	1.9
35	甲基毒死蜱	0.5	0.9992	5	91.1	2	105.9	9.1	108	7.6
				10	94.7	2.9	106.8	6.8	112.6	2.6
36	氯磺隆	0.5	0.9999	5	80.5	1.9	88.9	5	83.3	3.4
				10	86.8	5.7	90.6	6.5	82.3	7.4
37	醚磺隆	0.5	0.9992	5	99.8	7	99.1	4.8	106	3.9
				10	98.4	11.9	107.8	3.4	110.7	5
38	烯草酮	0.5	0.9991	5	97.3	4.7	111.9	4.2	89.6	2
				10	99.8	6.3	112.9	3.8	91.7	5.9



表1. 典型农药的定量限 (LOQ)、相关系数(r)及3种中药基质中的平均回收率及相对标准偏差。(续)

No.	农药名称	LOQ (ug/kg)	r	加标浓度	人参 Recovery %	RSD%	枸杞 Recovery %	RSD %	黄芪 Recovery %	RSD %
39	炔草酯	0.5	0.9994	5	101.1	3.8	88.9	5	107.5	4.8
				10	107.2	2.1	90.6	6.5	108.6	2.6
40	四螨嗪	0.5	0.9995	5	86.1	3.8	92.8	3.7	96.3	5.2
				10	81.4	5.9	90.8	3.5	102.6	2.8
41	异噁草酮	0.5	0.9995	5	100.5	5.9	103.3	2.7	103.5	5.2
				10	102.6	3.1	107.6	2.4	101.5	0.6
42	噻虫胺	0.5	0.9976	5	92.8	11.3	103.8	7.2	97.7	0.4
				10	95	7.4	104.3	14.5	103.4	0.6
43	蝇毒磷	0.5	0.9995	5	95	7.4	104.7	4.4	90.8	5.1
				10	96.4	6	102.2	2.1	81.7	3.9
44	氰草津	0.5	0.9998	5	101.6	4.9	99	3.2	102.1	4.1
				10	109.8	8.2	102.9	3.1	103.4	3.8
45	氰霜唑	0.5	0.9995	5	107.3	4.8	111.2	4.5	106.8	4.9
				10	112.4	8.1	108.1	3.7	112.6	0.8
46	氰氟草酯	0.5	0.999	5	92.3	7.3	102.7	6	114.9	2.5
				10	110.9	7.6	102.7	6	105.6	3.7
47	霜脍氰	0.5	0.9979	5	102.2	9	102.8	7.4	114.5	1.8
				10	101.3	8.5	92.9	7	106.6	9.8
48	环唑醇	0.5	0.9996	5	99.3	10.9	109.7	6.2	80.7	7.9
				10	108.2	7.6	111.2	3.5	93.8	11.2
49	啉菌环胺	0.5	0.9997	5	47.4	14.3	57.9	9.7	61	7.3
				10	43.7	11.1	58.6	6.4	53.8	3
50	敌草净	0.5	0.9996	5	81.6	8.2	92.4	13.7	109.9	4
				10	86.7	14.2	92.6	9.7	95.8	10.2
51	丁醚脲	0.5	0.9996	5	99.4	5.1	103.8	4	101.2	4.3
				10	105.2	3.4	106.7	3.1	106.8	2.6
52	二嗪磷	0.5	0.9999	5	98.9	4.6	101.5	3.8	106.2	4.3
				10	104.7	2.8	101.5	2.5	98.1	3.3
53	禾草灵	1	0.9987	5	92.1	6.5	89.2	7.3	107.4	8.1
				10	87.2	9.4	103.6	9.4	113.7	7.7
54	百治磷	0.5	0.9999	5	89.6	2.5	91	2.8	95	3
				10	99.1	8.6	97.6	1.6	99.3	3.5
55	乙霉威	0.5	0.9997	5	90.6	12.4	105.3	4.9	106.5	5.9
				10	105.2	15	101.3	5.1	114.1	3.3
56	苯醚甲环唑	0.5	0.9998	5	106.9	4.8	97.9	3.5	104.4	7.4
				10	106.8	9.1	101.4	2.1	99.7	10.2
57	除虫脲	0.5	0.9993	5	84.3	11.5	111.9	13.9	94.5	9.7
				10	88.7	3	111.5	6.5	106.9	8.9
58	乐果	0.5	0.9995	5	98.7	3.4	99.7	6.3	108	3.5
				10	100	6.9	105.8	2.4	111.7	5.6



表1. 典型农药的定量限 (LOQ)、相关系数(r)及3种中药基质中的平均回收率及相对标准偏差。(续)

