

GC-MS/MS 快速方法测定药材中 50 个禁用农药残留物含量

GCMSMS-364

摘要： 本文使用岛津 GCMS-TQ8040 NX 三重四极杆气质联用仪建立了 GC-MS/MS 快速筛查法检测广藿香等 7 种药材中 50 个农药残留物的含量。7 种药材空白基质加标在 0.5~20 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内，各组分校准曲线线性良好，线性相关系数均在 0.995 以上，7 种药材基质加标浓度为 0.5 $\mu\text{g/L}$ 的混合标准溶液连续 5 次进样，考察仪器重复性，各组分峰面积重复性良好，峰面积相对标准偏差均小于 9.0%。该方法简单快速，是《中国药典》2025 年版通则 2341 第一法规定的药材及饮片（植物类）中禁用农药多残留测定法的良好补充。

关键词： GC-MS/MS 广藿香 枸杞 当归 黄芪 麦冬 金银花 铁皮石斛 农药残留物

技术特点：

- ❖ 分析速度快，一针进样只需 16 分钟
- ❖ 无需标准样品即可快速创建方法

植物源性中药是一种特殊农产品，随着其需求量的不断增大，使得目前的野生药材远远满足不了市场需求，于是多数药材依靠人工栽培。在人工栽培的过程中不可避免地使用各种类型的农药，以保证药材的质量和产量，造成了中药材农药残留问题。

2020 年版《中国药典》《0212 药材和饮片检定通则》规定，对于药材和饮片（植物类）不得检出 33 种禁用农药（低于定量下限），2025 年版《中国药典》公示稿在 2020 年版的基础上增补 14 种禁用农药，共计 47 种。这些禁用农药在中药材（植物类）中以母体或代谢物形式存在，需要同时检测的农药残留物共 72 个。通则 2341《农药残留量测定法》第一法《药

材及饮片（植物类）中禁用农药多残留测定法》规定了 72 个禁用农药残留物的 GC-MS/MS 和 LC-MS/MS 分析方法，其中 GC-MS/MS 方法分析的禁用农药残留物共计 50 个。

根据 2025 年版药典使用 GC-MS/MS 检测 50 个农药残留物，一针进样将近 46 分钟，不利于快速筛查，本文利用岛津 GCMS-TQ8040 NX 三重四极杆气相色谱质谱联用仪建立了广藿香等 7 种药材中 50 个农药残留物的快速筛查方法，一针进样只需 16 分钟，该方法简单方便，重复性好，是 2025 版《中国药典》对药材及饮片（植物类）中禁用农药多残留测定法的良好补充。

实验部分

1.1 仪器

GCMS-TQ8040 NX 气相色谱 - 三重四极杆质谱联用仪

1.2 分析条件

色 谱 柱	: SH-I-17Sil MS, 30 m×0.25 mm×0.25 μm
柱 温 程 序	: 82°C (1 min)_130°C /min_188°C _4°C /min_200°C (0.5 min)_20°C /min_300°C (6 min)
载 气	: 氦气
进 样 方 式	: 不分流进样
进 样 量	: 1 μL
载气控制模式	: 压力
压 力	: 146 kPa
离子化方式	: EI
离子源温度	: 250°C
色谱质谱接口温度	: 250°C
检测器电压	: 调谐电压 +0.7 kV
采集模式	: MRM, 离子对信息见表 1

