

## 应用本土化质谱SCIEX Triple Quad™ 系统测定25版药典规定中药材中59种植物生长调节剂的检测方案

## Quantitative Analysis of 59 Plant Growth Regulators in Traditional Chinese Medicine by Localization Mass Spectrometry SCIEX Triple Quad™ System

史晓媛, 钟晨春, 龙志敏

Xiaoyuan Shi, Chenchun Zhong, Zhimin Long

SCIEX 应用支持中心, 中国

**Key words:** Localization SCIEX Triple Quad™, Traditional Chinese Medicine, Plant Growth Regulator, Quantitation

### 引言

植物生长调节剂 (plant growth regulators, PGR) 是一类人工合成或提取的, 与天然植物激素具有相似调节植物生长作用的物质。近年来, 由于中药需求的不断扩大, 野生药材供不应求, 人工种植行业发展壮大。为了获得更高的经济效益, PGR也被逐渐应用于中药的种植栽培过程。但是植物生长调节剂的不合理使用, 导致中药材品质下降, 同时也影响了药材的安全性。为了推动中药材产业的健康、可持续发展, 2025版《中国药典》新增了植物生长调节剂残留量测定法。本方案针对植物生长调节剂残留量测定法第一法建立液质方法和前处理方法, 为中药材中植调剂检测工作提供完整、灵敏、可靠的解决方案。

### 前处理方法

参考25版药典《第一法 59种植物生长调节剂残留量测定法》QuEChERS法

前处理耗材: 无水硫酸镁、氯化钠、柠檬酸三钠和柠檬酸氢二钠混合包; 分散固相萃取净化管

### 实验设备



图1. ExionLC™ AD系统和本土化SCIEX Triple Quad™ 系统

### 液相方法

色谱柱: Phenomenex Kinetex C18 (2.6 μm 150×2.1mm)

流动相: A: 水 (含0.05%甲酸, 10mmol/L甲酸铵);

B: 甲醇 (含0.05%甲酸, 10mmol/L甲酸铵)

流速: 0.4 mL/min;

进样体积: 2 μL

梯度洗脱

表1. 液相梯度条件

时间 ( min )	A%	B%
0.0	95	5
1.0	95	5
4.0	40	60
8.0	36	64
8.5	32	68
9.0	25	75
18.0	5	95
20.0	5	95
20.1	95	5
23	95	5

### 质谱方法

数据采集方法: MRM (多反应监测)

离子源: ESI源正模式/负模式

气帘气CUR: 35psi      IS电压: +5500V/-4500V

源温度 TEM: 400°C      雾化气Gas1: 55psi

辅助气Gas2: 55psi      碰撞气 CAD: Medium

多反应监测离子通道如表2

表2. MRM离子对信息

母离子 Q1 (m/z)	子离子 Q3 (m/z)	保留时间 (min)	化合物	DP	CE
216.1	174.1	6.63	莠去津 1	35	26
216.1	104	6.63	莠去津 2	35	38
221	179	6.63	氘代莠去津 1	35	30
221	101	6.63	氘代莠去津 2	35	35
498.4	481.4	11.37	芸苔素内酯 1	50	15
498.4	445.4	11.37	芸苔素内酯 2	50	22
498.4	427.3	11.37	芸苔素内酯 3	50	25
498.4	315.2	11.37	芸苔素内酯 4	50	32
498.4	481.4	11.38	24-表芸苔素内酯 1	50	15