No.	农药名称	LOQ (ug/kg)	r	加标浓度	人参 Recovery %	RSD%	枸杞 Recovery %	RSD %	黄芪 Recovery %	RSD %
59	烯酰吗啉	0.5	0.9986	5	102.5	5	105.7	2.4	99.8	8.6
				10	112.3	10	108	3.6	86.4	2
60	烯唑醇	0.5	0.9995	5	87.6	13	85.6	3.1	113.1	11.7
				10	99.2	11.8	102.1	5.9	103.3	12.7
61	呋虫胺	0.5	0.9998	5	87.6	6.8	89.5	12.6	95.5	2.4
				10	97.2	9	94.4	3.7	101.1	5.2
62	敌草隆	0.5	0.9987	5	95.9	12.7	106.3	14.8	99.7	11.7
				10	83.9	4.2	101.9	5.3	95	13.6
63	敌瘟磷	0.5	0.9999	5	95.8	3.9	100.8	4.3	106.9	4.2
				10	102.8	6.6	103.9	3.8	114.7	3.4
64	胺苯磺隆	0.5	0.999	5	80.3	2.9	88.1	1.5	92.4	4.4
				10	87.7	2.7	90.5	0.6	92.9	2.4
65	乙硫磷	0.5	0.9988	5	104.1	1.6	101.2	2	98.3	5.2
				10	111.7	6	103.4	2.1	101	5
66	乙虫腓	0.5	0.9993	5	103.2	4.2	105.4	7.2	106.2	4.5
				10	110.1	3.8	109.7	3.5	106.1	5.6
67	乙嘧酚	0.5	0.9996	5	77.7	10.7	84.6	5	80.9	5.7
				10	80.5	11.7	83.3	6.3	83	4.8
68	乙氧磺隆	0.5	0.9998	5	87.3	10.4	81.7	3.7	83.4	4.7
				10	80.7	7.3	83.9	2.1	85	4.7
69	醚菊酯	0.5	0.9999	5	89.3	3.6	93.3	5.9	95.3	5.1
				10	98.3	2.8	92.5	2.6	105.7	10
70	乙螨唑	0.5	0.9988	5	99.6	2.3	102	0.8	97.3	3.6
				10	106.2	4.8	106.5	1.9	102.3	3.2
71	噁唑菌酮	0.5	0.9977	5	87	10.4	113.1	6.4	93.4	8.3
				10	111.8	8.8	112.2	2.5	89.6	8.8
72	咪唑菌酮	0.5	0.9998	5	104.5	3.8	105.4	2	113.8	3
				10	104.4	6.8	109.7	3.2	107.8	7.9
73	苯线磷	0.5	0.9999	5	99.2	3.2	104.6	4.7	99.6	5.3
				10	104	3.8	106.3	3.2	105.7	3.7
74	苯线磷砒	0.5	0.9994	5	81.8	3.3	104	3.3	98.8	8.2
				10	104.4	3.8	103.1	3.2	100.4	7.7
75	苯线磷亚砒	0.5	0.9999	5	87.4	4	101.2	4.3	97.8	4.8
				10	104.7	7.1	105.5	1.9	98.5	4.9
76	氯苯嘧啶醇	0.5	0.9985	5	100.9	6.7	110.8	2.7	99.8	8.2
				10	102.9	6	111.2	5.4	98.7	5.3
77	啶螨醚	0.5	0.9998	5	79.7	2.8	80.7	2.6	82.7	3
				10	78.4	11.5	81.6	0.4	84	2.2
78	腈苯唑	0.5	0.999	5	110.7	8.5	98.4	8.7	114.3	5.7
				10	113.4	8.6	106.8	3.5	114.5	8.2



表1. 典型农药的定量限 (LOQ)、相关系数(r)及3种中药基质中的平均回收率及相对标准偏差。(续)

