

# 中药中禁用农残分析的样品前处理、消耗品及配件方案

针对中国药典



# 药典中关于中药中农残分析方法和要求的变更

2019 年 8 月，国家药典委员会公示了拟修订的《中国药典》2015 年版四部“0212 药材和饮片检定通则”（以下简称“检定通则”），并在“2341 农药残留量测定法”中公示了新增的“第五法 药材及饮片（植物类）中禁用农药多残留测定法”（以下简称“第五法”）。这对未来国内中药产业质量安全水平的提升意义深远。

- 在检定通则中，最重要的变化是加入了 33 种禁用农药（共 55 种化合物）的清单列表，并明确了“不得检出”所对应的各种农残的定量限。具体的禁用农药清单见表 1。
- 在第五法《药材及饮片（植物类）中禁用农药多残留测定法》中，QuEChERS 作为快速样品处理法被广泛应用，可同时用于 GC/MS/MS 和 LC/MS/MS 的样品前处理。

表 1. 检定通则中 33 种禁用农药（55 个化合物）列表及第五法中测试方法汇总表

编号	名称	残留物	CAS	定量限 (mg/kg)	第五法 GC/MS/MS (35 个)	第五法 LC/MS/MS (31 个)
1	甲胺磷	甲胺磷	10265-92-6	0.05		√
2	甲基对硫磷	甲基对硫磷	298-00-0	0.02	√	
3	对硫磷	对硫磷	56-38-2	0.02	√	
4	久效磷	久效磷	6923-22-4	0.03	√	√
5	磷胺	磷胺	13171-21-6	0.05		√
6-1*	六六六	α- 六六六	319-84-6	0.025	√	
6-2*	六六六	β- 六六六	319-85-7	0.025	√	
6-3*	六六六	γ- 六六六	58-89-9	0.025	√	
6-4*	六六六	δ- 六六六	319-86-8	0.025	√	
7-1*	滴滴涕	4,4'- 滴滴涕	50-29-3	0.025	√	
7-2*	滴滴涕	2,4'- 滴滴涕	789-02-6	0.025	√	
7-3*	滴滴涕	4,4'- 滴滴伊	72-55-9	0.025	√	
7-4*	滴滴涕	4,4'- 滴滴滴	72-54-8	0.025	√	
8	杀虫脒	杀虫脒	6164-98-3	0.02	√	√
9	除草醚	除草醚	1836-75-5	0.05	√	
10	艾氏剂	艾氏剂	309-00-2	0.025	√	
11	狄氏剂	狄氏剂	60-57-1	0.025	√	
12-1*	苯线磷	苯线磷	22224-92-6	0.00667	√	√
12-2*	苯线磷	苯线磷砷	31972-44-8	0.00667		√
12-3*	苯线磷	苯线磷亚砷	31972-43-7	0.00667		√
13	地虫硫磷	地虫硫磷	944-22-9	0.02		√

编号	名称	残留物	CAS	定量限 (mg/kg)	第五法 GC/MS/MS (35 个)	第五法 LC/MS/MS (31 个)
14	硫线磷	硫线磷	95465-99-9	0.02		√
15	蝇毒磷	蝇毒磷	56-72-4	0.05	√	√
16	治螟磷	治螟磷	3689-24-5	0.02	√	√
17-1*	特丁硫磷	特丁硫磷	13071-79-9	0.00667	√	
17-2*	特丁硫磷	特丁硫磷砒	56070-16-7	0.00667		√
17-3*	特丁硫磷	特丁硫磷亚砒	10548-10-4	0.00667		√
18	氯磺隆	氯磺隆	64902-72-3	0.05		√
19	胺苯磺隆	胺苯磺隆	111353-84-5	0.05		√
20	甲磺隆	甲磺隆	74222-97-2	0.05		√
21-1*	甲拌磷	甲拌磷	298-02-2	0.00667	√	√
21-2*	甲拌磷	甲拌磷砒	2588-04-7	0.00667		√
21-3*	甲拌磷	甲拌磷亚砒	2588-03-6	0.00667		√
22	甲基异柳磷	甲基异柳磷	99675-03-3	0.02	√	√
23-1*	内吸磷	内吸磷-O	298-03-3	0.01	√	√
23-2*	内吸磷	内吸磷-S	126-75-0	0.01	√	√
24-1*	克百威	克百威	1563-66-2	0.025		√
24-2*	克百威	3- 羟基克百威	16655-82-6	0.025		√
25-1*	涕灭威	涕灭威	671-04-5	0.0333		√
25-2*	涕灭威	涕灭威砒	1646-88-4	0.0333		√
25-3*	涕灭威	涕灭威亚砒	1646-87-3	0.0333		√
26	灭线磷	灭线磷	13194-48-4	0.02	√	√
27	氯唑磷	氯唑磷	42509-80-8	0.01		√
28	水胺硫磷	水胺硫磷	24353-61-5	0.05	√	√
29-1*	硫丹	α- 硫丹	959-98-8	0.0167	√	
29-2*	硫丹	β- 硫丹	33213-65-9	0.0167	√	
29-3*	硫丹	硫丹硫酸酯	1031-07-8	0.0167	√	
30-1*	氟虫腈	氟虫腈	120068-37-3	0.05	√	
30-2*	氟虫腈	氟甲腈	205650-65-3	0.05	√	
30-3*	氟虫腈	氟虫腈砒	120068-36-2	0.05	√	
30-4*	氟虫腈	氟虫腈亚砒	120067-83-6	0.05	√	
31-1*	三氯杀螨醇	o,p'- 三氯杀螨醇	10606-46-9	0.1	√	
31-2*	三氯杀螨醇	p,p'- 三氯杀螨醇	115-32-2	0.1	√	
32	硫环磷	硫环磷	947-02-4	0.03		√
33	甲基硫环磷	甲基硫环磷	5120-23-0	0.03	√	