母离子 Q1 (m/z)	子离子 Q3 (m/z)	保留时间 (min)	化合物	DP	CE
498.4	445.4	11.38	24-表芸苔素内酯 2	50	22
498.4	427.3	11.38	24-表芸苔素内酯 3	50	25
606.4	459.4	17.4	丙酰芸苔素内酯 1	30	26
606.4	441.3	17.4	丙酰芸苔素内酯 2	30	26
606.4	343.2	17.4	丙酰芸苔素内酯 3	30	30
606.4	515.4	17.4	丙酰芸苔素内酯 4	30	22
512.4	495.4	12.28	28-表高芸苔素内酯 1	25	15
512.4	459.4	12.28	28-表高芸苔素内酯 2	25	23
512.4	423.3	12.28	28-表高芸苔素内酯 3	25	28
296.1	240.2	14.23	仲丁灵 1	39	18
296.1	222.1	14.23	仲丁灵 2	39	30
122.1	59.1	0.91	矮壮素 1	50	38
122.1	58.1	0.91	矮壮素 2	50	27
214.1	172	8.78	氯苯胺灵 1	26	15
214.1	154.2	8.78	氯苯胺灵 2	26	24
200	155.1	5.82	坐果胺 1	47	17
200	91	5.82	坐果胺 2	47	35
200	127.1	5.82	坐果胺 3	47	27
200	120	5.82	坐果胺 4	47	31
262.1	58.1	5.5	增产胺 1	100	53
262.1	72.1	5.5	增产胺 2	100	33
262.1	100.1	5.5	增产胺 3	100	26
216.1	143.1	5.06	胺鲜酯 1	56	23
216.1	100.1	5.06	胺鲜酯 2	56	21
216.1	71.1	5.06	胺鲜酯 3	56	33
213.1	77	6.43	1,3-二苯基脲 1	76	52
213.1	94	6.43	1,3-二苯基脲 2	76	26
213.1	120.1	6.43	1,3-二苯基脲 3	76	26
239.1	165	7.45	吲熟酯 1	53	27
239.1	193.1	7.45	吲熟酯 2	53	18
422.1	143	14.18	氟节胺 1	20	28
422.1	107	14.18	氟节胺 2	20	97
313.1	270.1	8.84	咪啉醇 1	130	33

表2. MRM离子对信息 (续)

母离子 Q1 (m/z)	子离子 Q3 (m/z)	保留 时间 (min)	化合物	DP	CE	母离子 Q1 (m/z)	子离子 Q3 (m/z)	保留 时间 (min)	化合物	DP	CE
313.1	269.1	8.84	咪唑醇 2	130	47	255.2	135.2	11.52	茉莉酮 3	57	19
313.1	185.1	8.84	咪唑醇 3	130	43	255.2	177.1	11.52	茉莉酮 4	57	16
313.1	189	8.84	咪唑醇 4	130	66	138.2	92	1.02	吡啶醇 1	70	30
216.1	188.1	4.86	糠氨基嘌呤 1	27	23	138.2	120.1	1.02	吡啶醇 2	70	21
216.1	147.9	4.86	糠氨基嘌呤 2	27	19	220.1	136.1	4.09	反式玉米素 1	92	24
216.1	80.2	4.86	糠氨基嘌呤 3	27	27	220.1	119	4.09	反式玉米素 2	92	47
339.1	321.1	8.07	抗倒胺 1	123	25	220.1	185.1	4.09	反式玉米素 3	92	23
339.1	80.1	8.07	抗倒胺 2	123	36	220.1	148.1	4.09	反式玉米素 4	92	21
176.1	130.1	5.1	3-吡啶乙酸 1	80	22	264.1	70	10.39	抑芽唑 1	105	50
176.1	103	5.1	3-吡啶乙酸 2	80	42	264.1	109	10.39	抑芽唑 2	105	68
204.1	186	5.9	3-吡啶丁酸 1	77	19	264.1	67.1	10.39	抑芽唑 3	105	50
204.1	130.1	5.9	3-吡啶丁酸 2	77	35	264.1	120.7	10.39	抑芽唑 4	105	29
190.1	130	5.46	3-吡啶丙酸 1	60	26	315.1	169	15.31	脱叶磷 1	200	21
190.1	172.1	5.46	3-吡啶丙酸 2	60	15	315.1	112.9	15.31	脱叶磷 2	200	31
114.2	98	1.01	甲哌鎗 1	60	35	315.1	57.1	15.31	脱叶磷 3	200	38
114.2	58	1.01	甲哌鎗 2	60	30	315.1	259	15.31	脱叶磷 4	200	19
225.2	133.1	7.85	茉莉酸甲酯 1	40	21	253.1	69	6.92	抗倒酯 1	58	30
225.2	147.1	7.85	茉莉酸甲酯 2	40	20	253.1	165	6.92	抗倒酯 2	58	24
225.2	151.2	7.85	茉莉酸甲酯 3	40	18	253.1	179.1	6.92	抗倒酯 3	58	23
204.1	136.1	5.55	烯腺嘌呤 1	99	21	253.1	207	6.92	抗倒酯 4	58	17
204.1	148.1	5.55	烯腺嘌呤 2	99	17	292.1	70	10.23	烯效唑 1	105	50
204.1	119	5.55	烯腺嘌呤 3	99	45	292.1	43	10.23	烯效唑 2	105	87
215.2	141.1	9.7	萘乙酸乙酯 1	33	20	292.1	125	10.23	烯效唑 3	105	39
215.2	115	9.7	萘乙酸乙酯 2	33	60	226.1	65.1	5.43	6-苄氨基嘌呤 1	110	73
201.1	115	8.01	萘乙酸甲酯 1	33	54	226.1	91	5.43	6-苄氨基嘌呤 2	110	31
201.1	141.1	8.01	萘乙酸甲酯 2	33	19	226.1	148.1	5.43	6-苄氨基嘌呤 3	110	24
186.1	141.1	5.48	萘乙酰胺 1	49	24	248	93	6.85	氯吡脞 1	97	50
186.1	115.1	5.48	萘乙酰胺 2	49	52	248	129	6.85	氯吡脞 2	97	23
294	70	8.61	多效唑 1	100	52	248	154.9	6.85	氯吡脞 3	97	21
294	125	8.61	多效唑 2	100	56	221.1	102	5.72	噻苯隆 1	100	21
294	165	8.61	多效唑 3	100	30	221.1	128	5.72	噻苯隆 2	100	23
255.2	153.2	11.52	茉莉酮 1	57	20	273.1	55	4.86	调味酸 1	-32	-58
255.2	149.1	11.52	茉莉酮 2	57	19	273.1	83	4.86	调味酸 2	-32	-25