No.	农药名称	LOQ (ug/kg)	r	加标浓度	人参 Recovery %	RSD%	枸杞 Recovery %	RSD %	黄芪 Recovery %	RSD %
79	环酰菌胺	0.5	0.9996	5	98.8	3	106.7	4.8	111.4	4.6
				10	102.8	5.7	102.9	4.5	104.5	6.5
80	仲丁威	0.5	0.9996	5	87.1	13.5	102.1	11.4	108.7	9
				10	109	6.5	96.4	4.9	112.9	11.4
81	苯硫威	0.5	0.9997	5	99.8	2.2	96.8	8.1	98.1	5.5
				10	102.7	4.8	101.7	6.2	97.3	9.4
82	苯锈啶	0.5	0.9996	5	60.2	12.6	65.9	9.1	65.9	11.2
				10	68	7.8	63.1	3.7	60.6	9
83	丁苯吗啉	0.5	0.9997	5	64.7	12.9	67.7	3.4	62.7	6.4
				10	63.6	11.1	65.8	3.1	62	4.8
84	唑螨酯	0.5	0.9996	5	88.3	2.4	98.3	3.8	93.9	1.6
				10	101.3	14.1	103.3	2	109.4	6.1
85	倍硫磷	0.5	0.9995	5	92.1	7.1	102.4	1.3	101.8	4.1
				10	102.5	7.8	100.8	2.9	104.6	6.2
86	倍硫磷砒	0.5	0.9991	5	113.8	9.2	102.8	4.1	111.4	6.6
				10	112.6	4.5	103.3	1.8	110.2	10.1
87	倍硫磷亚砒	0.5	0.9993	5	106.3	4.1	98.5	3	102.9	3.7
				10	113.8	13.6	99.6	3.6	111.1	4.7
88	氟啶虫酰胺	0.5	0.999	5	94.3	8.1	100.2	14.1	98.3	6.1
				10	99.9	3.7	106.3	7.1	108.4	4.2
89	双氟磺草	0.5	0.9996	5	87	5.4	98.4	2.9	102.7	2.5
				10	106.2	7.3	100.4	3	105	4.7
90	精吡氟禾草灵	0.5	0.9996	5	102.2	2.5	106.3	3.3	100.5	3.2
				10	107.1	3	108	1.2	106.4	3
91	咯菌腈	0.5	0.9997	5	95.6	12.7	110.8	9.8	112.8	3
				10	96.3	11.7	108.9	12	111.6	3.9
92	氟虫脲	0.5	0.9996	5	98	2	100.9	1.4	99.2	2.9
				10	104.5	3.5	102.1	3.8	107.1	6.9
93	唑啉磺草胺	0.5	0.9996	5	102.4	3	94.5	2.4	103.3	3.2
				10	102.6	6.1	100.4	3.1	106	3.7
94	氟烯草酸	0.5	0.9988	5	102.6	5	106.1	3.5	101.9	4.1
				10	107	4.4	104.3	1.5	110.5	3.6
95	丙炔氟草胺	0.5	0.999	5	100.5	10.1	99.2	7.9	114.4	14.2
				10	113.7	14.8	104.3	3.2	110.6	13.3
96	氟草隆	0.5	0.9998	5	76.9	12.9	80.4	3.5	88.2	7
				10	71.4	10.1	92.6	8.1	108.7	13
97	氟吡菌胺	0.5	0.9998	5	101.7	2.9	109.4	2.8	107.8	6.4
				10	114.7	9.8	112.9	3.8	106.5	4.8
98	氟吡菌酰胺	0.5	0.9999	5	86.8	6.2	101	6.3	113.4	5.2
				10	86.4	5.6	99.2	5.2	110.5	4.7



表1. 典型农药的定量限 (LOQ)、相关系数(r)及3种中药基质中的平均回收率及相对标准偏差。(续)