■ 样品前处理

样品前处理流程如下图所示。

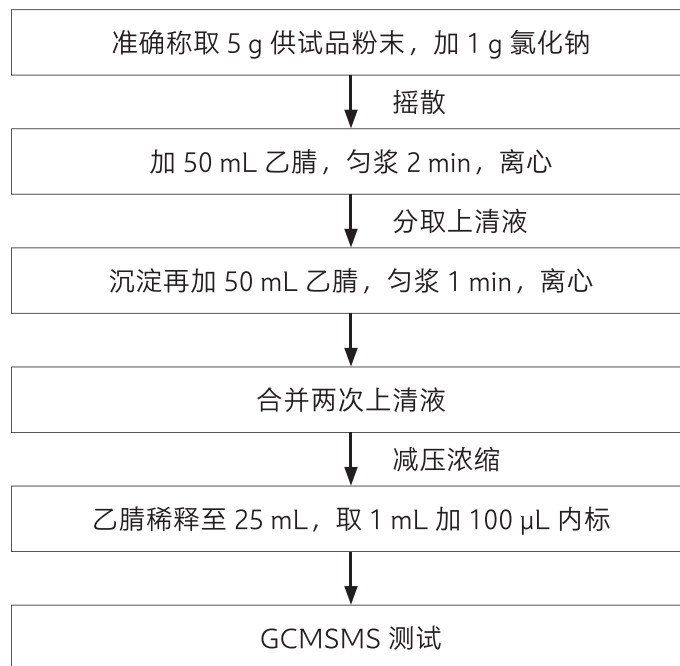


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 MRM 参数

使用岛津药典版农残快筛数据库方法文件，采集正构烷烃数据，结合数据库文件，建立 MRM 方法，MRM 采集参数如下表所示。

表 1 MRM 采集参数

No.	化合物名称	英文名称	保留时间 (min)	CAS 号	特征离子对	碰撞电压 (CE)
1	灭线磷	Ethoprophos	5.230	13194-48-4	199.70>157.80 157.80>97.00	5 20
2	杀虫脒	Chlordimeform	5.542	6164-98-3	152.00>117.00	15
3	治螟磷	Sulfotep	5.582	32689-24-5	181.00>140.00 322.00>174.00	15 15
4	甲拌磷	Phorate	5.814	298-02-2	322.00>294.00 260.00>75.00	10 5
5	六氯苯	Hexachlorobenzene	5.909	118-74-1	230.80>128.60 283.80>248.80	25 24

6	氧乐果	Omethoate	6.093	1113-02-6	283.80>213.80 156.00>111.00	28 8
7	α -六六六	α -BHC	6.165	319-84-6	110.00>79.00 181.00>145.00	10 15
8	特丁硫磷	Terbufos	6.261	13071-79-9	218.90>182.90 230.80>129.00	5 25
9	久效磷	Monocrotophos	6.693	6923-22-4	230.80>175.00 127.00>95.00	13 16
10	地虫硫磷	Fonofos	6.862	944-22-9	127.00>109.00 246.00>137.10	12 6
11	氟甲腈	Fipronil desulfinyl	6.884	205650-65-3	246.00>109.10 388.00>333.00	18 20
12	γ -六六六	γ -HCH	6.884	58-89-9	388.00>281.00 181.00>145.00	35 15
13	氯唑磷	Isazofos	7.155	42509-80-8	218.90>182.90 257.00>162.00	5 8
14	乐果	Dimethoate	7.217	60-51-5	257.00>119.00 125.00>47.00	18 14
15	2,4-滴丁酯	2,4-D 1-butyl ester	7.230	94-80-4	125.00>79.00 185.00>155.00	8 20
16	β -六六六	β -HCH	7.243	319-85-7	276.00>185.00 181.00>145.00	10 15
17	七氯	Heptachlor	7.389	76-44-8	218.90>182.90 271.80>236.90	5 16
18	八氯二丙醚	Octachlorodi-propyl ether	7.416	127-90-2	372.00>264.20 129.90>94.90	22 20
19	δ -六六六	δ -HCH	7.742	319-86-8	108.90>83.00 181.00>145.00	10 15
20	艾氏剂	Aldrin	7.907	309-00-2	218.70>182.90 255.00>220.00	5 20
21	甲基对硫磷	Parathion-methyl	8.009	298-00-0	262.70>192.70 263.10>109.00	30 13
22	氟虫腈亚砷	Fipronil sulfide	8.094	120067-83-6	125.00>47.00 420.00>351.00	12 12
23	氟虫腈	Fipronil	8.148	120068-37-3	420.00>255.00 367.00>213.00	20 35

24	o,p'- 三氯杀螨醇	2,4'-Dicofol	8.268	72-55-9	367.00>255.00	25
					139.00>111.00	15
25	对硫磷	Parathion	8.371	56-38-2	250.00>139.00	15
					291.10>109.00	10
26	氧化氯丹	Oxychlorane	8.535	27304-13-8	291.00>81.00	30
					185.00>121.00	12
27	甲基异柳磷	Isophenphos-methyl	8.595	99675-03-3	184.90>85.00	12
					241.00>120.80	20
28	p,p'- 三氯杀螨醇	4,4'-Dicofol	8.606	115-32-2	241.00>199.00	5
					139.00>111.00	15
29	顺式环氧七氯	Heptachlor exo-epoxide	8.754	1024-57-3	250.00>139.00	15
					352.80>262.90	14
30	水胺硫磷	Isocarbophos	8.880	24353-61-5	352.80>281.90	12
					120.70>65.00	20
31	反式环氧七氯	Heptachlor endo-epoxide	8.891	28044-83-9	229.70>211.70	10
					252.90>182.90	32
32	反式氯丹	trans-Chlordane (γ)	9.024	5103-74-2	288.90>219.00	25
					372.80>263.90	28
33	氟虫腈	Fipronil-sulfone	9.059	120068-36-2	372.80>336.80	10
					383.00>255.00	20
34	顺式氯丹	cis-Chlordane (α)	9.184	5103-71-9	383.00>213.00	32
					372.80>263.90	28
35	α - 硫丹	α -Endosulfan	9.280	959-98-8	372.80>265.90	22
					194.80>159.00	10
36	4,4'- 滴滴伊	4,4'-DDE	9.481	50-29-3	240.80>205.60	15
					246.00>176.00	30
37	苯线磷	Fenamiphos	9.542	22224-92-6	316.00>246.00	25
					303.10>122.00	20
38	狄氏剂	Dieldrin	9.681	60-57-1	303.10>154.00	30
					276.80>240.70	10
39	杀扑磷	Methidathion	9.765	950-37-8	276.80>169.70	35
					145.00>85.00	8
40	乙酯杀螨醇	Chlorobenzilate	9.867	510-15-6	145.00>58.00	14
					139.10>111.00	10
41	甲基硫环磷	Phosfolan-methyl	9.923	5120-23-0	251.10>139.10	15
					168.00>109.00	15

