



2015 版《中国药典》农残检测  
的解决方案以及方法包介绍



赛默飞世尔科技

三重四极杆串接气质

**Thermo**  
SCIENTIFIC



# 目录

一 . 方法包简介	4
-----------	---

---

二 . 仪器简介	5
----------	---

---

三 . 化合物简介	6
-----------	---

---

四 . 相关政策及法规	8
-------------	---

---

五 . 仪器和设备	9
-----------	---

---

六 . 样品前处理方法	10
-------------	----

---

七 . 方法包使用简介	11
-------------	----

---

八 . 应用文章	15
----------	----

---



# 一. 方法包简介

方法包是赛默飞世尔科技色谱质谱部应用部门针对客户需求提出的简易仪器使用流程，方法包内所涉及的化合物均为常见的能在 GC/MS 上检测的化合物，如农药残留、多环芳烃、多氯联苯、多溴联苯和多溴联苯醚、邻苯二甲酸酯等。方法包的作用就是能使客户更快更简便地使用仪器，尽快上手。

方法包包括进样方法、数据处理方法（TraceFinder 方法文件夹）、相关应用文章、相关标准、色谱柱信息、前处理方法、数据文件等，客户可以直接调用进样方法和数据处理方法完成化合物的定性定量分析。

由于 Thermo Scientific™ TSQ 9000 采用 T-SRM 进样方法而不是分时间段的扫描方法，原来的进样的方法可以直接调用，即使保留时间会有微小的偏差，也不会影响最终的结果。另外，TraceFinder 软件自带的数据库可以直接编辑数据处理方法，数据库里包括化合物的名称、离子对、碰撞能量、定量离子、定性离子、CAS 号等信息。同时，TraceFinder 软件可以根据数据处理方法自动关联生成 TSQ 9000 的方法文件。这样应用 TraceFinder 就可以直接生成数据处理方法和进样方法。整个过程都是自动化的，几乎不需要操作者手动输入任何操作信息。

## 方法包 ( Method Kit )

对于常用分析化合物，我们可以提供方法包。

包括：邻苯二甲酸酯、PCB、PAH、PBDE、农残筛查、GB2763、药典中农残检测、烟草中农残、PM2.5、香港规管方案、亚硝胺、二恶英等。

目的：上手方便，直接使用。



## 二. 仪器简介

### TSQ 9000三重四极杆串接气质联用仪



秉承着菲尼根质谱技术的一贯领先优势，Thermo Fisher Scientific™ 在推出TSQ 9000之后再次创新，推出了更新的一款气相串接质谱仪TSQ 9000，该款高效的GC-MS/MS提供了永不停歇的生产率，其出色的灵敏度，超快的扫描速度，简便的MS/MS功能，满足最苛刻的定量定性分析要求，为食品安全、环境分析、法医和制药等行业提供应用解决方案。

#### TSQ 9000主要特点：

- AutoSRM 功能自动优化二级离子对信息；
- 定时保留时间 SRM 功能 (T-SRM) 和定时保留时间 SIM功能 (T-SIM) 使高通量检测成为可能，并且优化方法设置参数，无需分配时间段；
- TraceFinder™软件，提供数据采集、定性/定量数据处理、报告模板编辑和报告出具等全面功能；
- Evo-cell™技术，高达 800 MRM/s 的扫描速度，即使在极限高速扫描条件下仍不会过多损失灵敏度
- NeverVent™技术进一步创新，在VPI技术基础上，增加了V-Lock™配置，在质谱不泄真空的情况下，不但更换整个离子源，还可以更换色谱柱，进一步节省常规系统维护时间，提高效率；
- SmartTune™简化调谐流程，减少人际交互界面，仪器调谐更加智能；
- 离子源上具有双加热区，有效去除基质对离子源的污染，节省维护时间；
- 弯曲的预四极杆，有效去除中性噪音，减少背景并提高灵敏度。

### 三. 化合物简介

新药典共需要检测 76 种农药 (包含 2 种内标化合物)

表 1. 药典 GCMSMS 方法检测的 76 种化合物列表 (\* 为内标)

编号	英文名	中文名	CAS 号	分子式
1	Acrinathrin	氟丙菊酯	101007-06-1	C <sub>12</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>6</sub>
2	Aldrin	艾氏剂	309-00-2	C <sub>8</sub> H <sub>9</sub> Cl <sub>5</sub> N <sub>5</sub>
3	Atrazine-d5(ethyl-d5)*	氰代莠去津	163165-75-1	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub>
4	BHC-alpha	alpha- 六六六	319-84-6	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub>
5	BHC-beta	beta- 六六六	319-85-7	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub>
6	BHC-delta	delta- 六六六	58-89-9	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub>
7	BHC-gamma (Lindane)	gamma- 六六六	319-86-8	C <sub>23</sub> H <sub>22</sub> ClF <sub>3</sub> O <sub>2</sub>
8	Bifenthrin	联苯菊酯	82657-04-3	C <sub>10</sub> H <sub>12</sub> BrCl <sub>2</sub> O <sub>3</sub> PS
9	Bromophos-ethyl	乙基溴硫磷	4824-78-6	C <sub>8</sub> H <sub>8</sub> BrCl <sub>2</sub> O <sub>3</sub> PS
10	Bromophos-methyl	溴硫磷	2104-96-3	C <sub>17</sub> H <sub>16</sub> Br <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
11	Bromopropylate	溴螨酯	18181-80-1	C <sub>14</sub> H <sub>21</sub> N <sub>3</sub> O <sub>4</sub>
12	Butralin	仲丁灵	33629-47-9	C <sub>10</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>8</sub>
13	Chlordane-cis	顺式氯丹	5103-71-9	C <sub>10</sub> H <sub>4</sub> Cl <sub>8</sub> O
14	Chlordane-oxy	氧化氯丹	27304-13-8	C <sub>10</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>8</sub>
15	Chlordane-trans	反式氯丹	5103-74-2	C <sub>10</sub> H <sub>13</sub> ClN <sub>2</sub>
16	Chlordimeform	杀虫脒	6164-98-3	C <sub>15</sub> H <sub>11</sub> BrClF <sub>3</sub> N <sub>2</sub> O
17	Chlorfenapyr	溴虫腈	122453-73-0	C <sub>8</sub> Cl <sub>4</sub> N <sub>2</sub>
18	Chlorothalonil	百菌清	1897-45-6	C <sub>9</sub> H <sub>11</sub> Cl <sub>3</sub> NO <sub>3</sub> PS
19	Chlorpyrifos	毒死蜱	2921-88-2	C <sub>7</sub> H <sub>7</sub> Cl <sub>3</sub> NO <sub>3</sub> PS
20	Chlorpyrifos-methyl	甲基毒死蜱	5598-13-0	C <sub>10</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>4</sub> O <sub>4</sub>
21	Chlorthal-dimethyl	氯酞酸二甲酯	1861-32-1	C <sub>22</sub> H <sub>18</sub> Cl <sub>2</sub> FNO <sub>3</sub>
22	Cyfluthrin	氟氯氰菊酯	68359-37-5	C <sub>23</sub> H <sub>19</sub> ClF <sub>3</sub> NO <sub>3</sub>
23	Cyhalothrin	氯氟氰菊酯	76703-62-3	C <sub>22</sub> H <sub>19</sub> Cl <sub>2</sub> NO <sub>3</sub>
24	Cypermethrin	氯氰菊酯	52315-07-8	C <sub>14</sub> H <sub>10</sub> Cl <sub>4</sub>
25	DDD-o,p'	o, p'- 滴滴滴	53-19-0	C <sub>14</sub> H <sub>10</sub> Cl <sub>4</sub>
26	DDD-p,p'	p, p'- 滴滴滴	72-54-8	C <sub>14</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>4</sub>
27	DDE-o,p'	o, p'- 滴滴伊	3424-82-6	C <sub>14</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>4</sub>
28	DDE-p,p'	p, p'- 滴滴伊	72-55-9	C <sub>14</sub> H <sub>9</sub> Cl <sub>5</sub>
29	DDT-o,p'	o, p'- 滴滴涕	789-02-6	C <sub>14</sub> H <sub>9</sub> Cl <sub>5</sub>
30	DDT-p,p'	p, p'- 滴滴涕	50-29-3	C <sub>22</sub> H <sub>19</sub> Br <sub>2</sub> NO <sub>3</sub>
31	Deltamethrin	溴氰菊酯	52918-63-5	C <sub>9</sub> H <sub>11</sub> Cl <sub>2</sub> FN <sub>2</sub> O <sub>2</sub> S <sub>2</sub>
32	Dichlofluanid	苯氟磺胺	1085-98-9	C <sub>4</sub> H <sub>7</sub> Cl <sub>2</sub> O <sub>4</sub> P
33	Dichlorvos	敌敌畏	62-73-7	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> Cl <sub>2</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub>
34	Dicloran	氯硝胺	99-30-9	C <sub>14</sub> H <sub>9</sub> Cl <sub>5</sub> O
35	Dicofol	三氯杀螨醇	115-32-2	C <sub>12</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>6</sub> O
36	Dieldrin	狄氏剂	60-57-1	C <sub>15</sub> H <sub>21</sub> NOS