No.	农药名称	LOQ (ug/kg)	r	加标浓度	人参 Recovery %	RSD%	枸杞 Recovery %	RSD %	黄芪 Recovery %	RSD %
99	氟硅唑	0.5	0.9997	5	99.6	4	102.8	2.8	107.6	2.5
				10	106	4.5	110.2	2.7	110.9	4.9
100	氟酰胺	0.5	0.9978	5	109	6.3	111.9	2.3	106.6	6.7
				10	113.4	5.9	112.5	2.9	103.9	5.8
101	粉唑醇	0.5	0.9998	5	81.7	9.7	99.2	5.7	97.2	6
				10	103.5	5	99	3.6	93.8	9.8
102	地虫硫磷	0.5	0.9996	5	103.6	7.8	100.9	7.6	96.7	4.2
				10	101.3	9.5	100.2	3.3	102.8	5.2
103	噻唑磷	0.5	0.9993	5	91.2	6.3	99.4	1.7	110	7.6
				10	114.9	4.8	100.3	5.8	112.8	3.8
104	氯吡嘧磺隆	0.5	0.9992	5	87.7	4.6	89.5	3.8	90	3.2
				10	88	6.3	86.7	1.1	92.1	4.9
105	氟吡甲禾磷	0.5	0.9998	5	105.5	4.1	110.8	2.6	106	2.2
				10	110.5	3.5	111.3	3	99.5	6.6
106	己唑醇	5	0.9982	5	89.7	10.4	89.7	10.4	80.7	10.2
				10	113.2	11.2	103.9	11.8	105.6	11.2
107	氟铃脲	0.5	0.9989	5	109.8	9.2	113.7	10.6	88.6	13.3
				10	96.7	12.1	111.9	8.3	102.3	12.1
108	环嗪酮	0.5	0.9976	5	87.7	3.8	98.7	2.1	97.8	3.1
				10	110.8	12.8	102.1	1.4	105.4	4.7
109	噻螨酮	0.5	0.9998	5	98.7	3	100.8	2.3	97.6	3.7
				10	104.6	2.6	100.4	1.2	102.3	4.1
110	抑霉唑	0.5	0.9991	5	81.4	5.2	82.6	8.9	85.9	2.3
				10	88	3.7	86.8	8	86.5	4.8
111	咪唑喹啉酸	0.5	0.9995	5	51.3	5	69.6	4.5	63	1.9
				10	58.5	6.2	65.9	4.6	66.7	6.7
112	咪唑乙烟酸	0.5	0.9996	5	49.4	5.7	64.7	5	58.7	5.4
				10	44.4	29	65.5	3.2	62.9	6.1
113	亚胺唑	0.5	0.9999	5	73.2	5.3	85.6	2.6	81.8	8.7
				10	75.5	2.3	84.8	1.8	81.8	3.6
114	吡虫啉	0.5	0.9999	5	107.7	6	97.8	5.2	105.3	5.7
				10	106.2	8.6	103.4	3.1	106	6.1
115	茚虫威	0.5	0.9999	5	107.1	3.3	109.1	4.1	103	7.5
				10	103.7	1	108.4	3.4	111.4	4.9
116	异稻瘟净	0.5	0.9996	5	99.7	4.1	110.8	3.2	112.3	0.8
				10	104.3	3.9	105	3.3	114.5	2.3
117	异菌脲	2	0.9993	5	112.4	7.7	101.6	8.1	110.7	7.8
				10	111	8.9	112.9	9.1	101.6	5.2
118	氯唑磷	0.5	0.9987	5	100.6	2.4	103.4	3.3	109.4	3.5
				10	106.8	3.9	105.5	1.1	109.1	3.6



表1. 典型农药的定量限 (LOQ)、相关系数(r)及3种中药基质中的平均回收率及相对标准偏差。(续)

No.	农药名称	LOQ (ug/kg)	r	加标浓度	人参 Recovery %	RSD%	枸杞 Recovery %	RSD %	黄芪 Recovery %	RSD %
119	水胺硫磷	0.5	0.9996	5	113.5	4.2	109.6	6.7	104.3	4.5
				10	114.5	7.9	101.3	8.4	103.7	4
120	甲基异柳磷	0.5	0.9989	5	89.9	7	103.8	6.3	105	7
				10	106.6	13.8	108.1	8.8	101.4	4.7
121	异丙威	0.5	0.9996	5	90.7	8.4	93	9.5	108.8	7.9
				10	107.3	6.3	94	6.4	105.4	8.7
122	稻瘟灵	0.5	0.9992	5	98.2	2.7	99.9	2.7	108.7	3.2
				10	107.5	6.1	102.2	3.4	110.6	2.6
123	异丙隆	0.5	0.9984	5	102	4.3	101.5	2.5	111	5.6
				10	106.3	13.1	102.4	0.2	104.2	7.6
124	伊维菌素	5	0.998	5	86.3	13.6	85.4	8.7	95.7	10.1
				10	87.6	7.3	102.9	10.2	104.2	6.2
125	醚菌酯	0.5	0.9992	5	101.8	2.6	108.3	7.7	108.7	6.6
				10	106.7	7.9	105.6	2.7	102.7	6
126	乳氟禾草灵	0.5	0.9995	5	101.6	2.3	105	4.9	102.9	4.5
				10	105.3	5	103	1.3	113.2	5
127	利谷隆	0.5	0.9991	5	110.2	9.4	98	5.3	106.6	5.7
				10	107.7	10	104.6	5.2	106.9	3.5
128	双炔酰菌胺	0.5	0.9991	5	113.9	5.2	109.2	4.3	108.9	5.6
				10	107.6	9.1	109	3.7	109.2	4.4
129	苯噻酰草胺	0.5	0.9995	5	92.4	1.4	99.9	5.6	107.6	3.4
				10	101.3	5.3	103	4.3	109.6	5.3
130	灭锈胺	0.5	0.9978	5	106	3.7	105.4	2.6	107.8	2.8
				10	113.9	6.5	111.1	2.4	108.2	5.3
131	甲基二磺隆	0.5	0.9994	5	99.3	3.9	100.7	4.7	105.2	3.9
				10	106	3.9	104.6	3.8	104.7	3.2
132	甲基磺草酮	0.5	0.9977	5	47.9	9.4	58.8	5.7	50.3	4.6
				10	43	5.9	52.9	7.1	53.5	9.8
133	甲霜灵	0.5	0.9998	5	101.3	5.7	97.6	5.6	105.3	3.2
				10	108.1	5.3	99.6	2	102.9	5.9
134	吡唑草胺	0.5	0.9995	5	90	6.7	103	3.5	106.9	11.2
				10	106.5	7.9	108.5	6.2	114.5	4.9
135	甲胺磷	0.5	0.9998	5	75.9	6.9	75.7	6.2	86.2	11.2
				10	76.2	7.2	77.6	0.9	89.5	7.4
136	杀扑磷	0.5	0.9987	5	90.4	4.1	106.2	7.3	93.3	14.2
				10	104.8	11	92.1	9.1	109	8.5
137	甲硫威	0.5	0.9991	5	97.7	9.5	109.2	7.7	112.3	2.8
				10	101.1	8.7	109.2	7.7	111.5	6
138	灭多威	0.5	0.9996	5	97.9	5.1	103.9	9.3	103.1	4.5
				10	104.9	8	105.1	3.9	102.7	2