表2. MRM离子对信息 (续)

母离子 Q1 (m/z)	子离子 Q3 (m/z)	保留 时间 (min)	化合物	DP	CE	母离子 Q1 (m/z)	子离子 Q3 (m/z)	保留 时间 (min)	化合物	DP	CE
211.1	111	5.19	调环酸 1	-20	-30	169	111	4.74	4-氟苯氧乙酸 1	-30	-20
211.1	167	5.19	调环酸 2	-20	-22	169	91	4.74	4-氟苯氧乙酸 2	-30	-43
211.1	123.1	5.19	调环酸 3	-20	-20	345.1	143.1	4.77	赤霉酸 1	-130	-40
211.1	193	5.19	调环酸 4	-20	-19	345.1	221.1	4.77	赤霉酸 2	-130	-35
263.1	153.1	5.52	脱落酸 1	-22	-16	345.1	239.2	4.77	赤霉酸 3	-130	-22
263.1	201.1	5.52	脱落酸 2	-22	-22	345.1	227.1	4.77	赤霉酸 4	-130	-35
263.1	204.1	5.52	脱落酸 3	-22	-24	329.1	223.1	7.24	赤霉素 7 1	-126	-27
263.1	219.1	5.52	脱落酸 4	-22	-17	329.1	211.1	7.24	赤霉素 7 2	-126	-38
228.9	78.9	5.48	4-溴苯氧乙酸 1	-10	-42	276.9	218.9	5.78	4-碘苯氧乙酸 1	-40	-21
228.9	170.9	5.48	4-溴苯氧乙酸 2	-10	-19	276.9	126.8	5.78	4-碘苯氧乙酸 2	-40	-42
230.9	80.9	5.48	4-溴苯氧乙酸 3	-10	-42	168	153	5.07	5-硝基邻甲氧基苯酚1	-75	-18
230.9	172.9	5.48	4-溴苯氧乙酸 4	-10	-19	168	123	5.07	5-硝基邻甲氧基苯酚2	-75	-27
185	127	5.31	4-氯苯氧乙酸 1	-10	-20	201	143	5.77	2-萘氧乙酸 1	-40	-23
185	35	5.31	4-氯苯氧乙酸 2	-10	-55	201	157	5.77	2-萘氧乙酸 2	-40	-14
187	129	5.31	4-氯苯氧乙酸 3	-10	-19	201	126.7	5.77	2-萘氧乙酸 3	-40	-16
187	143	5.31	4-氯苯氧乙酸 4	-10	-13	138	108	5.08	对硝基苯酚钠 1	-110	-23
199	126.9	5.87	调果酸 1	-10	-17	138	92	5.08	对硝基苯酚钠 2	-110	-30
199	35	5.87	调果酸 2	-10	-54	138	46	5.08	对硝基苯酚钠 3	-110	-49
201	128.9	5.87	调果酸 3	-10	-17	252.9	194.9	7.03	2,4,5-三氯苯氧乙酸 1	-90	-19
215	157	4.92	坐果酸 1	-10	-17	254.9	196.9	7.03	2,4,5-三氯苯氧乙酸 2	-90	-19
215	155	4.92	坐果酸 2	-10	-30	498.7	454.7	6.97	2,3,5-三碘苯甲酸 1	-90	-12
217	159	4.92	坐果酸 3	-10	-17	498.7	126.9	6.97	2,3,5-三碘苯甲酸 2	-90	-25
272	159.9	8.07	氯氨环丙酸 1	-50	-27	527.3	481.3	5.4	14-羟基芸苔素甾醇 1	-50	-24
272	228	8.07	氯氨环丙酸 2	-50	-16	527.3	347.2	5.4	14-羟基芸苔素甾醇 2	-50	-39
220.9	162.9	5.98	2,4-二氯苯氧乙酸 1	-48	-19	527.3	159	5.4	14-羟基芸苔素甾醇 3	-50	-40
218.9	160.9	5.98	2,4-二氯苯氧乙酸 2	-48	-20	231.1	172.9	5.3	萘乙酸 1	-38	-19
232.9	160.9	7.04	2,4-滴丙酸 1	-80	-19	231.1	184.9	5.3	萘乙酸 2	-38	-16
234.9	162.9	7.04	2,4-滴丙酸 2	-80	-19	231.1	156.9	5.3	萘乙酸 3	-38	-25
239	193.9	10.24	地乐酚 1	-120	-31						
239	192.9	10.24	地乐酚 2	-120	-35						
239	163	10.24	地乐酚 3	-120	-44						