编号	英文名	中文名	CAS号	分子式
37	Dimepiperate	哌草丹	61432-55-1	C <sub>12</sub> H <sub>17</sub> N
38	Diphenylamine	二苯胺	122-39-4	C <sub>9</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub> O <sub>3</sub> S
39	Endosulfan I (alpha isomer)	α - 硫丹	115-29-7	C <sub>9</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub> O <sub>3</sub> S
40	Endosulfan II (beta isomer)	β - 硫丹	33213-65-9	C <sub>9</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub> O <sub>4</sub> S
41	Endosulfan sulfate	硫丹硫酸盐	1031-07-8	C <sub>12</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub> O
42	Endrin	异狄氏剂	72-20-8	C <sub>8</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>3</sub> O <sub>3</sub> PS
43	Fenchlorphos	皮蝇磷	299-84-3	C <sub>9</sub> H <sub>12</sub> NO <sub>5</sub> PS
44	Fenitrothion	杀螟硫磷	122-14-5	C <sub>22</sub> H <sub>23</sub> NO <sub>3</sub>
45	Fenpropathrin	甲氰菊酯	39515-41-8	C <sub>10</sub> H <sub>15</sub> O <sub>6</sub> PS
46	Fenthion-d6 (o,o-dimethyl--d6)*	氘代倍硫磷	1189662-83-6	C <sub>25</sub> H <sub>22</sub> ClNO <sub>3</sub>
47	Fenvalerate	氰戊菊酯	51630-58-1	C <sub>12</sub> H <sub>4</sub> Cl <sub>2</sub> F <sub>6</sub> N <sub>4</sub> OS
48	Fipronil	氟虫氰	120068-37-3	C <sub>16</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>2</sub> F <sub>6</sub> N <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
49	Flucythrinate	氟氰戊菊酯	70124-77-5	C <sub>16</sub> H <sub>12</sub> ClF <sub>4</sub> N <sub>3</sub> O <sub>4</sub>
50	Flumetralin	氟节胺	62924-70-3	C <sub>10</sub> H <sub>5</sub> Cl <sub>7</sub> O
51	Heptachlor endo-epoxide	顺式环氧七氯	1024-57-3	C <sub>10</sub> H <sub>5</sub> Cl <sub>7</sub> O
52	Heptachlor exo-epoxide	反式环氧七氯	28044-83-9	C <sub>10</sub> H <sub>5</sub> Cl <sub>7</sub>
53	Heptachlor	七氯	76-44-8	C <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub>
54	Hexachlorobenzene	六氯苯	118-74-1	C <sub>16</sub> H <sub>15</sub> Cl <sub>3</sub> O <sub>2</sub>
55	Methoxychlor	甲氧滴滴涕	72-43-5	C <sub>7</sub> H <sub>3</sub> Cl <sub>5</sub> S
56	Methyl-pentachlorophenyl sulfide	甲基五氯苯基硫	1825-19-0	C <sub>10</sub> Cl <sub>12</sub>
57	Mirex	灭蚁灵	2385-85-5	C <sub>12</sub> H <sub>7</sub> Cl <sub>2</sub> NO <sub>3</sub>
58	Nitrofen	除草醚	1836-75-5	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>8</sub> O
59	Octachlorodipropyl ether	八氯二丙醚	127-90-2	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> NO <sub>5</sub> PS
60	Parathion-ethyl	对硫磷	56-38-2	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub> NO <sub>5</sub> PS
61	Parathion-methyl	甲基对硫磷	298-00-0	C <sub>13</sub> H <sub>19</sub> N <sub>3</sub> O <sub>4</sub>
62	Pendimethalin	二甲戊乐灵	40487-42-1	C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> Cl <sub>5</sub> N
63	Pentachloraniline	五氯苯胺	527-20-8	C <sub>7</sub> H <sub>3</sub> Cl <sub>5</sub> O
64	Pentachloranisole	五氯甲氧基苯	1825-21-4	C <sub>21</sub> H <sub>20</sub> Cl <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
65	Permethrin	氯菊酯	61949-76-6	C <sub>23</sub> H <sub>26</sub> O <sub>3</sub>
66	Phenothrin	苯醚菊酯	26002-80-2	C <sub>13</sub> H <sub>11</sub> Cl <sub>2</sub> NO <sub>2</sub>
67	Procymidone	腐霉利	32809-16-8	C <sub>6</sub> Cl <sub>5</sub> NO <sub>2</sub>
68	Quintozene	五氯硝基苯	82-68-8	C <sub>19</sub> H <sub>17</sub> ClN <sub>2</sub> O <sub>4</sub>
69	Quinalofop-ethyl	喹禾灵	76578-14-8	C <sub>6</sub> HCl <sub>4</sub> NO
70	Tecnazene (TCNB)	四氯硝基苯	117-18-0	C <sub>17</sub> H <sub>14</sub> ClF <sub>7</sub> O <sub>2</sub>
71	Tefluthrin	七氟菊酯	79538 - 32 - 2	C <sub>9</sub> H <sub>21</sub> O <sub>2</sub> PS <sub>3</sub>
72	Terbufos	特丁硫磷	13071-79-9	C <sub>14</sub> H <sub>16</sub> ClN <sub>3</sub> O <sub>2</sub>
73	Triadimefon	三唑酮	43121-43-3	C <sub>14</sub> H <sub>18</sub> ClN <sub>3</sub> O <sub>2</sub>
74	Triadimenol	三唑醇	55219-65-3	C <sub>13</sub> H <sub>16</sub> F <sub>3</sub> N <sub>3</sub> O <sub>4</sub>
75	Trifluralin	氟乐灵	1582-09-8	C <sub>12</sub> H <sub>9</sub> Cl <sub>2</sub> NO <sub>3</sub>
76	Vinclozolin	乙烯菌核利	50471-44-8	C <sub>12</sub> H <sub>9</sub> Cl <sub>2</sub> NO <sub>3</sub>