表1. 典型农药的定量限 (LOQ)、相关系数(r)及3种中药基质中的平均回收率及相对标准偏差。(续)

No.	农药名称	LOQ (ug/kg)	r	加标浓度	人参 Recovery %	RSD%	枸杞 Recovery %	RSD %	黄芪 Recovery %	RSD %
139	甲氧虫酰肼	0.5	0.9982	5	99.7	10.8	102.3	6.4	96.6	2.9
				10	104.8	9.4	105.8	6.4	101	6.4
140	异丙甲草胺	0.5	0.9972	5	103.9	3.3	102.7	2.5	113.3	4
				10	109.4	2.6	112.6	2.7	114.5	6.3
141	苯菌酮	0.5	0.9994	5	95.5	5.2	100.8	2.1	104.2	10.4
				10	101	7	100.7	2.3	107.9	5.5
142	噻草酮	0.5	0.9995	5	94.8	7.3	100.9	8.5	113.4	3.6
				10	105.1	6.6	103.6	5.8	103.4	7.3
143	甲磺隆	0.5	0.9998	5	89.6	2.4	99.2	3.5	93.4	5.1
				10	97.7	5	101.8	1.6	100.3	4.3
144	速灭磷	0.5	0.9998	5	101.2	8.6	98.8	5.8	110.9	4.8
				10	96.2	9.2	103.4	2.6	109.1	1.6
145	禾草敌	0.5	0.9998	5	92.9	4.8	101.7	4	90.7	8.5
				10	96.5	3.5	100.2	6.3	95.2	5.6
146	久效磷	0.5	0.9994	5	91.2	3.4	93.2	2.8	96.4	3.9
				10	104	12.9	101.1	3.4	102.7	3.1
147	腈菌唑	0.5	0.9995	5	100.2	7.7	107.6	4.7	109	8.8
				10	106.8	2.7	107.7	2.2	110.2	9.1
148	二溴磷	0.5	0.9996	5	90.6	14.4	102.2	9.2	84.7	10.2
				10	85.8	4.6	104.7	4.4	88.7	6.8
149	敌草胺	0.5	0.9996	5	91.3	3.9	106.2	5.7	102.3	6
				10	99.1	2.6	98.5	0.9	104.5	5.8
150	烟嘧磺隆	0.5	0.9993	5	81.5	3.9	83.1	4.4	84.1	6.3
				10	83.3	6.7	81.6	4.4	86.3	6.2
151	氟草敏	0.5	0.9991	5	102	1.6	106	3	105.7	4.6
				10	106.9	4.4	108.9	4.2	105.2	5.9
152	氟酰胺	0.5	0.9993	5	113	5	105.4	4.6	104.9	4.1
				10	113.4	4.2	105.3	2.1	112.8	1.1
a53	氧乐果	0.5	0.9997	5	82.9	4.2	86.5	4.8	91	3.5
				10	84.9	3.9	92	1.5	92.4	3.1
154	丙炔噁草酮	0.5	0.9988	5	108.1	4.4	111.1	8.8	108.6	4.1
				10	108.5	9.2	114.4	3.7	112	4.9
155	噁草酮	0.5	0.9996	5	101.1	4.6	105.4	3	100	1.5
				10	107.5	6.1	107.3	2	104.4	4.2
156	噁霜灵	0.5	0.9996	5	105.1	6.3	99.5	9.5	110.5	8
				10	103.6	9.9	98.2	11.1	104.7	8.3
157	杀线威	0.5	0.9999	5	89.4	3	102.1	5.7	98.5	6
				10	93.2	6	108.8	3.4	106.5	3.1
158	乙氧氟草醚	1	0.9999	5	99.9	8.8	100.5	7.8	105.1	9.8
				10	92.2	7	84.3	4	98.6	8.1