42	除草醚	Nitrofen	10.125	1836-75-5	227.00>92.00 201.80>138.70	10 28
43	异狄氏剂	Endrin	10.129	72-20-8	282.80>253.00 262.90>191.00	10 30
44	2,4'-滴滴涕	2,4'-DDT	10.155	789-02-6	244.80>173.00 235.00>165.00	30 25
45	4,4'-滴滴涕	4,4'-DDD	10.221	10606-46-9	235.00>199.00 235.00>165.00	15 25
46	β -硫丹	β -Endosulfan	10.443	33213-65-9	237.00>165.00 194.80>159.00	25 10
47	4,4'-滴滴涕	4,4'-DDT	10.567	72-54-8	194.80>124.70 235.00>165.00	30 25
48	硫丹硫酸酯	Endosulfan Sulfate	10.996	1031-07-8	237.00>165.00 271.80>236.70	25 15
IS	磷酸三苯酯	Triphenyl phosphate	11.261	115-86-6	273.80>238.90 326.00>233.00	15 10
49	灭蚁灵	Mirex	12.175	2385-85-5	326.00>215.00 271.80>236.80	25 15
50	蝇毒磷	Coumaphos	13.661	56-72-4	273.80>238.80 361.80>109.00	15 16

3.2 基质匹配标准溶液色谱图

分别以广藿香、枸杞、当归、黄芪、麦冬、金银花和铁皮石斛为基质，制备农药基质标准溶液，50个农药残留物标准溶液谱图如下所示。

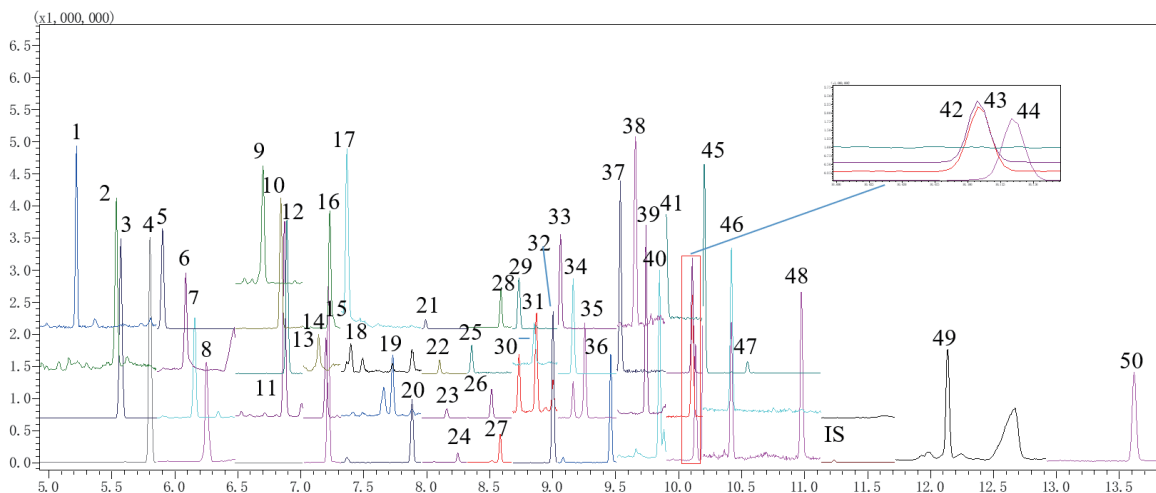
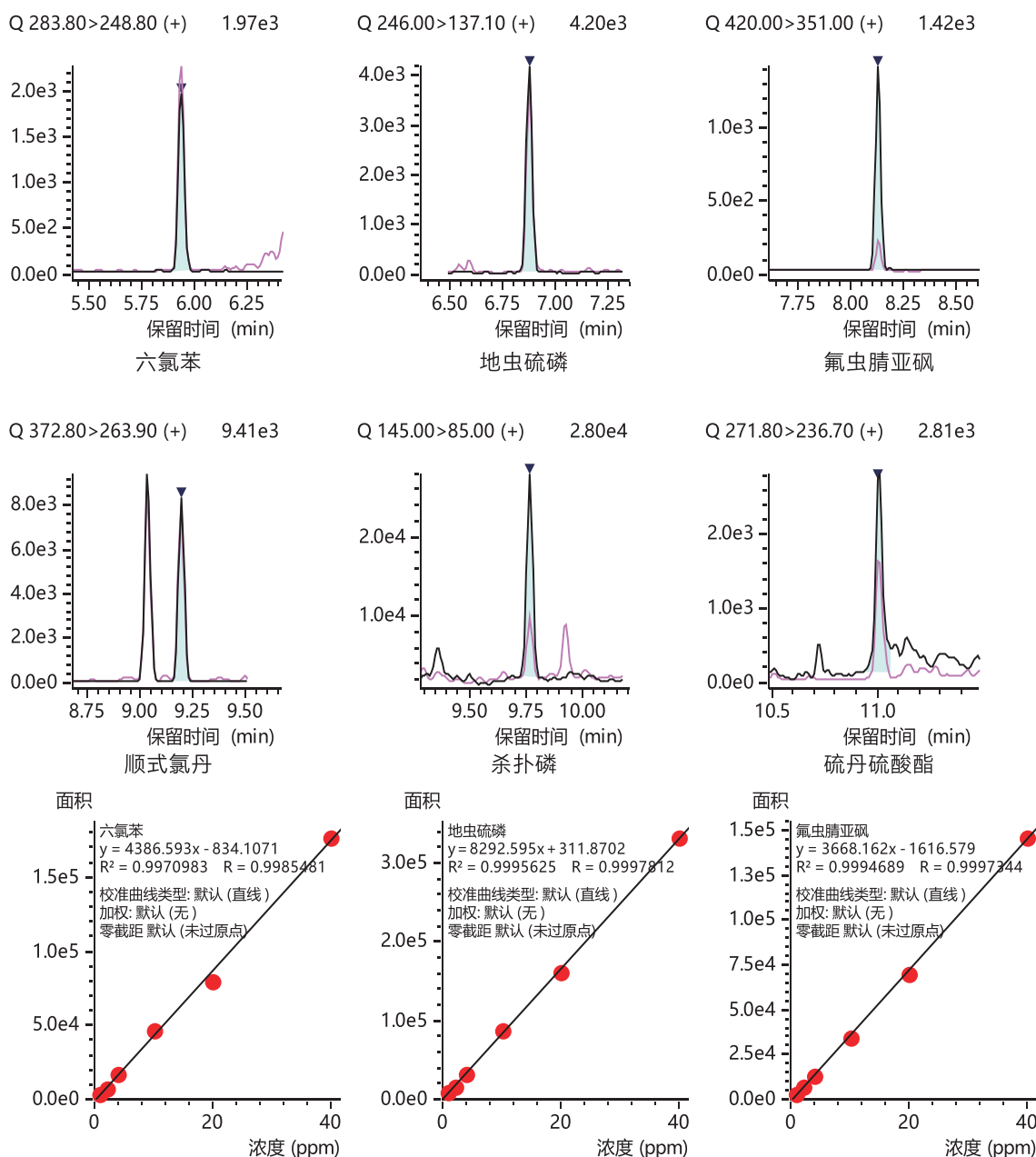


图2 50个农药残留物基质（广藿香）混合标准溶液谱图（20~200 $\mu\text{g/L}$ ）

3.3 标准曲线及重复性

分别称取 5 g 广藿香、枸杞、当归、黄芪、麦冬、金银花和铁皮石斛空白样品（精确到 0.01 g），按照 2 的方法处理，加入 5、10、20、50、100、200 μL 混合标准溶液，制备基质标准工作溶液，浓度根据农药品种不同有所区别，以氯唑磷为例，浓度为 0.5、1、2、5、10、20 $\mu\text{g/L}$ ，之后取 1 mL 加入 0.1 mL 浓度为 0.1 $\mu\text{g/mL}$ 磷酸三苯酯作为内标，混匀，滤过，取滤液 1 μL 进样。以目标农药与内标浓度比为横坐标，峰面积比为纵坐标，制作内标曲线。由于篇幅所限，部分农药残留物标准曲线和 MRM 质量色谱图如图 3 所示，各组线性相关系数见表 2。取曲线最低浓度（0.5-5 $\mu\text{g/L}$ ）的标准样品连续进样 5 次，考察仪器的重复性，各组重复性见表 3。