## 四. 相关法规及政策

2014年3月，国家药典委员会官网发布关于《中国药典》2015年版通则（草案）公开征求意见的通知，并指明国家药典委组织相关专业委员会已完成了通则（附录）编制及编码的研究工作。2015年，国家食品药品监督管理总局发布关于《中华人民共和国药典》（2015年版）的公告，新版药典将于2015年12月1日起正式实施。

2015年版本《中国药典》收载药品数量达到5608个，比2010年的药典增加了20%，不但药品质量检测与控制方法及中药、化学药和生物药标准将得到广泛性修订、完善及提升，而且在中药标准方面，基本建立了适合中药特色与特性的整体控制质量的新体系和新模式。新版药典更加注重体现中药特色，表达中药特点，并致力于中药质量整体控制水平的进一步提高，筹建中国药品标准物质谱图库，引领中药标准国际化进程。《中国药典》2015年版通则增订了中药材农药残留量测定法，其中包括用气相色谱串联质谱测定74种农残，液相色谱串联质谱测定153种农残，为中药材农残测定确定了分析方法，具有更好的特异性和灵敏性。

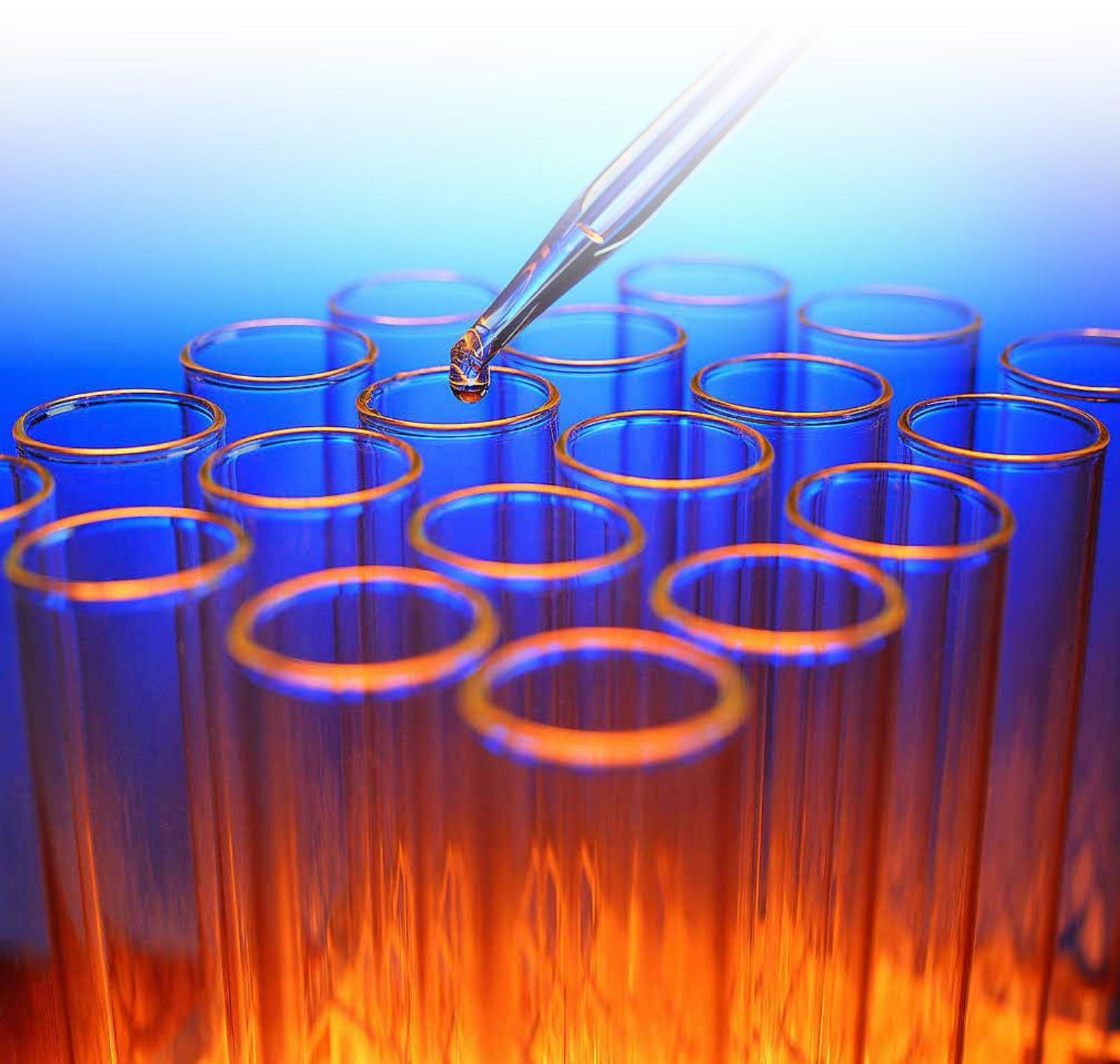


## 五. 仪器和设备

仪器：Thermo Scientific™ TSQ 9000 气相色谱三重四极杆串接质谱仪。

设备：涡旋混合器、离心机、氮吹仪、水浴锅等。

色谱柱：TR-Pesticide II (30 m\*0.25 mm\*0.25 μm, 带毛细管色谱柱 5 m 预柱) 毛细管色谱柱 (Thermo Fisher Scientific)。