表1. 典型农药的定量限 (LOQ)、相关系数(r)及3种中药基质中的平均回收率及相对标准偏差。(续)

No.	农药名称	LOQ (ug/kg)	r	加标浓度	人参 Recovery %	RSD%	枸杞 Recovery %	RSD %	黄芪 Recovery %	RSD %
159	多效唑	0.5	0.9953	5	109.2	9.7	100.9	9.3	109.7	12.6
				10	102.5	9.5	100.8	5.2	114.9	13.6
160	戊菌唑	0.5	0.9995	5	96.7	2.6	101.9	2.6	103.4	3.8
				10	103.3	8.4	105.4	3	108.3	4.8
161	甜菜宁	0.5	0.9972	5	107.2	9.2	114.1	10.6	111	8.8
				10	103.6	11.1	111.1	11	108.1	10.5
162	稻丰散	0.5	0.998	5	95.2	6.5	110.2	8.8	94.6	12.9
				10	104.7	7.4	104.9	3.2	102.6	7.6
163	甲拌磷	5	0.9976	5	88.6	6.5	112.7	4.4	88.9	13
				10	111.2	13.4	106.6	10.4	99.8	14.3
164	甲拌磷砒	0.5	0.9995	5	94.4	12.5	103.3	13.1	94.9	8.6
				10	114.5	5	104.3	7.2	107.8	9.4
165	甲拌磷亚砒	0.5	0.9979	5	106	5.5	102.7	6.1	103.6	6.1
				10	108.6	3.5	105.7	4.9	114.5	8.6
166	伏杀硫磷	0.5	0.9982	5	105.7	8.4	105.5	4.9	108.6	5.4
				10	112.1	6	105.4	4.9	111.5	4.9
167	硫环磷	0.5	0.9994	5	82.1	6.6	96.1	4.8	103.6	6.3
				10	102.5	4.1	101.7	1.7	111.1	4.6
168	甲基硫环磷	0.5	0.9987	5	93.6	3.8	94.8	3.8	98.3	4.9
				10	106.8	11.1	101	2.8	99.1	3.9
169	亚胺硫磷	0.5	0.9997	5	95	7.3	110.7	5.8	108.4	5.2
				10	106.6	11.5	107.9	4.5	111.9	4.5
170	磷胺	0.5	0.9999	5	101.3	3.9	98.5	3.1	110.5	7.9
				10	106.7	4	105.5	3.3	114.9	5.7
171	辛硫磷	0.5	0.9995	5	99.4	5.2	102.4	9.4	106.1	14.6
				10	106.5	4.4	106.3	6.6	113.7	7.4
172	甲基嘧啶磷	0.5	0.9997	5	102.5	2.2	98.7	3.1	101.6	2.7
				10	108.1	6.4	100.2	1.7	109.1	4.1
173	丙草胺	0.5	0.9987	5	94.6	2.8	105	1.5	82.7	3.1
				10	93.8	2.2	102.1	5.5	107.1	11.5
174	咪鲜胺	0.5	0.9996	5	86.4	5.9	99.1	6.9	99	9
				10	101.1	4.7	101.7	3.1	99.1	4.3
175	毒草胺	0.5	0.9995	5	101.1	4.5	101.3	4.8	95.8	4.9
				10	113.7	11.2	100.7	4.7	98.2	7.6
176	敌稗	0.5	0.9992	5	101.1	4.5	90.8	9.6	90.8	12
				10	106.1	4.3	99.3	3	96.1	12.7
177	炔螨特	0.5	0.9996	5	104.2	3	102.9	3	97.9	5.7
				10	112.8	3.2	102.9	4.4	110.6	6
178	炔苯酰草胺	0.5	0.9994	5	100.6	8.1	104.8	2.3	107	3.1
				10	103.4	2.5	102.2	3	111	3.6



表1. 典型农药的定量限 (LOQ)、相关系数(r)及3种中药基质中的平均回收率及相对标准偏差。(续)