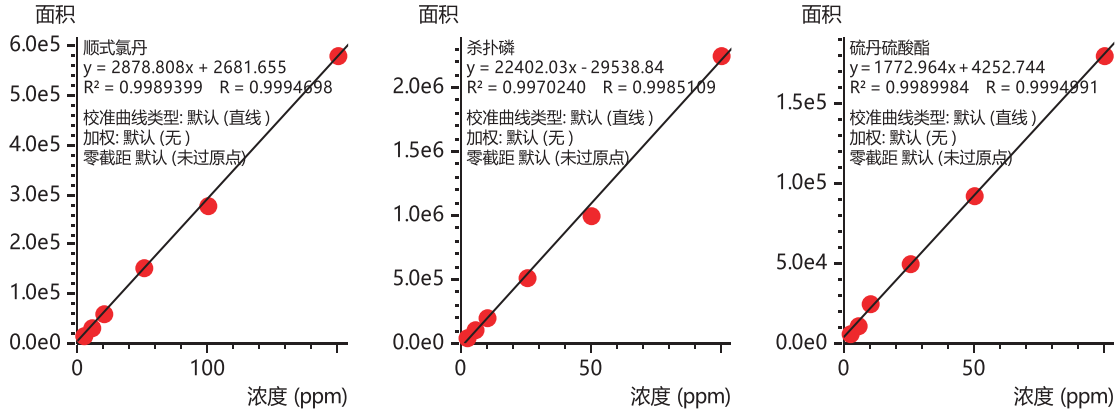


图3 广藿香基质中50个农药的质量色谱图(0.5~5 μg/L)及标准曲线(部分组分)

表2 7种中药基质中50个农药残留物标准曲线线性相关系数

No.	化合物名称	相关系数 (R)						
		广藿香	枸杞	当归	黄芪	麦冬	金银花	铁皮石斛
1	灭线磷	0.9983	0.9984	0.9995	0.9997	0.9999	0.9995	0.9995
2	杀虫脒	0.9997	0.9987	0.9993	0.9993	0.9999	0.9993	0.9993
3	治螟磷	0.9999	0.9986	0.9993	0.9999	0.9999	0.9993	0.9993
4	甲拌磷	0.9998	0.9972	0.9996	0.9998	0.9998	0.9996	0.9993
5	六氯苯	0.9985	0.9987	0.9997	0.9996	0.9998	0.9997	0.9992
6	氧乐果	0.9996	0.9991	0.9993	0.9966	0.9969	0.9993	0.9996
7	α-六六六	0.9999	0.9999	0.9996	0.9999	0.9999	0.9996	0.9995
8	特丁硫磷	0.9994	0.9988	0.9997	0.9995	0.9999	0.9997	0.9995
9	久效磷	0.9944	0.9978	0.9992	0.9986	0.9990	0.9992	0.9971
10	地虫硫磷	0.9998	0.9984	0.9997	0.9997	0.9999	0.9997	0.9998
11	氟甲腈	0.9999	0.9999	0.9996	0.9999	0.9998	0.9996	0.9999
12	γ-六六六	0.9998	0.9999	0.9994	0.9997	0.9998	0.9994	0.9996
13	氯唑磷	0.9982	0.9988	0.9993	0.9999	0.9996	0.9993	0.9989
14	乐果	0.9997	0.9996	0.9994	0.9994	0.9992	0.9994	0.9988
15	2,4-滴丁酯	0.9999	0.9998	0.9994	0.9981	0.9998	0.9994	0.9998
16	β-六六六	0.9996	0.9991	0.9995	0.9998	0.9999	0.9995	0.9997
17	七氯	0.9995	0.9968	0.9995	0.9998	0.9999	0.9995	0.9995
18	八氯二丙醚	0.9982	0.9997	0.9996	0.9993	0.9993	0.9996	0.9995
19	δ-六六六	0.9991	0.9996	0.9996	0.9998	0.9959	0.9996	0.9954
20	艾氏剂	0.9998	0.9990	0.9992	0.9993	0.9999	0.9992	0.9997
21	甲基对硫磷	0.9999	0.9993	0.9994	0.9993	0.9986	0.9994	0.9996
22	氟虫腈亚砷	0.9997	0.9991	0.9992	0.9999	0.9999	0.9992	0.9999