## 六. 样品前处理

按照 2015 版《中国药典》的方法进行前处理

### 1. 提取

药材或饮片，粉碎后（过三号筛）取 3 g  
置 50 mL 聚苯乙烯具塞离心管中

加入 15 mL 1 % 冰乙酸，涡旋放置 30 min

加入 15 mL 乙腈与 0.1 mL 内标，涡旋混匀，  
置振荡器上剧烈震荡（500 次/min）5 min

加入无水硫酸镁和无水乙酸钠的混合粉末  
（4:1）7.5 g，立即摇散，震荡 3 min

冰浴 10 min，离心（4000 转/min）5 min

### 2. 净化

取上清液 9 mL，放入分散固相萃取柱\*  
中，涡旋混合，震荡 5 min

4000 转/min 离心 5 min，取上清液 5 mL

氮吹水浴浓缩至 0.4 mL，加入乙腈至 1 mL

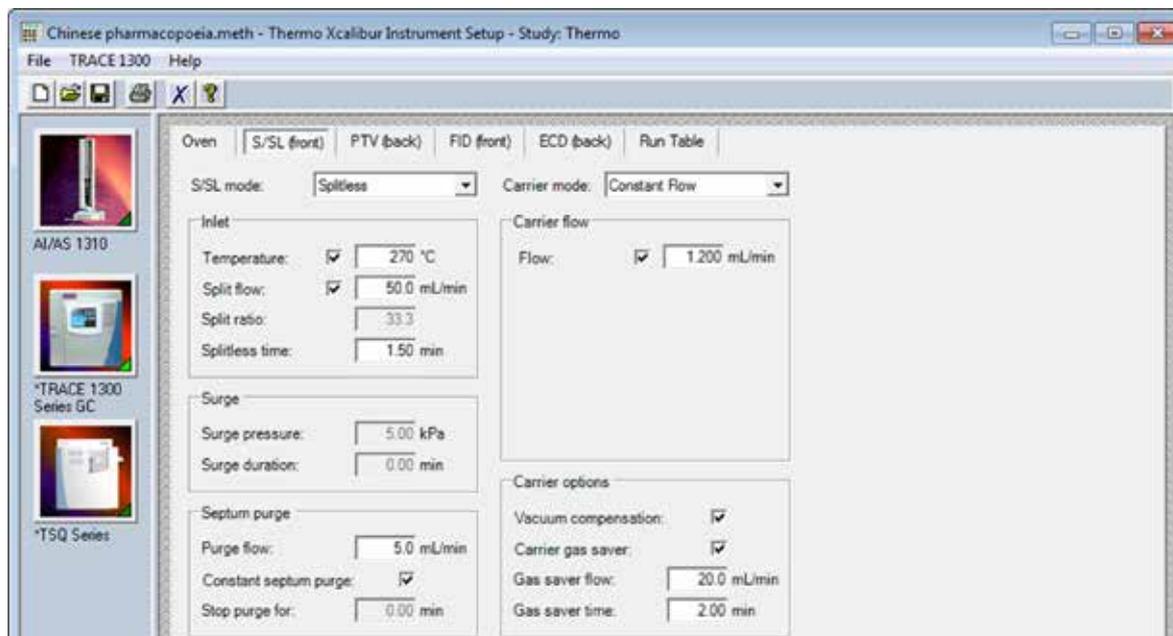
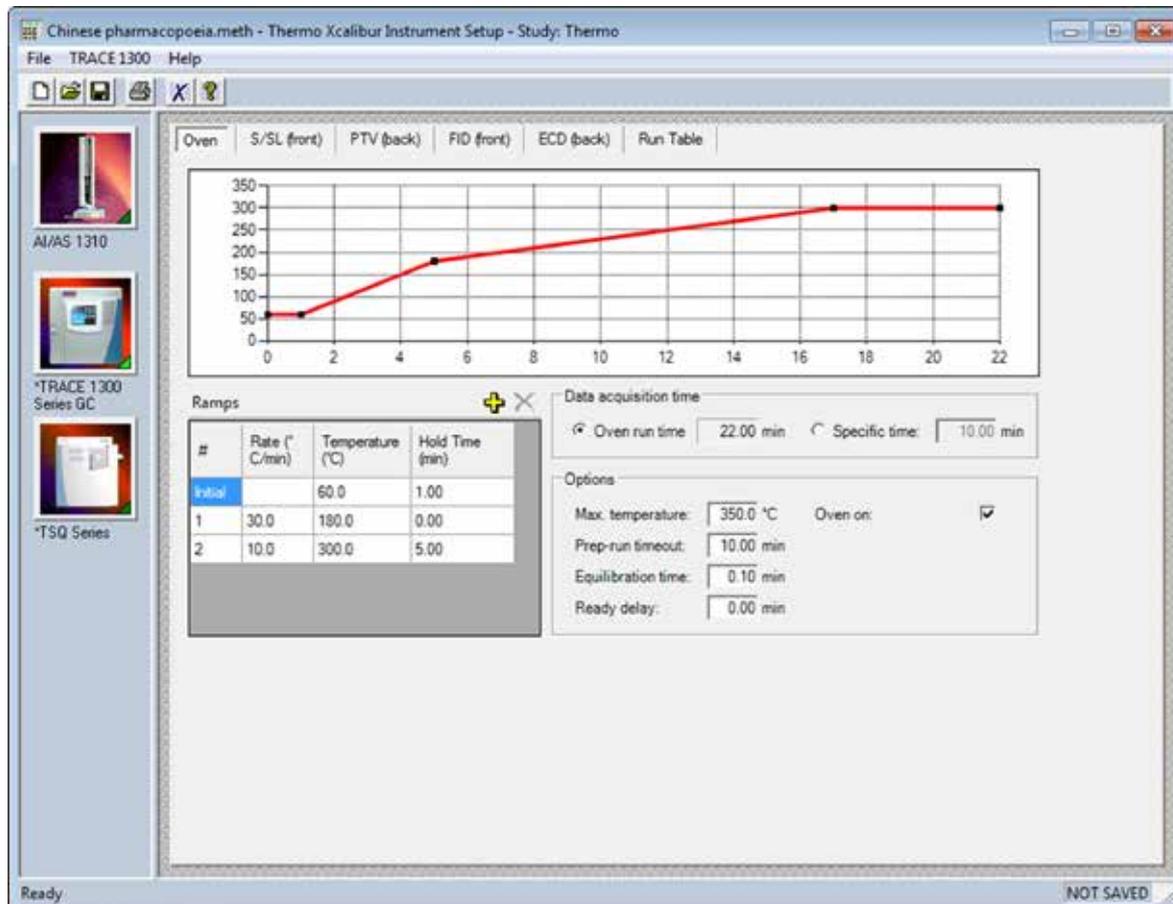
用微孔滤膜（0.22  $\mu\text{m}$ ）滤过，取滤液分析

\* 无水硫酸镁 900 mg，N-丙基乙二胺（PSA）300 mg，十八烷基硅烷键合硅胶 300 mg，石墨化炭黑 90 mg，硅胶 300 mg

# 七. 方法包的使用

1. 进样方法使用：直接使用方法包中 meth 结尾的文件 **Chinese pharmacopoeia** ，进行进样分析。

不同仪器配置可能稍有不同，可以参考以下方法截图。



Chinese pharmacopoeia.meth - Thermo Xcalibur Instrument Setup - Study: Thermo

File TSQ Series Help

Method Setup

Method type: Acquisition - Timed Use timed acquisition methods to acquire timed SRM or SIM data.

MS transfer line temp.: 280 °C Ionization mode: EI

Ion source temp.: 300 °C CI gas type: Methane

Acquisition threshold: 1000 CI gas flow: 1.00 mL/min

Instrument model for method  
Model: TSQ 8000 Evo  
Configured instrument: TSQ 8000

Scans

Scan type SRM Link to external file

Name	RT	Ion Polarity	Window (min)	Mass	Product Mass	Collision Energy
Dichlorvos	5.23	Positive	2.00	109	79	6
Dichlorvos	5.23	Positive	2.00	185	93	12
Dichlorvos	5.23	Positive	2.00	186.9	93	12
Tecnazene	7.42	Positive	2.00	214.8	143.6	20
Tecnazene	7.42	Positive	2.00	214.8	178.7	10
Tecnazene	7.42	Positive	2.00	214.8	179.9	15
Diphenylamine	7.63	Positive	2.00	167.1	139.4	26
Diphenylamine	7.63	Positive	2.00	167.1	140.1	18
Diphenylamine	7.63	Positive	2.00	167.1	166.1	16
Trifluralin	7.74	Positive	2.00	306.1	159.7	20
Trifluralin	7.74	Positive	2.00	306.1	206	10
Trifluralin	7.74	Positive	2.00	306.1	264.1	8