No.	农药名称	LOQ (ug/kg)	r	加标浓度	人参 Recovery %	RSD%	枸杞 Recovery %	RSD %	黄芪 Recovery %	RSD %
179	丙硫菌唑	5	0.998	5	67.2	6.1	61	9.7	54.8	13.8
				10	71.2	10.8	61.7	9.1	58.8	12.7
180	吡唑醚菌酯	0.5	0.9999	5	87.7	7.8	100.3	2.7	105.6	5.4
				10	95.3	5.4	101.7	2.6	96.8	5.8
181	吡草醚	0.5	0.9991	5	103.4	6	109.5	2.7	106.6	7.1
				10	106.4	4.8	108.5	2.4	111.9	4.1
182	吡啶磺隆	0.5	0.9997	5	87	2.4	98.9	1.8	99.2	3.6
				10	88.1	11.6	101.7	2.5	101	4.6
183	哒螨灵	0.5	0.9995	5	82.7	10.5	81.4	5	112.6	1
				10	93.2	3.4	85.1	7.1	111.7	6.5
184	环酯草醚	0.5	0.9992	5	87	5.1	105.5	2.1	102.1	3.5
				10	105.5	5	105.4	3.2	102.9	4.5
185	啞霉胺	0.5	0.9992	5	78.6	7.6	71	6.6	73.2	11.2
				10	75	4.5	72.1	3.3	76.6	7.8
186	吡丙醚	0.5	0.9998	5	97.8	2.7	97.5	2.7	96	4
				10	102	4.6	96.9	2	98.6	3.8
187	啞a	0.5	0.9997	5	95	10.3	101.7	5.8	103.5	4.4
				10	103.5	8	101.3	4.6	108.9	7.2
188	二氯啞啞啞	5	0.9982	5	96.6	10.3	86.4	5.9	90.5	8.6
				10	89.4	9.2	96.4	4.7	83.6	7.4
189	鱼藤酮	0.5	0.9999	5	107.5	6.3	109.6	3.5	107.1	8.2
				10	106.6	5.2	112.5	2.6	109.2	5.1
190	烯禾啞	0.5	0.9998	5	92.6	4.2	100.5	1.6	92.3	2.5
				10	98.4	2.7	102.5	2	103.4	3.4
191	西玛津	0.5	0.9982	5	101.1	7.6	93.6	9.5	98.6	6.9
				10	109.8	7.9	95.4	5	92	11.4
192	西草净	0.5	0.9998	5	88.4	9.6	86.1	7.6	94.7	14.2
				10	94.5	9.2	92.3	4.3	90.8	12
193	螺螨酯	0.5	0.9971	5	81.9	11.6	89.2	14	86.6	6.9
				10	83.4	10.8	92.4	5.1	90.9	9.5
194	螺环菌胺	0.5	0.9994	5	42.1	7.4	50.3	5	52.6	5.3
				10	56.2	13.3	54	4.1	49.2	3.3
195	治螟磷	0.5	0.9996	5	94.6	7.2	111.4	9.7	107.1	13.9
				10	100.5	12.3	108	6.6	101.6	7.5
196	氟啞虫胺腈	0.5	0.9989	5	110.2	6.4	103.9	4.6	113.1	8.7
				10	103.2	14.1	95.5	9.4	110.9	9.4
197	虫酰肼	0.5	0.9988	5	105.8	9.5	110	9.1	98.7	8.5
				10	94.9	9.9	98.6	6.7	102.7	7.4
198	特丁硫磷	0.5	0.9971	5	93.6	5.7	108.4	5.3	98.5	6.7
				10	96	6.4	103	4.2	114.7	12.7



表1. 典型农药的定量限 (LOQ)、相关系数(r)及3种中药基质中的平均回收率及相对标准偏差。(续)