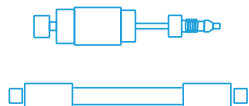
\* 标识化合物的限值是根据检定通则中规定的限值，按照其包含的化合物的 1:1 折算的限量值；红色字表示 GC/MS/MS 和 LC/MS/MS 都可以测试的化合物。

# 中药中禁用农残分析的整体解决方案

安捷伦科技作为分析行业的领军者，始终致力于为客户提供从样品前处理、分析仪器、配件及消耗品、配件及消耗品、数据处理及报告的全流程整体解决方案。

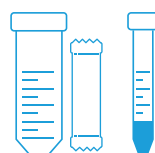
耗品、数据处理及报告的全流程整体解决方案。

在第五法中，特别说明了在采用 GC/MS/MS 和 LC/MS/MS 对药材及饮片中禁用农残进行分析前，均可采用 QuEChERS 对样品进行快速样品前处理。针对中国药典 2020 版（征求意见稿）农药多残留测定法要求，安捷伦科技特推出 **Agilent Bond Elut QuEChERS 中国药典中药中农残净化包**。



## 液相色谱柱

安捷伦 InfinityLab Poroshell 120 液相色谱柱的填料采用专利的核壳技术，可大大地减少或消除中药材基质对分析仪器和测试结果的不利影响，确保分析结果拥有良好的灵敏度、精密度和准确度。



NEW

## 样品前处理

Agilent Bond Elut QuEChERS 中国药典中药中农残净化包，遵从中国药典 2020 版（征求意见稿）农药多残留测定法要求，可高效完成样品前处理。一次样品前处理，即可满足同时测定 55 种农药残留的要求。



