

GC-MS/MS 法测定中药材延胡索中噁霉胺含量

GCMSMS-366

摘要：本文参考 2025 年版《中国药典》公示稿，采用岛津三重四极杆气质联用仪 GCMS-TQ8050 NX 建立了中药材延胡索中噁霉胺限用农药残留物的检测方法。建立噁霉胺的基质内标曲线，噁霉胺浓度范围为 5-500 $\mu\text{g/L}$ ，线性相关系数 r 大于 0.995，线性关系良好，取曲线最低浓度连续分析 6 次，噁霉胺峰面积 RSD 为 3.23%。加标回收率实验中，回收率为 102.0%。该方法满足《中国药典》2025 年公示稿规定的药材及饮片（植物类）中相关药材和饮片品种的农药最大残留限量的测定要求。

关键词：GC-MS/MS 延胡索 中国药典 相关药材和饮片 农药

技术特点：

- ❖ 满足 2025 年版《中国药典》公示稿中限用农药的残留量测定要求。
- ❖ 采用《中国药典》专用方法包，快速建立 MRM 采集方法并筛查药材中目标农药。

2025 年版《中国药典》公示稿中增加了相关药材及饮片品种的农药最大残留限量项目，共计 11 个品种，36 种农药，其中各品种检测的农药个数和种类不同，且即使不同品种中检测的农药有相同，限值也有区别。通则 2341《农药残留量测定法》第二法 < 相关药材及饮片品种中农药多残留测定法 > 规定了 11 个品种的 36 种限用农药残留物的 GC-MS/MS 和 LC-MS/MS 分析方法。0212 中相关药材及饮片品种

的农药最大残留限量中规定延胡索测定 2 种农药，其中噁霉胺使用 GCMSMS 测定。

本文采用岛津 GCMS-TQ8050 NX 三重四极杆气相色谱质谱联用仪，参照公示稿中的限用农药检测方法参数，建立了延胡索中噁霉胺农药残留物的 MRM 定量方法。该方法灵敏度高，重复性好，满足 2025 年版《中国药典》公示稿对药材及饮片（植物类）中限用农药的分析要求。

实验部分

1.1 仪器

GCMS-TQ8050 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-Rxi-17Sil MS, 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm
柱温程序：	60 $^{\circ}\text{C}$ (1 min) _ 30 $^{\circ}\text{C}$ /min _ 170 $^{\circ}\text{C}$ _ 2 $^{\circ}\text{C}$ /min _ 230 $^{\circ}\text{C}$ _ 15 $^{\circ}\text{C}$ /min _ 300 $^{\circ}\text{C}$ (6 min)
进样口温度：	250 $^{\circ}\text{C}$
载气：	氦气
进样方式：	不分流进样
流速控制方式：	恒流方式
柱流量：	1.2 mL/min
离子化方式：	EI
离子源温度：	250 $^{\circ}\text{C}$
色谱质谱接口温度：	250 $^{\circ}\text{C}$
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。