23	氟虫腈	0.9999	0.9992	0.9997	0.9999	0.9995	0.9997	0.9999
24	o,p'- 三氯杀螨醇	0.9993	0.9991	0.9990	0.9997	0.9986	0.9990	0.9999
25	对硫磷	0.9996	0.9996	0.9998	0.9995	0.9999	0.9998	0.9995
26	氧化氯丹	0.9999	0.9996	0.9997	0.9999	0.9999	0.9997	0.9993
27	甲基异柳磷	0.9997	0.9992	0.9993	0.9999	0.9999	0.9993	0.9997
28	p,p'- 三氯杀螨醇	0.9996	0.9991	0.9994	0.9997	0.9999	0.9994	0.9996
29	顺式环氧七氯	0.9994	0.9992	0.9993	0.9998	0.9999	0.9993	0.9992
30	水胺硫磷	0.9995	0.9990	0.9996	0.9994	0.9990	0.9996	0.9990
31	反式环氧七氯	0.9995	0.9985	0.9998	0.9999	0.9998	0.9998	0.9999
32	反式氯丹	0.9999	0.9988	0.9994	0.9998	0.9999	0.9994	0.9997
33	氟虫腈砒	0.9999	0.9998	0.9997	0.9995	0.9986	0.9997	0.9993
34	顺式氯丹	0.9995	0.9985	0.9994	0.9998	0.9999	0.9994	0.9996
35	α - 硫丹	0.9999	0.9989	0.9995	0.9999	0.9998	0.9995	0.9998
36	4,4'- 滴滴伊	0.9998	0.9989	0.9996	0.9992	0.9998	0.9996	0.9986
37	苯线磷	0.9999	0.9991	0.9998	0.9992	0.9995	0.9998	0.9995
38	狄氏剂	0.9997	0.9995	0.9992	0.9997	0.9998	0.9992	0.9984
39	杀扑磷	0.9985	0.9992	0.9993	0.9990	0.9985	0.9993	0.9987
40	乙酯杀螨醇	0.9999	0.9994	0.9996	0.9998	0.9999	0.9996	0.9999
41	甲基硫环磷	0.9992	0.9995	0.9991	0.9997	0.9955	0.9991	0.9987
42	除草醚	0.9998	0.9995	0.9990	0.9996	0.9999	0.9990	0.9999
43	异狄氏剂	0.9998	0.9992	0.9998	0.9998	0.9999	0.9998	0.9970
44	2,4'- 滴滴涕	0.9981	0.9975	0.9993	0.9982	0.9990	0.9993	0.9970
45	4,4'- 滴滴滴	0.9998	0.9993	0.9995	0.9997	0.9994	0.9995	0.9983
46	β - 硫丹	0.9998	0.9995	0.9995	0.9999	0.9999	0.9995	0.9998
47	4,4'- 滴滴涕	0.9996	0.9959	0.9990	0.9939	0.9987	0.9990	0.9954
48	硫丹硫酸酯	0.9995	0.9986	0.9990	0.9957	0.9972	0.9990	0.9939
49	灭蚁灵	0.9993	0.9999	0.9994	0.9999	0.9999	0.9994	0.9999
50	蝇毒磷	0.9997	0.9975	0.9991	0.9969	0.9988	0.9991	0.9995

表 3 7 种中药基质中 50 个农药残留物重复性结果 (%)

No.	化合物名称	广藿香	枸杞	当归	黄芪	麦冬	金银花	铁皮石斛
1	灭线磷	7.8	8.3	7.9	7.9	5.2	4.8	7.1
2	杀虫脒	4.5	4.3	7.3	3.0	4.5	6.8	8.5
3	治螟磷	7.4	5.7	8.8	6.7	7.6	7.5	8.9
4	甲拌磷	8.6	8.7	8.0	8.5	8.7	6.3	8.0
5	六氯苯	7.2	7.5	5.7	8.8	8.9	5.5	5.2

6	氧乐果	6.3	8.7	8.1	8.4	8.8	5.8	6.8
7	α -六六六	7.2	8.4	8.7	2.9	3.1	0.6	3.8
8	特丁硫磷	8.5	2.9	5.1	1.6	3.0	2.4	3.3
9	久效磷	8.1	8.7	7.6	8.0	5.9	7.4	8.7
10	地虫硫磷	8.6	1.9	4.4	6.4	4.8	3.3	4.9
11	氟甲腈	7.0	5.4	5.0	7.7	4.9	7.6	2.1
12	γ -六六六	7.9	8.9	3.8	2.5	4.7	3.3	6.5
13	氯唑磷	6.9	5.0	8.9	7.9	7.1	7.3	3.6
14	乐果	7.3	6.6	8.3	5.6	6.4	4.1	8.8
15	2,4-滴丁酯	4.9	8.5	6.0	3.5	5.1	3.8	3.3
16	β -六六六	3.9	5.2	5.1	5.6	2.8	3.5	2.5
17	七氯	6.1	7.9	8.4	4.3	2.8	2.7	1.8
18	八氯二丙醚	7.5	7.2	7.3	8.3	8.4	8.3	5.8
19	δ -六六六	6.9	7.5	6.7	8.3	7.7	8.4	8.2
20	艾氏剂	7.9	3.9	8.5	7.9	8.9	5.5	8.1
21	甲基对硫磷	8.8	6.8	7.2	8.6	8.7	6.6	5.3
22	氟虫腈亚砷	8.8	2.0	8.2	8.7	5.3	3.6	8.2
23	氟虫腈	7.8	7.6	8.0	6.7	5.1	8.0	6.0
24	<i>o,p'</i> -三氯杀螨醇	4.7	8.8	8.0	8.9	8.6	7.1	9.0
25	对硫磷	7.4	6.7	8.6	8.6	8.2	8.7	8.7
26	氧化氯丹	2.7	7.1	7.0	6.8	4.3	6.7	5.6
27	甲基异柳磷	8.7	5.6	7.6	1.9	4.3	5.3	8.8
28	<i>p,p'</i> -三氯杀螨醇	5.7	8.9	7.0	3.0	5.4	5.6	7.8
29	顺式环氧七氯	3.6	5.5	6.4	4.4	7.7	8.7	4.8
30	水胺硫磷	6.7	6.3	8.6	8.6	6.8	4.1	7.6
31	反式环氧七氯	8.7	5.7	5.8	7.8	5.5	6.3	7.9
32	反式氯丹	1.9	4.2	8.6	3.6	1.3	2.7	3.4
33	氟虫腈砷	6.8	8.3	8.7	5.0	7.5	6.7	8.4
34	顺式氯丹	2.3	5.8	8.8	3.7	4.0	3.3	2.5
35	α -硫丹	8.6	7.5	8.9	6.6	5.5	4.9	7.4
36	4,4'-滴滴伊	7.0	5.3	8.4	4.0	2.8	2.9	7.4
37	苯线磷	7.8	8.6	6.2	8.2	5.8	6.6	7.7
38	狄氏剂	8.7	7.0	7.7	7.3	8.5	8.7	8.7
39	杀扑磷	6.7	8.3	8.7	7.4	6.2	6.7	8.2
40	乙酯杀螨醇	2.9	3.6	8.8	3.1	1.2	4.7	3.1