Total compounds: 216

View Tune Report

Ready NOT SAVED

Chinese pharmacopoeia.meth - Thermo Xcalibur Instrument Setup - Study: Thermo

File AI-AS 1300 Help

Autosampler Method



Sampling

Sample volume (uL): 1.00

Plunger strokes: 6

Viscous sample: Yes

Sampling depth in vial: Bottom

Injection

Pre-injection

Solvent: A

Cycles: 3

Sample

Rinses: 1

Post-injection

Solvent: B

Cycles: 3

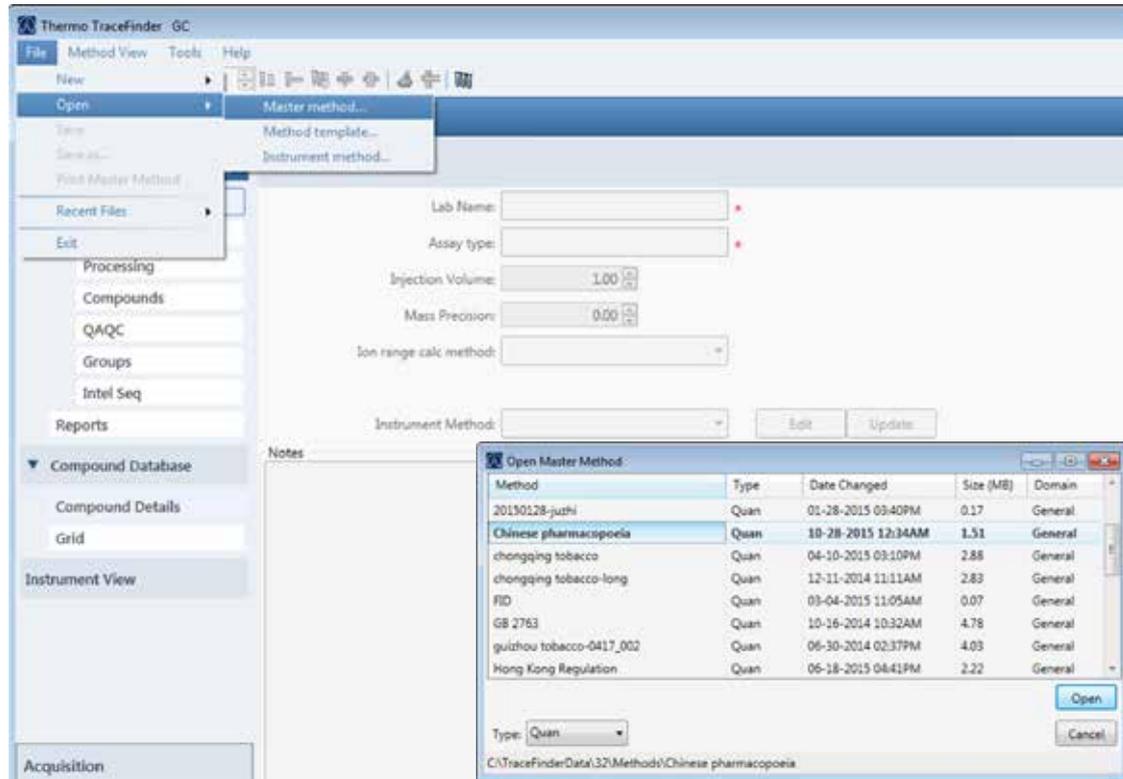
Injection depth: Standard

Pre-inj dwell time (sec): 0.20

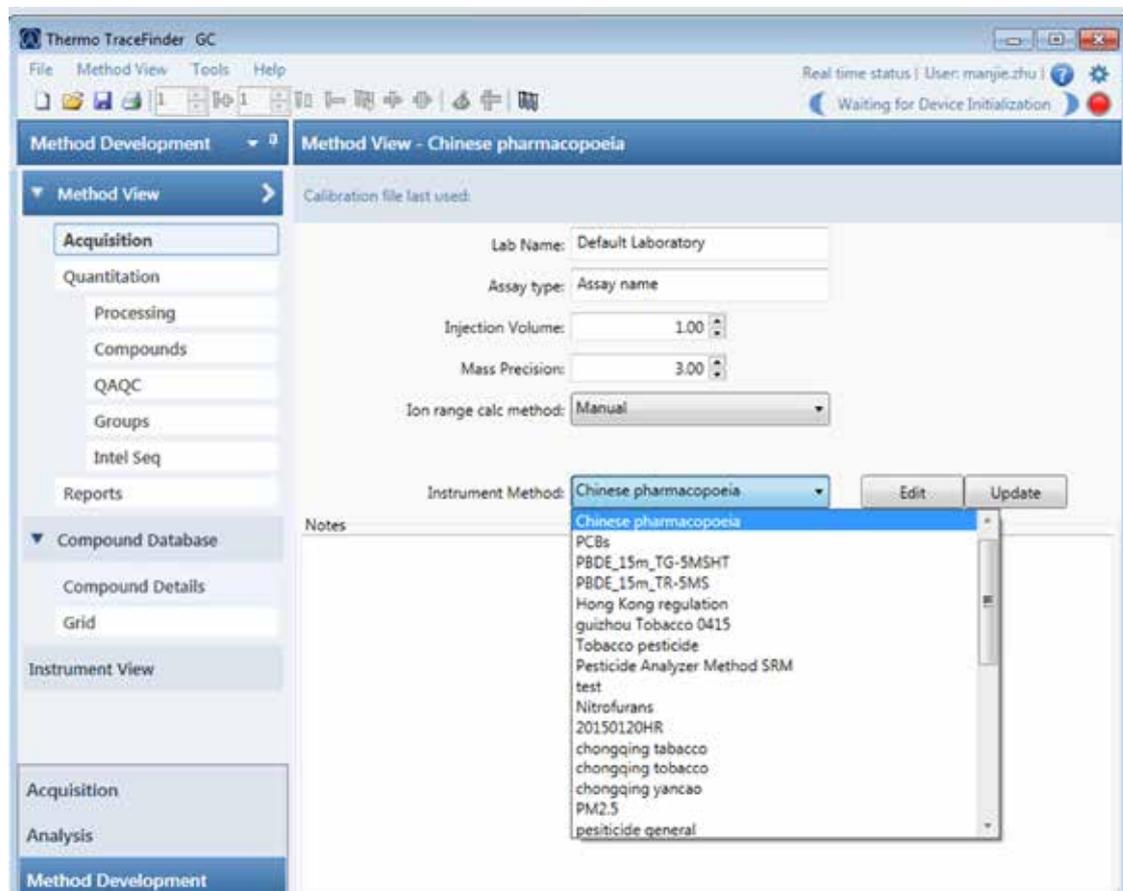
Post-inj dwell time (sec): 0.20

Status: The autosampler is not responding.

2. 数据处理方法建立：直接拷贝方法包中的文件夹 **Chinese pharmacopoeia** 到 C:\TraceFinderData\32\Methods 中，方法就可以直接在 TraceFinder 软件中打开，这个方法包括数据处理方法和进样方法



3. 将步骤 1 中的进样方法拷贝粘贴到 C:\TraceFinderData\InstrumentMethods 中，在 Instrument Methods 中选择这个文件，然后保存这个 TraceFinder 的 Master Method。



4. 将按照步骤 1 进样完成的数据文件与 TraceFinder 方法相关联，得到完整的数据处理方法。按需要更改保留时间等参数进一步对数据处理方法进行优化，得到准确的数据处理方法。整个过程无需输入化合物信息，离子对信息，挑选离子对信息找到化合物，所有的步骤均是自动完成，一点即可，极大得提高分析效率，简化方法流程。

Thermo TraceFinder GC

File Method View Tools Help

View Method Forge results

Import an Xcalibur processing method...

Associate a raw data file...

Adjust retention times...