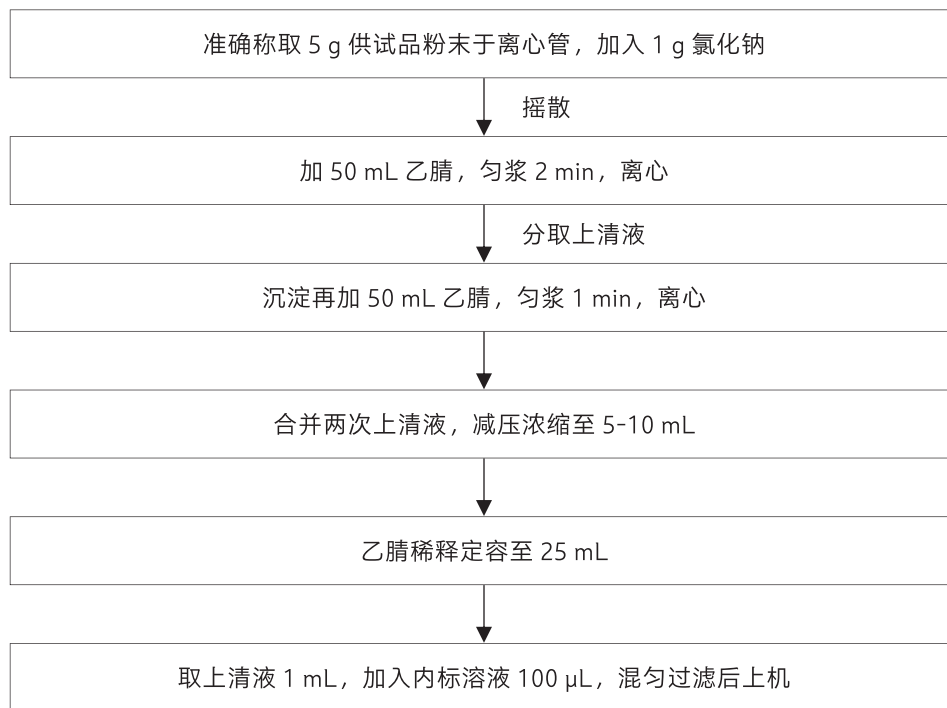


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 MRM 参数

使用岛津 Smart Pesticides Database 农残数据库方法文件，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	嘧霉胺	Pyrimethanil	14.932	53112-28-0	198.00>183.10 198.00>118.10	15 35
IS	磷酸三苯酯	Triphenyl phosphate	37.391	115-86-6	326.00>233.00 326.00>215.00	10 25

3.2 基质匹配标准溶液色谱图

以延胡索为基质，配制基质标溶液，嘧霉胺以及内标物标准溶液谱图如下所示。

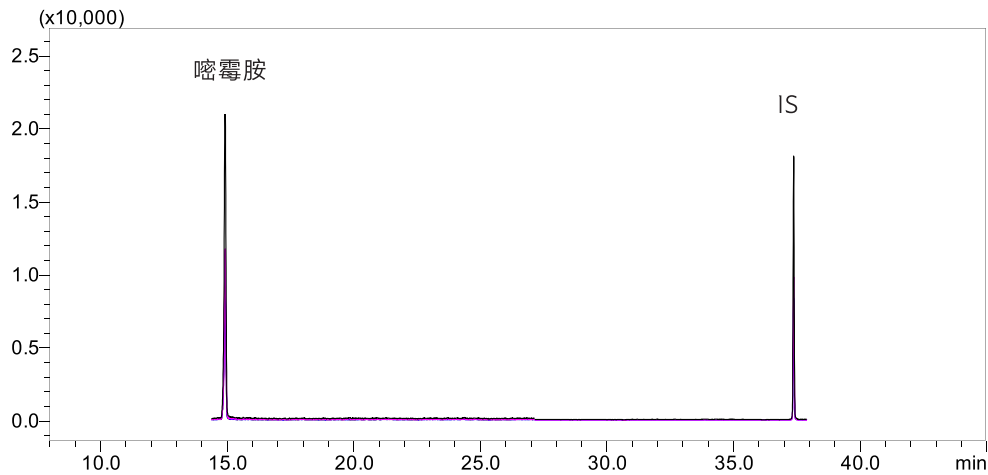


图 2 咪霉胺标准溶液谱图 (5 ng/mL)

3.3 标准曲线和重复性

称取 5 g 空白延胡索样品（精确到 0.01 g），参照 2025 版药典中的方法处理，取空白基质 1.0 mL（7 份），均氮吹浓缩至 0.4 mL，分别加入 5、10、25、50、100、250、500 μL 混合标准溶液，制备基质标准工作溶液，加入 0.1 mL 浓度为 0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 磷酸三苯酯作为内标，混匀，滤过，取续滤液 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。咪霉胺标准曲线和 MRM 质量色谱图如图 3 所示。峰面积的重复性以最低浓度点的标准样品连续进样 6 次，计算其相对标准偏差（RSD%）。各化合物标准曲线的相关系数及峰面积的 RSD% 见表 2。