41	甲基硫环磷	5.5	8.4	9.0	3.2	5.2	3.7	8.5
42	除草醚	8.2	8.6	1.6	1.5	6.8	6.4	4.0
43	异狄氏剂	7.6	7.9	2.4	8.3	8.3	7.0	7.0
44	2,4'-滴滴涕	8.0	7.8	6.5	8.4	7.6	2.8	8.9
45	4,4'-滴滴涕	8.2	6.1	8.6	5.2	3.3	2.8	8.3
46	β-硫丹	7.3	6.8	9.0	7.7	6.7	5.9	8.5
47	4,4'-滴滴涕	7.6	5.5	5.6	8.7	9.0	7.5	6.4
48	硫丹硫酸酯	9.0	8.2	6.9	8.9	7.9	6.8	7.9
49	灭蚁灵	8.7	5.6	3.9	2.7	3.4	5.1	5.1
50	蝇毒磷	7.0	7.8	7.8	8.7	7.0	3.0	8.1

3.4 加标回收率

分别称取 5 g 广藿香、枸杞、当归、黄芪、麦冬、金银花和铁皮石斛空白样品（精确到 0.01 g），添加农残混合标准溶液，各组分加标浓度为 2.5~25 μg/kg（以氯唑磷计，加标量为 2.5 μg/kg），按照上述前处理方法处理后上机，各农药回收率分布在 60%~120% 之间，详细结果见表 4。

表 4 各组分添加回收率结果 (%)

No.	化合物名称	广藿香	枸杞	当归	黄芪	麦冬	金银花	铁皮石斛
1	灭线磷	108.7	77.3	115.5	76.4	76.4	85.3	97.2
2	杀虫脒	103.4	89.2	112.3	80.4	80.4	107.3	73.3
3	治螟磷	108.1	63.6	99.4	108.3	108.3	108.4	95.9
4	甲拌磷	95.5	60.8	112.1	85.6	85.6	63.8	76.3
5	六氯苯	80.6	89.4	92.0	60.3	60.3	78.6	64.2
6	氧乐果	115.2	72.8	99.7	88.6	88.6	76.0	92.5
7	α-六六六	86.0	100.9	80.4	90.1	90.1	116.1	83.6
8	特丁硫磷	84.6	83.1	61.5	88.3	88.3	117.0	80.3
9	久效磷	98.3	104.4	97.4	115.0	115.0	74.1	108.8
10	地虫硫磷	104.5	85.0	100.4	88.4	88.4	99.7	83.0
11	氟甲腈	98.9	85.9	93.7	101.4	101.4	105.0	95.0
12	γ-六六六	61.6	86.7	75.7	81.2	81.2	102.7	82.6
13	氯唑磷	107.0	88.7	82.9	108.0	108.0	117.7	96.8
14	乐果	75.2	88.5	91.2	93.7	93.7	108.8	97.1
15	2,4-滴丁酯	111.0	61.4	108.2	100.9	100.9	102.2	106.8
16	β-六六六	81.2	99.9	105.6	91.7	91.7	107.4	90.4
17	七氯	110.7	85.4	98.7	79.0	79.0	89.2	78.2
18	八氯二丙醚	73.6	82.4	81.0	69.0	69.0	86.4	64.0

