

# 中药材 30 种禁用农残的 UPLC-MS/MS 测定

2020 版《中华人民共和国药典（四部）》2341 第五法 LC-MS/MS-QuEChERS 法

## 一、样品提取

准确称取经粉碎的样品 3.0 g 于 50mL 离心管中，加入 1% 冰醋酸水溶液 15 mL，涡旋混合 15 min。精密加入乙腈 15 mL，涡旋混匀，置摇床上剧烈振荡（500 次/min）5 min。加入 QuEChERS 萃取盐包（Cat. No.COQ050020H），立即摇散，剧烈振摇（500 次/min）3 min，冰浴 10 min，以 4000 r/min 离心 5 min。

## 二、净化

取上述溶液上清液 9 mL 置于萃取净化管（Cat. No.COQ015050H）中，振摇 5 min 使之充分混匀，以 4000 r/min 离心 5 min，精密吸取上清液 5 mL 置氮吹仪上于 40℃ 水浴浓缩至约 0.3 mL，用乙腈定容至 1 mL，超声振荡 2 min，涡旋混匀，离心，取上清液过滤，收集续滤液。

## 三、基质标准曲线溶液的制备

取空白基质样品 3 g，一式 6 份，同供试品溶液的制备方法处理至“5 mL 置氮吹仪上于 40℃ 水浴浓缩至约 0.3 mL”，分别加入混合对照品溶液（100 μg/L）50、100 μL，混合对照品溶液（2000 μg/L）25、50、100、200 μL，用乙腈定容至 1 mL，涡旋混匀，过微孔滤膜（0.22 μm），取续滤液，即得。

## 四、仪器条件（Thermo Fisher TQS Endura）

### 色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS（Thermo Fisher TQS Endura）

色谱柱：CommaSil® ODS (2.1 mm×100 mm, 3.0 μm)

流动相：A：水（0.1% 甲酸） B：甲醇

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0	98	2
2.0	95	5
8.0	70	30
16.5	30	70
17.5	30	70
19	2	98
21	2	98
21.5	98	2
22	98	2

流速：0.4 mL/min

柱温：35℃

进样量：5 μL

### 质谱条件

离子源：HESI

电喷雾电压：3500 V

鞘气压力：30 arb

辅气压力：2 arb

离子传输管：380℃

辅气温度：350℃

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表（\* 为定量离子）

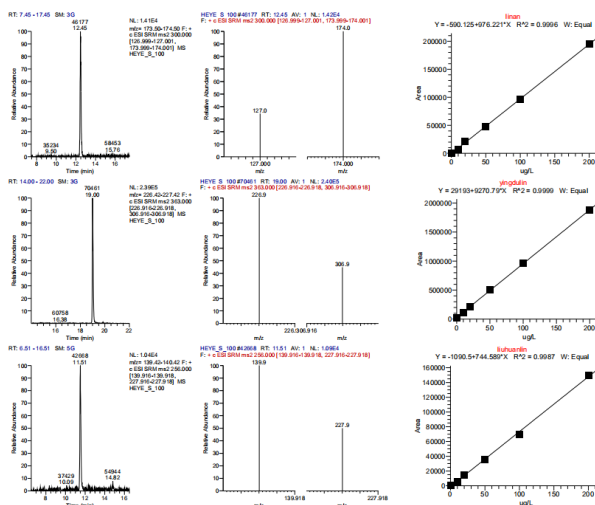
序号	名称	保留时间/min	母离子	子离子
1	苯线磷	16.08	304.1	216.9*, 233.9
2	甲拌磷	17.09	261.0	75.2*, 142.9, 170.8
3	久效磷	5.75	224.1	109.1*, 192.9
4	克百威	10.87	222.3	123.1*, 165.2
5	杀虫脒	6.68	197.2	46.4*, 178.9
6	氯唑磷	15.54	314.0	162.3*, 271.9
7	苯线磷砒	10.77	336.1	266.2*, 308.2
8	内吸磷	12.41	259.1	61.2*, 89.1
9	涕灭威亚砒	4.06	207.1	89.2*, 132.4
10	苯线磷亚砒	9.46	320.1	171.3*, 233.2, 292.1
11	甲胺磷	0.75	142.1	94.1*, 125.1
12	涕灭威砒	10.91	223.2	76.2*, 166.0
13	涕灭威	9.15	213.1	89.1*, 116.1, 98.0
14	水胺硫磷	13.25	312.0	235.9*, 269.9
15	特丁硫磷亚砒	12.96	305.1	187.2*, 248.9
16	氯磺隆	11.25	358.0	167.3*, 141.3
17	治螟磷	16.72	323.0	294.9*, 170.9
18	特丁硫磷砒	14.5	321.1	171.2*, 274.9
19	硫线磷	17.14	271.1	131.1*, 159.2
20	甲磺隆	10.82	382.0	167.3*, 198.9
21	甲拌磷砒	12.99	293.1	251.9*, 272.3
22	磷胺	10.66	300.0	127.1*, 174.1
23	甲基异硫磷	16.43	332.2	121.1*, 230.9
24	蝇毒磷	16.65	363.0	226.9*, 306.9
25	硫环磷	8.48	256.0	139.9*, 227.9
26	灭线磷	14.13	243.1	172.9*, 215.0
27	3- 羟基克百威	7.31	238.2	163.2*, 181.1, 220.2
28	胺苯磺隆	11.69	411.1	168.3*, 196.3
29	地虫硫磷	16.59	247.0	109.1*, 137.1
30	甲拌磷亚砒	10.08	277.1	125.1*, 199.0, 259.0