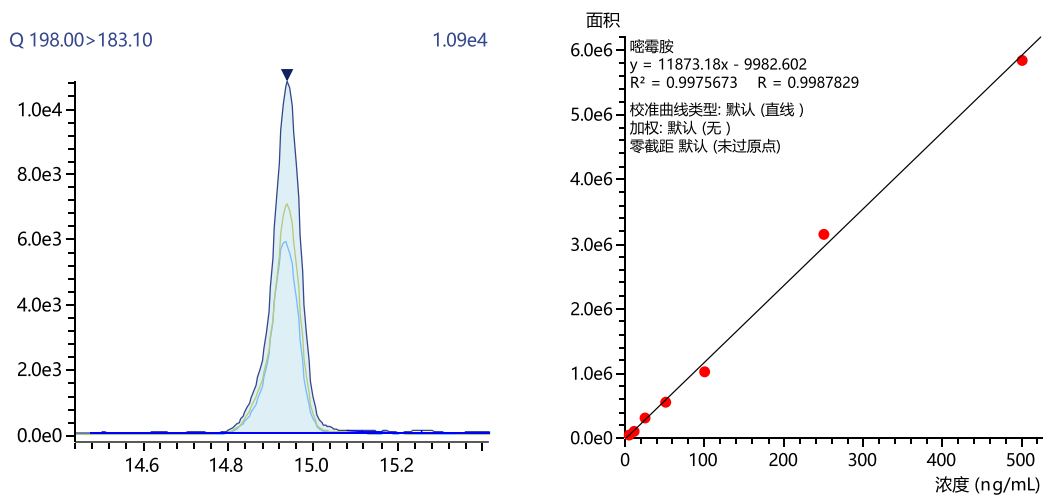


图 3 咪霉胺质量色谱图 (5ng/mL) 及标准曲线

表 2 延胡索基质中各农药标准曲线相关系数及峰面积 RSD (%)

序号	化合物名称	曲线浓度 ($\mu\text{g}/\text{L}$)	相关系数 R	RSD%(n=6)
1	咪霉胺	5-500	0.9987	3.23

3.4 加标回收率

取延胡索空白样品，添加噁霉胺标准溶液，噁霉胺加标浓度为 0.5 mg/kg, 按照上述前处理方法处理后上机，平均回收率为 102.0%，详细结果见表 3。

表 3 回收率结果

序号	化合物名称	平均回收率 %	RSD%(n=3)
1	噁霉胺	102.0	4.30

3.5 样品检测

采用本方法处理延胡索样品进行检测，样品谱图见图 4，该样品中未检出噁霉胺。

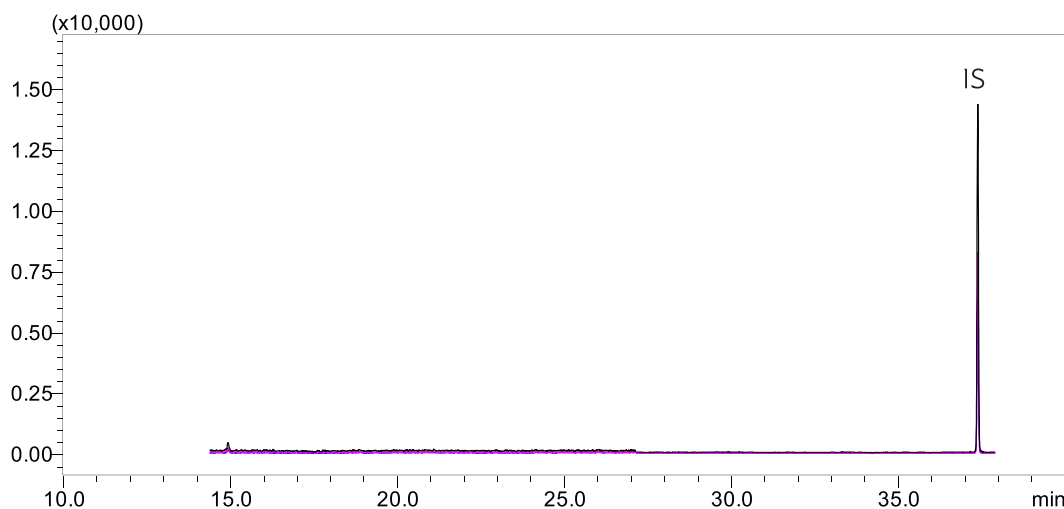


图 4 延胡索样品检测结果

■ 结论

本方法采用三重四极杆气质联用仪建立了延胡索中噁霉胺限用农药残留的检测方法。按照 2025 年版《中国药典》公示稿 <2341 第二法相关药材及饮片品种中农药多残留测定法> 处理延胡索样品，对延胡索中噁霉胺进行内标法定量分析。根据各成分保留时间、定性定量离子对进行定性检验及定量分析。结果表明，基质标准曲线线性良好，回收率稳定，该方法适合于 2025 年版《中国药典》公示稿对延胡索中噁霉胺限用农药的分析要求。

岛津应用云