19	δ- 六六六	81.4	62.5	78.9	67.3	67.3	106.4	60.1
20	艾氏剂	96.2	74.3	84.9	70.0	70.0	78.6	67.9
21	甲基对硫磷	64.8	86.9	61.4	89.2	89.2	106.9	91.5
22	氟虫腈亚砷	81.0	86.7	104.2	108.9	108.9	108.6	87.7
23	氟虫腈	85.7	113.6	99.8	92.0	92.0	78.8	78.6
24	o,p'- 三氯杀螨醇	73.5	75.2	114.1	64.7	64.7	117.3	64.2
25	对硫磷	64.3	119.3	104.0	91.8	91.8	75.5	97.1
26	氧化氯丹	90.4	91.4	103.1	95.2	95.2	105.4	85.7
27	甲基异柳磷	81.0	92.7	93.0	78.5	78.5	99.0	111.9
28	p,p'- 三氯杀螨醇	70.5	83.5	105.7	74.3	74.3	83.1	70.5
29	顺式环氧七氯	92.5	93.6	109.0	101.6	101.6	92.7	75.7
30	水胺硫磷	83.0	108.1	82.1	101.7	101.7	86.8	111.0
31	反式环氧七氯	67.5	115.1	82.8	82.2	82.2	110.3	89.0
32	反式氯丹	96.8	85.8	103.5	77.4	77.4	96.4	80.8
33	氟虫腈砷	97.4	114.0	89.7	87.8	87.8	104.4	95.4
34	顺式氯丹	91.7	86.3	103.5	82.2	82.2	96.8	81.5
35	α- 硫丹	80.2	92.3	99.9	67.7	67.7	86.3	104.7
36	4,4'- 滴滴伊	89.8	80.3	103.4	63.8	63.8	70.1	63.9
37	苯线磷	84.2	84.1	95.2	91.1	91.1	67.0	102.8
38	狄氏剂	68.4	105.5	86.5	93.5	93.5	73.6	67.2
39	杀扑磷	70.2	89.8	79.3	86.4	86.4	77.2	102.7
40	乙酯杀螨醇	101.9	99.4	103.1	83.5	83.5	95.8	68.3
41	甲基硫环磷	101.8	119.7	108.7	103.9	103.9	87.3	118.9
42	除草醚	90.3	93.8	83.5	72.5	72.5	60.3	67.6
43	异狄氏剂	89.1	89.7	96.8	87.5	87.5	97.5	88.8
44	2,4'- 滴滴涕	64.5	72.7	68.7	63.3	63.3	68.5	70.1
45	4,4'- 滴滴滴	88.4	98.1	82.2	60.6	60.6	92.9	74.6
46	β- 硫丹	72.6	99.5	81.7	75.5	75.5	103.8	101.4
47	4,4'- 滴滴涕	111.6	103.4	93.2	63.3	63.3	65.0	71.8
48	硫丹硫酸酯	92.9	104.9	64.6	95.6	95.6	96.5	113.4
49	灭蚁灵	61.6	89.3	91.9	68.2	81.1	61.9	69.5
50	蝇毒磷	85.9	115.9	93.0	81.1	114.7	96.4	106.2

3.5 样品检测

采用本方法处理广藿香样品进行检测，谱图见图 4，样品中未检出禁用农药。

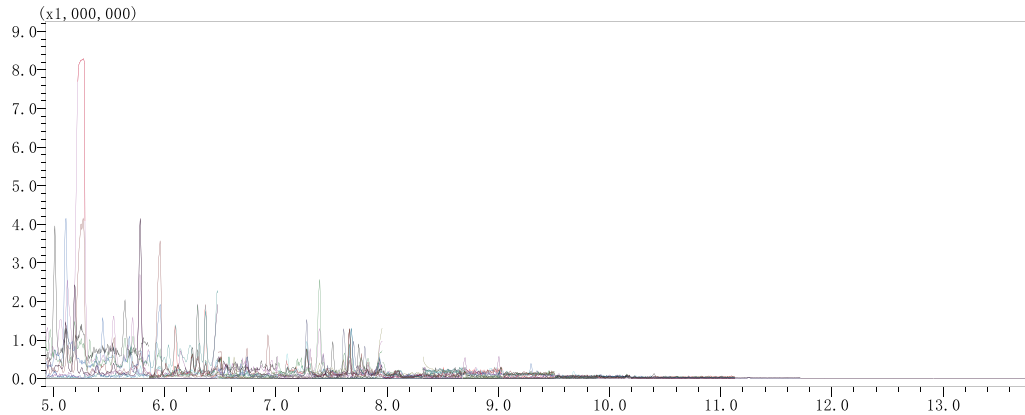


图4 广藿香样品检测结果

■ 结论

本文采用岛津 GCMS-TQ8040 NX 三重四极杆气质联用仪，建立了广藿香、枸杞、当归、黄芪、麦冬、金银花和铁皮石斛 7 种药材中 50 个禁用农药的快速筛查方法。7 种药材空白基质中加标在 0.5~20 $\mu\text{g}/\text{L}$ 浓度范围内，各组分校准曲线线性良好，线性相关系数均在 0.995 以上。分别取 7 种药材基质加标浓度为 0.5 $\mu\text{g}/\text{L}$ （氯唑磷计）的混合标准溶液连续 5 次进样，考察仪器重复性，各组分峰面积重复性良好，峰面积相对标准偏差均小于 9.0%。本方法操作简单，可快速的检测药材中残留农药的含量，是 2025 年版《中国药典》禁用农药检测方法的良好补充。

岛津应用云