## 五、实验结果

表 3 加标浓度为 0.1 mg/kg 的中药基质中 30 种禁用农残回收实验结果

目标物	回收率 (%)				RSD (%)			
	黄芪	西洋参	荷叶	莲子	黄芪	西洋参	荷叶	莲子
甲胺磷	80.8	75.0	68.6	82.5	2.2	2.1	3.9	4.5
涕灭威亚砒	78.9	88.9	74.6	96.3	3.0	4.2	2.9	2.8
涕灭威砒	73.5	110.5	95.9	96.5	0.1	4.6	6.2	6.2
杀虫脒	52.1	55.0	50.3	62.3	0.6	2.1	5.1	5.4
久效磷	81.0	91.2	92.8	90.6	4.5	1.3	4.9	0.7
3- 羟基克百威	76.6	109.3	80.3	76.2	4.8	8.1	7.5	6.3
涕灭威	97.2	109.2	85.1	95.0	3.4	0.4	1.7	2.3
硫环磷	81.1	91.0	89.8	115.9	6.0	3.3	4.0	1.7
磷胺	86.8	92.8	87.7	110.5	2.1	0.9	2.6	4.4
克百威	84.8	100.9	88.5	115.1	3.5	0.4	1.7	1.7
苯线磷亚砒	89.8	108.4	114.8	111.0	3.5	1.9	5.4	5.4
甲磺隆	51.4	50.4	51.6	63.8	3.1	1.0	0.5	2.4
苯线磷砒	85.7	93.9	86.8	108.5	3.1	1.2	2.1	3.8
氯磺隆	50.7	54.4	50.5	50.5	1.2	0.3	3.0	0.6
甲拌磷亚砒	87.3	111.4	115.0	114.1	0.7	4.1	0.3	4.7

目标物	回收率 (%)				RSD (%)			
	黄芪	西洋参	荷叶	莲子	黄芪	西洋参	荷叶	莲子
胺苯磺隆	72.0	66.0	58.4	91.6	2.8	6.2	4.5	3.6
甲拌磷砒	81.2	109.8	92.3	113.3	6.4	1.0	4.8	2.0
水胺硫磷	107.2	104.9	85.6	108.8	3.7	1.3	1.0	2.6
内吸磷	80.5	91.0	75.0	110.1	4.1	1.5	0.2	2.6
特丁硫磷亚砒	86.4	110.2	92.9	110.3	5.5	4.4	4.7	5.9
特丁硫磷砒	91.2	109.9	102.0	116.5	3.7	1.4	0.9	4.0
氯唑磷	88.1	104.0	92.2	114.3	1.8	1.1	1.4	1.4
灭线磷	83.3	95.9	88.0	110.4	1.5	1.2	0.3	1.6
苯线磷	79.5	87.9	79.2	108.1	1.8	3.5	1.9	0.9
甲基异硫磷	72.2	98.7	89.1	105.0	4.1	1.9	0.7	2.0
治螟磷	84.1	102.9	93.7	109.7	3.7	0.9	0.7	3.6
地虫硫磷	83.1	97.1	84.0	104.8	3.2	0.0	5.1	2.9
蝇毒磷	77.6	58.8	55.3	93.4	4.6	2.1	4.3	0.8
甲拌磷	87.5	92.2	79.2	101.8	5.7	4.5	2.4	5.2
硫线磷	90.5	103.9	88.2	112.7	0.4	0.1	0.4	2.8



HEYE\_SC\_1

Data File:  
Sample Type:  
Current Data Path:  
Injection Volume(µl):  
Instrument Method:

Current Processing Method:  
Instrument Name:

RT: 0.00 - 22.00 SM: 15G

HEYE\_SC\_1

Unknown  
D:\TraceFinderData\4.0\Projects\duongcan\20210203  
5.00  
D:\TraceFinderData\4.0\Projects\duongcan\20210120\30duongcan-0120  
N/A  
TSQ Endura

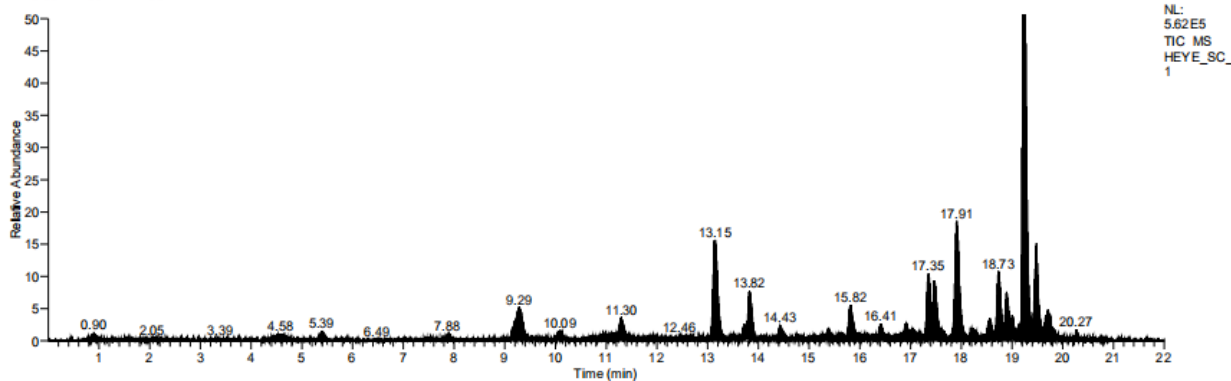


图1 添加水平 0.1 mg/kg 的 30 种禁用农残样品的总离子流及部分提取离子色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COQ050020H	6 g 硫酸镁、1.5 g 无水醋酸钠, 50 mL 离心管, 带离心管架	50 支 / 盒
COQ015050H	900 mg 硫酸镁、300 mg PSA、300 mg C18、90 mg GCB、300 mg 硅胶, 15 mL 离心管, 带离心管架	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙 /φ13 mm/0.22 µm/ 有机系	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