## 实验结果

### 1. 典型色谱图

20 ng/mL 基质加标样品典型谱图见图2。从图2可以看出，色谱峰峰形良好。

### 2. 灵敏度和线性

按照QuEChERS前处理流程对中药半夏进行提取获得空白基质溶液。将59种植调剂稀释至对应浓度水平，化合物响应高，定量下限为0.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ -5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，低于药典规定的检出限10-50倍，远远满

足药典需求。59种植调剂的线性关系良好，相关系数  $r^2 > 0.99$ 。图3为内标法定量，59种植调剂的标准曲线。

### 3. 回收率

称取9份半夏粉末，分别加入标准溶液配制最终进样浓度为8, 30, 150 ng/mL低、中、高三个浓度，每个浓度平行配制3个，每个浓度进样两次，按照实验方法中样本QuEChERS前处理流程进行提取。低、中、高3个不同浓度的提取回收率结果中（见表3），大部分化合物回收率在70~110%之间；每个浓度下提取回收率结果RSD均在15%以内，满足药典对方法学要求。

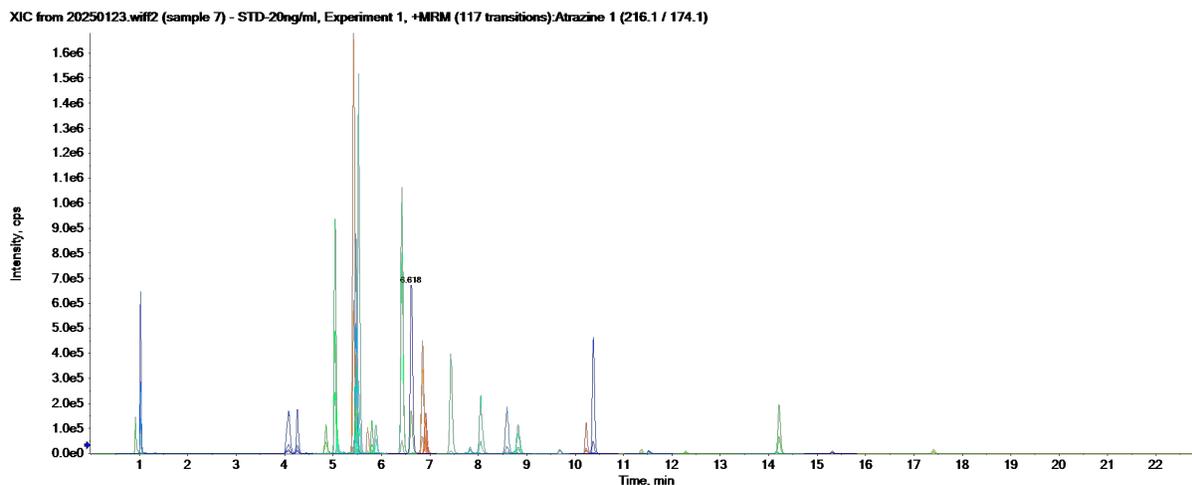


图2. 59种化合物提取离子色谱图

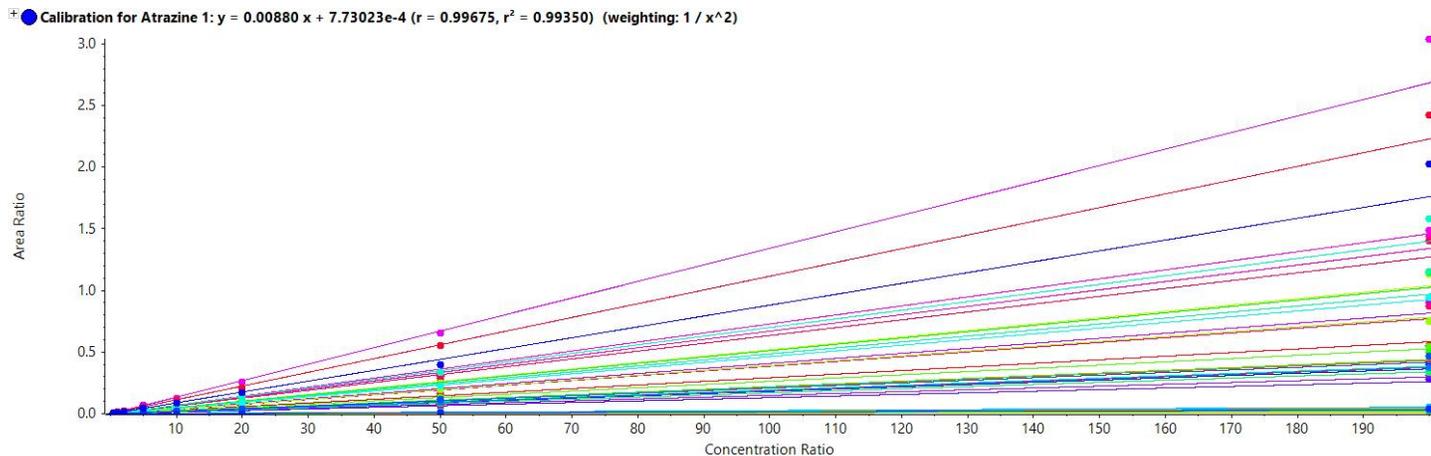


图3. 标准曲线和线性回归方程，线性相关系数  $r^2 > 0.99$

表3. 部分化合物不同添加浓度样本回收率表

化合物	低浓度 ( 8ng/mL )		中浓度 ( 30ng/mL )		中浓度 ( 150ng/mL )	