No.	农药名称	LOQ (ug/kg)	r	加标浓度	人参 Recovery %	RSD%	枸杞 Recovery %	RSD %	黄芪 Recovery %	RSD %
199	特丁硫磷砷	0.5	0.9982	5	87.7	8.9	106.8	6.6	108.1	10.4
				10	113.8	7.7	107.2	4	109.4	5
200	特丁硫磷砷	0.5	0.9974	5	84.9	6.7	104.4	6.4	104.3	5.7
				10	114.1	2.4	108.5	4.7	110.6	6.3
201	四氟醚唑	0.5	0.9999	5	100.9	6.4	104.8	5.3	100.9	5.1
				10	107.4	4.6	108.5	3.4	102	4.4
202	噻虫啉	0.5	0.9982	5	106.7	5.7	100.6	5.4	106.2	8.2
				10	105.6	9	102.3	7.2	114.5	5.5
203	噻虫嗪	0.5	0.9999	5	96.5	3.6	98	7.9	104	4.6
				10	100.5	8.2	114.7	2.6	114.9	6.4
204	禾草丹	0.5	0.9999	5	107.2	3.8	100.8	4.4	85.6	6.1
				10	112.6	8.3	101.5	14.3	81.3	4.9
205	硫双威	0.5	0.9997	5	109.8	11.5	111.2	8.9	108.9	14
				10	104	12	107.2	8	96	14.7
206	甲基托布津	0.5	0.9961	5	110.4	2.6	113.7	4.9	88.2	14.5
				10	101.5	6.1	111.8	6.6	114.1	6.7
207	啉虫酰胺	0.5	0.9998	5	93.4	3.7	113.4	1.9	96.3	4.4
				10	101.7	2.5	106.8	2.7	94.2	4.6
208	三唑磷	0.5	0.9992	5	93.4	6.2	107	4.3	112.7	6.2
				10	112.7	6.3	112.6	2.9	109.5	3.5
209	三环唑	0.5	0.9994	5	81.4	4.9	82.9	2.4	92	5.6
				10	96.9	14.1	87.1	1.8	93.7	5.6
210	肟菌酯	0.5	0.9998	5	103.7	3.8	104.7	4.1	102.8	3.8
				10	109.6	3.2	102.5	1.7	107.9	4.8
211	氟菌唑	0.5	0.9991	5	94.4	3.2	105.1	4.6	102.6	1.6
				10	100.9	3.4	106.6	2.7	101.1	5.6
212	杀铃脲	0.5	0.9993	5	101.7	7.8	110.4	3.2	102.6	2.7
				10	107.2	6.8	112.5	2.5	113.5	7.9
213	噻氨灵	0.5	0.9999	5	97.9	7.3	102.5	5	107.5	10.6
				10	101.7	3.4	101.8	3.5	103.8	5.9
214	灭菌唑	0.5	0.9992	5	98.3	12	96.5	7.7	96.3	11.6
				10	102.6	10.7	94.5	6.4	105.1	8.6
215	蚜灭磷	0.5	0.9989	5	93.8	2.5	96.3	2.8	100.3	4.7
				10	102.6	7.3	101.5	3.9	107.8	3.8
216	苯酰菌胺	0.5	0.9989	5	111.5	7.9	109	7.3	111.9	11.6
				10	114.2	4.1	99.8	6.3	99.6	12.4



结论

本文在 SCIEX Triple Quad™ LC-MS/MS 系统上，建立了一套测定中药材中 523 种农药的液质联用检测方法，该方案参照 2020 年版《中国药典》2341 农药残留量测定法（第一次征求意见稿），采用改良的 QuEChERS 方法进行样品前处理，灵敏度与准确度均满足农药残留检测要求，方法具有分析时间短，通量高，检测灵敏度高等特点，可用于中药材中的多农药残留的快速测定。

参考文献

- [1] 苗水,李雯婷,陈铭,周恒,兰岚,毛秀红,季申.液相色谱-串联质谱法同时测定三七中508种农药残留[J].分析测试学报,2019,38(07):761-774.
- [2] 《中国药典》2020年版四部通则2341 农药残留量测定法（第一次征求意见稿）

SCIEX Now™支持网络

一站式满足您所有的支持需求

产品和数据安全

合规性服务提升您的信心，帮助您保护数据安全，确保数据完整性，以及数据管理系统的溯源性。

新手上路

我们将帮助您在SCIEX University 在线注册，邀请您在SCIEX University注册学习，并向您发送欢迎电子邮件。

实验室增强服务
SCIEX实验室增强服务计划，为您的实验室提供整体服务解决方案，以提高工作效率并减少系统停机时间。



SCIEX University™
优质的内容，个性化的学习方式 - 使用全新的科学记忆方式设计的课程。

自我学习资源

我们的知识库和社区，将帮助您提升科学知识水平，并从SCIEX专家或者同行那里找到您所需要的答案。

全工作流程技术支持

只要您在实验过程中，遇到困难挑战，SCIEX 支持团队都会帮助您高效地解决问题，实现科学目标。

立即开始成功之路: sciex.com.cn/support

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。Echo 和 Echo MS是属于美国或在其他国家地区的Labcyte, Inc.的商标或注册商标，该商标经许可使用。所示图像仅用于说明目的，可能不是产品和/或技术的精确表示。样品盘可以从贝克曼库尔特生命科学事业部购买。

© 2020 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-12649-ZH-A



SCIEX中国

北京分公司
上海公司及中国区应用支持中心
广州分公司
全国咨询电话: 800-820-3488, 400-821-3897

北京市朝阳区酒仙桥中路24号院1号楼5层
上海市长宁区福泉北路518号1座502室
广州市天河区珠江西路15号珠江城1907室

电话: 010-5808-1388
电话: 021-2419-7200
电话: 020-8510-0200
官网: sciex.com.cn

传真: 010-5808-1390
传真: 021-2419-7333
传真: 020-3876-0835
官方微信: SCIEX-China