Import published method

Export mass list

Chinese pharmacopoeia

Show: Quan compounds

Compound	Compound type	Active	CAS No	LIMS ID	Use a
1	Acrinathrin	Target Compound	<input checked="" type="checkbox"/>		
2	Aldrin	Target Compound	<input checked="" type="checkbox"/>		
3	Atrazine-d5	Target Compound	<input checked="" type="checkbox"/>		
4	BHC, Alpha	Target Compound	<input checked="" type="checkbox"/>		
5	BHC, Beta	Target Compound	<input checked="" type="checkbox"/>		
6	BHC, delta	Target Compound	<input checked="" type="checkbox"/>		
7	BHC, gamma	Target Compound	<input checked="" type="checkbox"/>		
8	Bifenthrin	Target Compound	<input checked="" type="checkbox"/>		
9	Bromophos-ethyl	Target Compound	<input checked="" type="checkbox"/>		
10	Bromophos-methyl (Bro...	Target Compound	<input checked="" type="checkbox"/>		
11	Bromopropylate	Target Compound	<input checked="" type="checkbox"/>		
12	Butralin	Target Compound	<input checked="" type="checkbox"/>		
13	Chlordane alaba...	Target Compound	<input checked="" type="checkbox"/>		

Associate a raw data file

Raw data file to associate: 100ppb5.raw

Update instrument/trace selections  No  Yes

Update target ion ratio values  No  Yes

Update scan filters for all peaks  No  Yes all peaks  Yes, only peaks without filters

Automatically set reference spectrum  No  Yes  Yes, with background subtraction

OK Cancel

Thermo TraceFinder GC

File Method View Tools Help

Method Development Method View - Chinese pharmacopoeia

Acquisition List Identification Detection Calibration Calibration levels Chk Std levels Real Time Viewer

Show: Quan compounds

Compound	Retention Time (min)
27	DDE o,p
28	DDE p,p
29	DDT o,p
30	DDT p,p
31	Deltamethrin
32	Dichlorofenol
33	Dichlorvos
34	Dicloran
35	Dicofol
36	Dieldrin
37	Dimethopate
38	Diphenylamine
39	Endosulfan peak 1
40	Endosulfan peak 2
41	Endosulfan sulfate
42	Endrin
43	Fenchlorfos
44	Fenprothion
45	Fenpropathion
46	Fenitrothion
47	Fenvalerate
48	Flucythrinate

Quan peak 1

Confirming peak 1

Confirming peak 2

Signal Detect

Single - Detected

Expected RT: 12.46

Window (sec): 120.00

View width (min): 0.50

Signal Detect

MS

Trace: Mass range

Filter: [Filter Name]

m/z: 246.000

Signal Detect

MS

Trace: Mass range

Filter: [Filter Name]

m/z: 246.000

最终只需要再输入定量的标准曲线各浓度点和具体浓度即可完成数据处理方法的建立。

## 八. 应用文章



# 气相色谱串接质谱联用法用于药材中多农残测定

邓武剑 朱曼洁

赛默飞世尔科技（中国）有限公司

## 关键词

药材；农药残留；TSQ 9000 三重四极杆气质联用

## 摘要

为了应对《中国药典》2015版的实施，根据《中国药典》2015版2341款第四法的要求，本文建立了一种运用三重四极杆气质联用仪（GC-MS/MS）来检测药材、饮片及制剂中部分农药残留量的分析方法。试样加无水硫酸镁、无水乙酸钠后，用乙腈提取，提取液经净化后，氮吹仪浓缩，用乙腈定容。在毛细管气相色谱柱上分离，采用GC-MS/MS测定，用外标法定量计算。各化合物按照浓度5.0、10.0、25.0、50.0、100.0 μg/L建立标准曲线，74种农药组分在5.0~100.0 μg/L浓度范围内线性关系良好，线性相关系数均大于0.99。按照IUPAC（国际理论（化学）与应用化学联合会）方法规定计算各组分检出限，各组分检出限在0.01~2.15 μg/L之间。结果表明，应用赛默飞世尔科技TSQ 9000完全可以应对2015版《中国药典》关于GC-MS/MS检测药材、饮片及制剂中部分农药残留量的要求。

## 前言

随着对药材农药残留的报道日益增多，人们对农药残留危害的认识也越来越深入，药典对其制定检测方法也越来越全面，越来越科学。《中国药典》2000年版首次规定了9种有机氯农药残留的检测方法，之后在2005年版的药典中，除甘草、黄芪等药材外，对其余药材均未提出限量要求。2010版《中国药典》中不仅规定了9种有机氯农药残留的检测方法，而且规定了12种有机磷类的检测方法，还规定了3种拟除虫菊酯农药残留量的检测方法，然而在限量标准方面仅规定了甘草和黄芪两种药物的六六六、滴滴涕、五氯硝基苯的限量标准，其它中药材尚未涉及。最新的2015版《中国药典》对农残



检测进一步作出了详细规定，并首次规定了用GC-MS/MS和LC-MS/MS等技术用于药材中农残检测。历版《中国药典》对药材农药残留量部分主要变化如表1所示：

表1. 历版《中国药典》对药材农药残留量部分主要变化

出版年份	限定与变化
2000	提出了9种有机氯农药残留的检测方法
2005	没变化
2010	9种有机氯农药残留的检测方法 12种有机磷农药残留的检测方法 3种拟除虫菊酯的检测方法
2015	第一法有机氯类农药残留量测定法-色谱法 第二法有机磷类农药残留量测定法-色谱法 第三法拟除虫菊酯类农药残留量测定法-色谱法 第四法农药多残留量测定法-质谱法

## 1.实验部分

### 1.1 仪器和试剂

质谱仪器：TSQ 9000 质谱仪（赛默飞世尔科技，美国）；气相色谱仪：Trace1310 GC 配 AI1310 自动进样器（赛默飞世尔科技，美国）；

色谱柱：TR-Pesticide II 30 m\*0.25 mm\*0.25 μm 毛细管色谱柱（赛默飞世尔科技，美国）；

试剂：甲苯、丙酮、乙腈，均为色谱纯；

### 1.2 仪器方法

气相方法：

柱温箱：60 °C 保持 1 min，以 30 °C/min 升至 180 °C，再以 10 °C/min 升至 300 °C，保持 5 min。

进样口：不分流进样，不分流时间：1.5 min；

进样口温度：270 °C；载气：恒流，1.2 mL/min；

传输线：280 °C

质谱方法：离子源温度为 300 °C，采用 T-SRM 方法，具体检测离子对如表 2 所示：

表 2. 76 种农药对照品、监测离子对、碰撞电压（CE）

序号	中文名	英文名	保留时间（min）	母离子	子离子	CE(eV)
1	敌敌畏	Dichlorvos	5.52	109	79	6
				185	93	12
				186.9	93	12
2	四氯硝基苯	Tecnazene ( TCNB )	7.75	214.8	143.6	20
				214.8	178.7	10
				214.8	179.9	15
3	二苯胺	Diphenylamine	7.95	167.1	139.4	26
				167.1	140.1	18
				167.1	166.1	16
4	氟乐灵	Trifluralin	8.07	306.1	159.7	20
				306.1	206	10
				306.1	264.1	8
5	杀虫脒	Chlordimeform	8.16	117.1	89.8	18
				181.1	140	16
				196	181.1	8
6	α-六六六	BHC, Alpha	8.56	182.8	146.7	12
				218.8	146.6	20
				218.8	183	8
7	六氯苯	Hexachlorobenzene	8.66	248.8	213.9	14
				283.8	213.8	28
				283.8	248.8	18
8	氯硝胺	Dicloran	8.73	175.9	148	10
				205.9	147.9	20
				205.9	176	10
9	五氯甲氧基苯	Pentachloranisole	8.7	280	265	12
				280	237	22
10	氘代莠去津	Atrazine-d5	8.8	205	127	10
				205	105	15
11	β-六六六	BHC, Beta	8.9	180.9	145	14
				218.7	146.6	18
				218.7	183	8