	回收率(%)	RSD(%)	回收率(%)	RSD(%)	回收率(%)	RSD(%)
莠去津	99.00	1.63	89.88	1.23	82.15	1.46
芸苔素内酯	92.73	3.56	94.87	9.43	95.07	9.45
丙酰芸苔素内酯	96.32	3.15	89.35	1.44	93.23	10.82
仲丁灵	94.18	3.97	88.34	2.40	101.10	0.69
坐果胺	91.19	8.50	78.65	8.15	72.60	3.18
氯苯胺灵	97.74	6.28	87.66	2.38	93.94	3.89
氟节胺	92.25	7.84	86.18	2.11	83.90	2.47
咪嘧啉	94.02	4.34	92.67	1.45	89.90	4.93
3-吡啶丁酸	83.67	6.75	76.87	1.57	73.67	2.27
茉莉酸甲酯	88.13	5.43	76.48	1.75	99.49	3.71
萘乙酸乙酯	88.69	4.44	79.76	4.02	79.52	4.15
萘乙酰胺	95.99	1.73	90.70	1.13	89.11	7.40
多效唑	93.33	2.72	89.98	3.35	87.59	4.31
茉莉酮	90.64	4.13	88.02	10.88	83.92	4.62
抑芽唑	97.07	0.96	91.56	2.26	76.10	3.45
脱叶磷	82.54	8.06	84.53	2.89	78.98	5.79
烯效唑	80.09	1.82	76.76	2.83	72.12	2.72
地乐酚	109.70	2.81	99.02	7.74	80.05	6.12