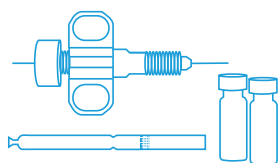
## LC/MS/MS

安捷伦 LC/MS/MS 系统的强大分析能力和出色性能助您解决各种分析挑战。



## GC/MS/MS

安捷伦 GC/MS/MS 系统可为目标物分析提供出色的稳定性、性能和灵敏度。



## 配件及耗材

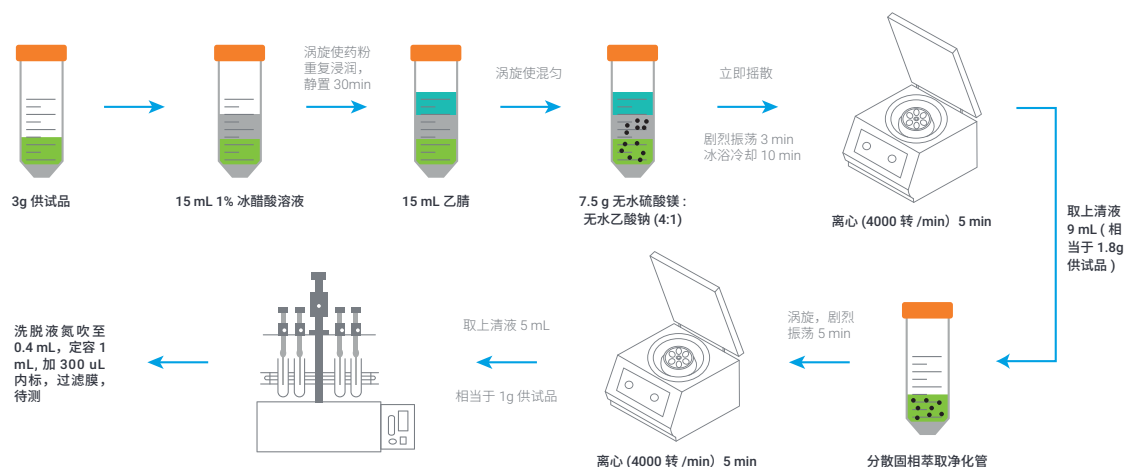
安捷伦全面的液相、气相色谱配件及实验室常规耗材，可助您高效完成日常检测任务。



## 气相色谱柱

推荐安捷伦 VF-17MS 或 DB-17MS 气相色谱柱，均能有效分离目标农药残留化合物，并实现流路的超高惰性，提高实验重现性及可靠性。

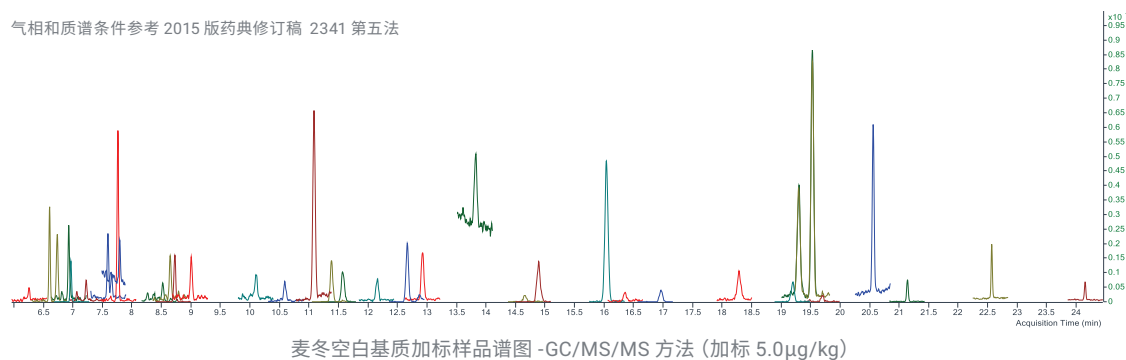
## 供试品溶液制备



## GC/MS/MS 部分分析条件及结果

- 气相色谱: Agilent 8890 气相色谱系统
- 气质联用: Agilent 7000 三重四极杆气质联用系统
- 色谱柱: Agilent VF-17 MS 气相色谱柱, 30 m×0.25 mm×0.25 μm (部件号: CP8982)

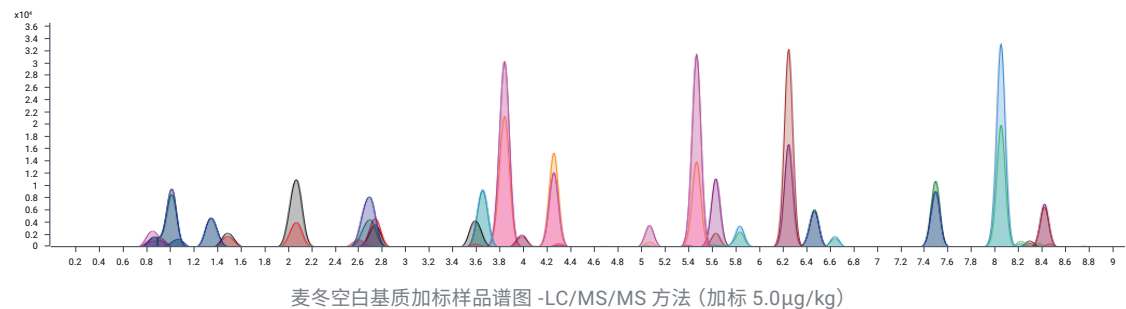
气相和质谱条件参考 2015 版药典修订稿 2341 第五法



## LC/MS/MS 部分分析条件及结果

- 液相色谱: Agilent Infinity II 液相色谱系统
- 液质联用: Agilent Ultivo 三重四极杆液质联用系统
- 色谱柱: Agilent Poroshell 120 SB-C18, 2.1 x 100mm, 2.7μm (部件号: 685775-902)