序号	中文名	英文名	保留时间 ( min )	母离子	子离子	CE(eV)
12	五氯硝基苯	Quintozene	9.01	213.8	141.9	28
				213.8	178.9	14
				294.8	236.9	14
13	特丁硫磷	Terbufos	9.03	230.9	128.9	22
				230.9	174.9	12
				230.9	203	8
14	γ-六六六	BHC, gamma	9.06	180.9	109	26
				180.9	145	14
				218.7	183	8
15	七氟菊酯	Tefluthrin	9.23	177	127	14
				177	137	16
				197	141.1	10
16	百菌清	Chlorothalonil	9	228.8	168	8
				265.8	133	36
				265.8	170	24
17	δ-六六六	BHC, delta	9.44	182.8	146.7	14
				218.8	146.5	20
				218.8	182.9	8
18	五氯苯胺	Pentachloroaniline	9.78	264.8	193.6	18
				264.8	202.8	20
				264.8	229.3	12
19	甲基毒死蜱	Chlorpyrifos-methyl	9.9	125	47	12
				125	79	6
				285.9	93	20
20	甲基对硫磷	Parathion-methyl	9.99	124.9	47	12
				124.9	79	6
				263	109	12
21	甲基五氯苯硫磷	Methyl-pentachlorophenyl sulfide	10.08	296	281	20
				296	263	15
22	皮蝇磷	Fenclorfos	10.18	124.9	47	12
				124.9	79	6
				169	110.4	6
23	七氯	Heptachlor	10.24	99.8	39	26
				99.8	65	12
				271.8	236.9	12
24	苯氟磺胺	Dichlofluanid	10.54	123	51	32
				123	77	18
				223.9	123	10
25	毒死蜱	Chlorpyrifos-ethyl	10.66	196.7	107	36
				196.7	168.9	12
				313.9	257.9	12
26	对硫磷	Parathion (ethyl)	10.78	109	81	10
				124.9	97	6
				291	109	12
27	艾氏剂	Aldrin	10.85	330	298.9	10
				262.7	191	30
				262.7	192.9	32

序号	中文名	英文名	保留时间 ( min )	母离子	子离子	CE(eV)
28	氯酞酸二甲酯	Chlorthal-dimethyl	10.77	222.7	166.9	20
				300.7	222.9	22
				300.7	272.9	12
29	三唑酮	Triadimefon	10.83	208	111	20
				208	126.7	12
				208	180.8	8
30	氘代倍硫磷	Fenthion-d6	10.9	284	169	15
				284	115	20
31	三氯杀螨醇	Dicofol	10.96	111	74.9	12
				139	111	12
				250.9	139	12
32	仲丁灵	Butralin	10.94	266.1	174.3	22
				266.1	190.1	10
				266.1	219.9	10
33	溴硫磷	Bromophos-methyl (Bromophos)	11.06	125	79	6
				328.9	313.8	14
				330.8	315.8	14
34	顺式环氧七氯	Heptachlor exo-epoxide	11.1	354.8	264.9	15
				352.8	262.9	15
35	氧化氯丹	Chlordane-oxy	11.1	386.7	262.7	15
				184.9	85	30
36	反式环氧七氯	Heptachlor endo-epoxide	11.3	354.8	264.9	15
				352.8	262.9	15
37	二甲戊灵	Pendimethalin	11.22	252.1	161	14
				252.1	162	8
				252.1	191.3	8
38	杀螟硫磷	Fenitrothion	11	125	79	8
				277	109	16
				277	260	6
39	氟虫腈	Fipronil	11.25	366.9	212.9	28
				366.9	244.9	20
				368.8	214.9	30
40	o,p'-滴滴滴	DDD, o, p	11.08	235	165.1	20
				235	199	14
				236.8	165	20
41	腐霉利	Procymidone	11.58	95.9	53	16
				95.9	67.1	8
				283	96.1	8
42	啶草丹	Dimepiperate	11.6	119	65	26
				119	91.1	10
				145	112.1	8
43	乙烯菌核利	Vinclozolin	11.58	186.8	124	18
				198	145	14
				212	172	14
44	三唑醇	Triadimenol	11.57	112	57.6	8
				128	65	18
				168.2	70	10

序号	中文名	英文名	保留时间 ( min )	母离子	子离子	CE(eV)
45	乙基溴硫磷	Bromophos-ethyl	11.6	358.7	302.8	15
				302.8	284.7	15
46	顺式氯丹	Chlordane -cis	11.89	372.8	265.8	20
				374.7	265.8	20
				376.6	268	20
47	氟节胺	Flumetralin	11.87	143	57	34
				143	107	18
				143	108.1	18
48	硫丹-1	Endosulfan peak 1	12.14	194.7	125	22
				194.7	159.4	8
				240.6	205.9	14
49	反式氯丹	Chlordane -trans	12.13	271.7	236.8	12
				372.7	263.7	20
				374.7	265.9	22
50	p,p'-滴滴伊	DDE p, p	12.43	246	176.1	28
				317.8	246	20
				317.8	248	18
51	狄氏剂	Dieldrin	12.61	262.8	190.9	30
				262.8	192.9	30
				262.8	227.8	16
52	溴虫腈	Chlorfenapyr	12.66	136.9	102	12
				248.9	112	24
				248.9	137.1	18
53	o,p'-滴滴伊	DDE o,p	12.65	246	176.1	28
				317.8	246	20
				317.8	248	18
54	除草醚	Nitrofen	12.78	202	139.1	20
				282.9	253	10
55	异狄氏剂	Endrin	12.99	245	173	22
				262.8	192.9	30
				280.8	245.3	8
56	硫丹-2	Endosulfan peak 2	13.15	158.9	123	12
				194.7	159	8
				240.6	205.8	12
57	硫丹硫酸盐	Endosulfan sulfate	13.2	271.9	237	15
				387	289	5
58	p,p'-滴滴滴	DDD p,p	13.17	235	165.1	20
				235	199	14
				236.8	165	20
59	o,p'-滴滴涕	DDT o,p	13.24	235	165.1	22
				235	199.5	10
				236.8	165	22
60	p,p'-滴滴涕	DDT p,p	13.85	235	165.1	22
				235	199.5	10
61	联苯菊酯	Bifenthrin	14.61	236.8	165	22
				165.1	163.6	24
				181	165.9	10
				181	179	12

序号	中文名	英文名	保留时间 ( min )	母离子	子离子	CE(eV)
62	溴螨酯	Bromopropylate	14.73	184.9	75.5	30
				184.9	156.9	12
				340.8	185	14
63	甲氰菊酯	Fenpropathrin	14.8	97.1	55.1	6
				181	126.8	28
				181	151.9	22
64	甲氧滴滴涕	Methoxychlor	14.8	227.1	141.1	32
				227.1	169.1	22
				227.1	212.1	12
65	灭蚁灵	Mirex	14.96	273.8	238.8	15
				271.8	236.8	15
66	苯醚菊酯	Phenothrin	15.05,15.16	123.1	41.1	24
				123.1	79.1	14
				123.1	81.1	8
67	氯菊酯	Permethrin	16.38,16.5	163	91.1	12
				183.1	153	12
				183.1	168	12
68	氟氯氰菊酯	Cyfluthrin	16.89,16.98 17.05,17.09	163	65.1	26
				163	91.1	12
				163	127.1	6
69	八氯二丙醚	Octachlorodipropyl ether (S421)	10.21	129.9	95	20
				129.9	60	38
				131.9	97	20
70	氟丙菊酯	Acrinathrin	17.19	207.8	181.1	10
				181	152	30
71	氯氟氰菊酯	Cyhalothrin I & II	17.22,17.32	180.9	152	22
				197.1	141.1	10
				207.9	180.9	8
72	氯氰菊酯	Cypermethrin	17.22,17.31 17.39,17.43	163	91.1	12
				163	127.1	6
				180.9	152.1	20
73	氟氰戊菊酯	Flucythrinate	17.38,17.58	157	107.1	12
				199.1	107.1	22
				199.1	157.1	8
74	氰戊菊酯	Fenvalerate	18.22,18.46	125	89	18
				167	89	32
				167	125	10
75	啶禾灵	Quizalofop-ethyl	17.44	163	99.9	20
				163	136	10
				372.1	299	10
76	溴氰菊酯	Deltamethrin	18.9,19.17	181	152.1	22
				252.8	92.9	16
				252.8	172	8