### 符合法规要求的SCIEX OS软件

SCIEX OS软件是一个封闭系统，记录和签名以电子方式存储，符合21 CFR Part 11中列出的法规要求。SCIEX OS软件可以通过指定的处理工作站，从封闭网络内的任何可见存储位置打开原始数据文件。图4展示了SCIEX OS软件的特点，用于监控审计跟踪、执行采集、处理数据和配置用户访问。审计跟踪功能使用户能够监控高风险事件并评估数据完整性。中央管理员控制台(CAC)功能允许用户将采集和处理集中在一个平台上，以提高实验室的效率。使用配置模块，用户可以分配角色和访问管理员、方法开发人员、分析师和审核员。

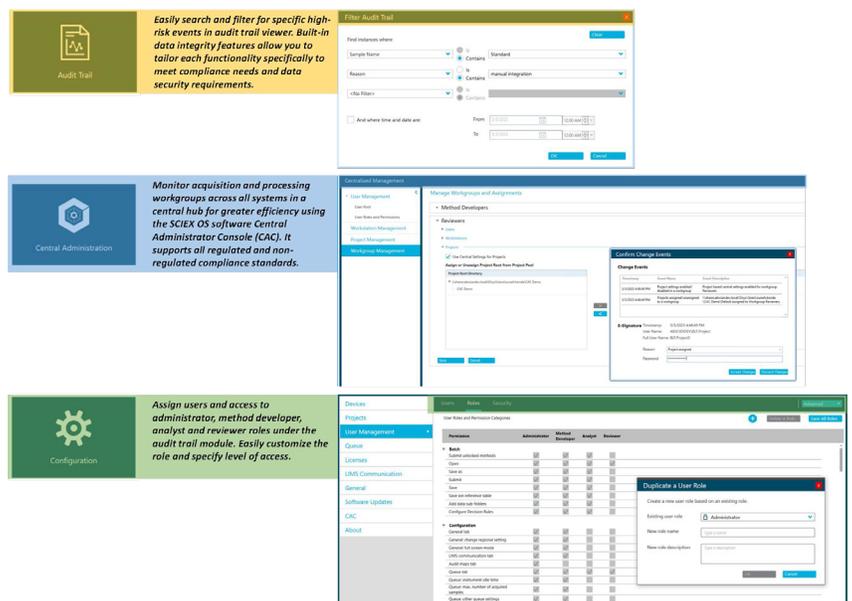


图4. SCIEX OS软件可用于监控审计跟踪、执行采集、处理数据和配置用户访问

## 总结

本文根据国家药典委发布2025年版《中国药典》植物生长调节剂残留量测定法第一法对中药材中59种植物生长调节剂残留的测定要求，使用本土化SCIEX Triple Quad™ 质谱系统建立了59种植物生长调节剂的LC-MS/MS分析方法，同时在多种中药材基质中进行验证，结果表明，该方法灵敏度高、准确度和精密度良好，满足药典规定的检测需求，可用于中药材中植物生长调节剂的定量分析。

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。

© 2024 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. MKT-34529-A



### SCIEX中国

北京分公司  
北京市朝阳区酒仙桥中路24号院  
1号楼5层  
电话：010-5808-1388  
传真：010-5808-1390

全国咨询电话：800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心  
上海市长宁区福泉北路518号  
1座502室  
电话：021-2419-7201  
传真：021-2419-7333

官网：[sciex.com.cn](http://sciex.com.cn)

广州办公室  
广州国际生物岛星岛环北路1号  
B2栋501、502单元  
电话：020-8842-4017

官方微信：[SCIEX-China](#)