液相和质谱条件参考 2015 版药典修订稿 2341 第五法





# 前处理、色谱柱及相关配件列表

## 前处理与色谱柱选择

消耗品类别	规格	对应安捷伦货号
快速样品前处理 QuEChERS 法	提取：Bond Elut QuEChERS AOAC 萃取盐包，无水硫酸镁与无水乙酸钠的混合粉末（4:1）7.5g，50/ 包	5982 - 5755CH
	净化：Bond Elut QuEChERS 中国药典中药中农残净化包，无水硫酸镁 900mg、N - 丙基乙二胺 300mg、十八烷基硅烷键合硅胶 300mg、硅胶 300mg、石墨化碳黑 90mg，50/ 包，遵从中国药典中药农残测定第四法与第五法	5610-2048
固相萃取法	方式二：亲水亲油平衡材料固相萃取小柱 Bond Elut Plexa 柱，200 mg，6 mL，30/ 包	12109206
	方式三：石墨化碳氨基复合固相萃取小柱 Bond Elut Carbon/NH2 500/500mg, 6ml, 30/ 包	12252202
针式过滤器	亲水性聚四氟乙烯 PTFE-Q 13 mm，0.2µm，100/ 包	5191-4294
气相色谱柱	J&W DB-17ms 气相色谱柱，30m，0.25mm，0.25µm	122 - 4732
	J&W VF-17ms 气相色谱柱，30m，0.25mm，0.25µm	CP8982
液相色谱柱	InfinityLab Poroshell 120 SB-C18 液相色谱柱，2.1×100mm，2.7µm	685775-902

## 相关配件

消耗品类别	规格	对应安捷伦货号		
样品瓶	样品瓶工具包	<div>新! A-Line 螺口样品瓶，2 mL，透明，带书写签，100/ 包</div> <div>新! A-Line 螺口样品瓶，2 mL，棕色，带书写签，100/ 包</div> <div>样品瓶，螺口，聚丙烯，经认证，250 µL，100/ 包</div> <div>瓶盖，螺口，蓝色，预开口 PTFE/ 硅橡胶，100/ 包</div> <div>瓶盖，螺口，蓝色，固定 PTFE/ 硅橡胶，100/ 包</div>	<div>5190-9589</div> <div>5190-9590</div> <div>5190-2242</div> <div>5183-2076</div> <div>5183-7021</div>	
	GC/MS/MS 耗材	进样针	新! 蓝标自动进样针 10µL，6 根 / 包	G4513-80200
		进样口隔垫	不粘连流失与温度优化 (BTO) 隔垫，11 mm	5183-4757
		超惰衬管	新! 不分流超高惰性底部砂芯衬管，自带 O 形圈，5 支 / 包	5190-5112-005
		超惰分流平板	带垫圈的超高惰性分流平板，10 个 / 包	5190-6145
手拧柱螺帽		新! 色谱柱螺帽，带锁定环，手拧式，用于进样口 / 检测器	G3440-81011	
		新! 色谱柱螺帽，带锁定环，手拧式，用于 MSD	G3440-81013	
质谱端预安装工具		色谱柱安装工具，适用于 5973 系列、5975 A/B/C/C TAD/E、5977 系列和 7000 系列	G1099-20030	
分流出口捕集阱		用于分流出口内部捕集阱，包括 1 个阀芯、2 个 O 形圈	5188-6495	
		分流出口外部捕集阱和 3 个滤芯	RDT-1020	
气体纯化捕集阱		大容量通用捕集阱，氮气，1/8 英寸，250 psig	RMSH-2	
		捕集阱固定夹，通用，1 至 1-3/8 英寸外径	UMC-2	
		新! Gas Clean 载气净化器，1/ 包	CP17973	
LC/MS/MS 耗材	液相手拧接头	新! InfinityLab 快速连接接头，不锈钢，0.12 x 105 mm	5067-5957	
	气体纯化捕集阱	大容量通用捕集阱，氮气，1/4 英寸，250 psig	RMSN-4	
		大容量通用捕集阱，氮气，1/8 英寸，250 psig	RMSN-2	
		捕集阱固定夹，通用，1 至 1-3/8 英寸外径	UMC-2	
		Gas Clean 气体净化载气套装	CP17988	

查找当地的安捷伦客户中心：

[www.agilent.com/chem/contactus-cn](http://www.agilent.com/chem/contactus-cn)

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

[LSCA-China\\_800@agilent.com](mailto:LSCA-China_800@agilent.com)

在线询价：

[www.agilent.com/chem/erfq-cn](http://www.agilent.com/chem/erfq-cn)



微信搜一搜

安捷伦视界

[www.agilent.com](http://www.agilent.com)

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本文中的信息、说明和技术指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2020  
2020 年 12 月，中国出版  
5994-1813ZHCN