注：化合物 10 和 30 为内标，其余 74 项为目标化合物

### 1.3 样品前处理

- 1) 样品提取：取供试样品（药材或饮片）粉碎成粉末，称取 3 g 样品到 50 mL 离心管中，加入 5 mL 1% 乙酸溶液，涡旋使样品充分浸润、静置。再加入 10 mL 乙腈震荡混匀，加入 4 g MgSO<sub>4</sub>、1 g CH<sub>3</sub>COONa，在涡旋振荡器上振荡 2 min，冰浴中放置冷却 5 min，然后在 5000 rpm 转速下离心 5 min。
- 2) 样品净化：取上清液 8 mL，转移到 15 mL 净化管，净化管中包括 900 mg MgSO<sub>4</sub>、300 mg PSA、300 mg C18、石墨化炭黑 90 mg。旋涡震荡样品 1 min，然后在 5000 rpm 转速下离心 5 min。准确取上清液 5 mL，N<sub>2</sub> 吹仪上于 40 °C 水浴吹干，乙腈定容至 1 mL，直接 GC-MS/MS 分析。

### 1.4 样品基质溶液

按照 1.3 的程序处理药材样品，得到空白样品的基质溶液。

### 1.5 标准溶液的配制

- 1) 标准储备液：在十万分之一分析天平上称取每种农药单标化合物 10 mg，加入 10 mL 相应的溶剂（根据不同的化合物加入丙酮、甲苯或者乙腈）溶解，配制浓度为约 1000 mg/L 的溶液。每种单个标准储备液的浓度根据称样量和加入溶剂的体积计算得到。所有单标储备液在 -20 °C 冰箱中冷冻保存。单标储备液的有效期为 6 个月。
- 2) 混合标准中间液：移取适量的单标储备液，用乙腈稀释。中间标准储备液的浓度为 10.0 mg/mL。中间标准储备液在 -20 °C 冰箱中冷冻保存。中间储备液的有效期为 3 个月。
- 3) 工作标准溶液：取适量的混合标准中间液，以空白样品基质液（1.4）依次稀释成浓度为 5.0、10.0、25.0、50.0、100.0 工作标准溶液。

## 2.2. 实验结果分析

### 2.1 色谱分离结果

每个化合物 SRM 质谱条件（母离子-子离子-碰撞能量）从 TraceFinder 的 CDB 中导出（见表 2），在该条件下运行样品可得到目标物的 SRM 总离子流图见图 1。

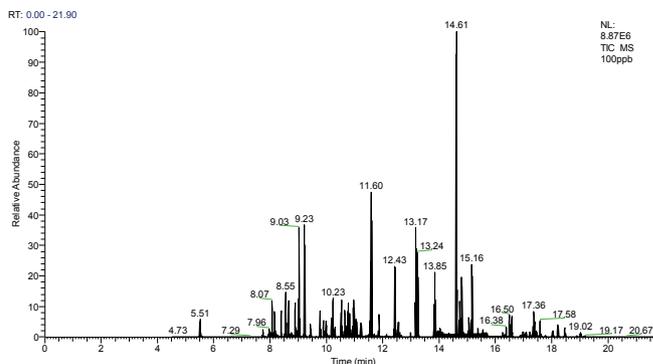


图 1. 标准溶液总离子流色谱图（100 µg/L）

### 2.2 标准曲线线性、检出限及精密度

配置混合标准溶液，各浓度分别为：5.0、10.0、25.0、50.0、100.0 µg/L 采用上述方法分别进样分析，考察各组分的线性。实验结果表明 74 种农药组分在 5.0~100.0 µg/L 线性关系良好，线性相关系数均大于 0.99，对同一样品连续进样 6 针，RSD 在 0.37%~4.91% 之间，重复性良好。按照 IUPAC 方法规定计算各组分检出限，各组分检出限在 0.01~2.15 µg/L 之间，根据本应用方法的前处理，其检出限都满足最新药典对于农残分析检出限的要求（见表 3）。

表 3. 药材中 74 种农残的线性方程及检出限

序号	中文名	英文名	线性范围 (µg/L)	线性方程	相关系数 (R <sup>2</sup> )	检出限 (µg/L)	RSD (%) (n=6)
1	敌敌畏	Dichlorvos	5~100	Y=7.091e3X+6.716e3	0.9912	0.28	1.27
2	四氯硝基苯	Tecnazene (TCNB)	5~100	Y=1.251e3X+6.306e2	0.9931	0.15	1.85
3	二苯胺	Diphenylamine	5~100	Y=1.683e3X-2.532e3	0.9961	0.45	4.27
4	氟乐灵	Trifluralin	5~100	Y=9.74e2X+1.969e3	0.9946	0.61	0.65
5	杀虫脒	Chlordimeform	5~100	Y=5.698e3X-6.473e3	0.9946	0.36	3.41
6	α-六六六	BHC, Alpha	5~100	Y=7.51e3X-2.535e3	0.9927	0.12	2.46
7	六氯苯	Hexachlorobenzene	5~100	Y=9.797e3X+1.787e4	0.9976	0.6	0.46
8	氯硝胺	Dicloran	5~100	Y=3.187e3X+5.58e3	0.9969	0.54	2.25
9	五氯甲氧基苯	Pentachloranisole	5~100	Y=1.361e4X-5.994e4	0.9912	0.14	4.12
10	氘代莠去津	Atrazine-d5	—	—	—	—	—

序号	中文名	英文名	线性范围 ( $\mu\text{g/L}$ )	线性方程	相关系数 ( $R^2$ )	检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	RSD (%) ( $n=6$ )
11	$\beta$ -六六六	BHC, Beta	5~100	$Y=1.304e4X+1.367e4$	0.9935	0.31	4.01
12	五氯硝基苯	Quintozene	5~100	$Y=2.224e3X+3.148e3$	0.9924	0.45	2.06
13	特丁硫磷	Terbufos	5~100	$Y=3.801e4X+9.538e3$	0.9913	0.08	3.75
14	$\gamma$ -六六六	BHC, gamma	5~100	$Y=5.493e3X-1.551e3$	0.9933	0.09	1.06
15	七氟菊酯	Tefluthrin	5~100	$Y=3.627e4X+4.424e4$	0.9928	0.36	4.91
16	百菌清	Chlorothalonil	5~100	$Y=1.361e4X-5.994e4$	0.9912	1.22	3.08
17	$\delta$ -六六六	BHC, delta	5~100	$Y=2.444e3X-4.532e3$	0.9939	0.6	2.94
18	五氯苯胺	Pentachloroaniline	5~100	$Y=3.121e3X+9.83e3$	0.9912	0.96	1.41
19	甲基毒死蜱	Chlorpyrifos-methyl	5~100	$Y=4.679e3X-8.117e3$	0.9931	0.58	3.94
20	甲基对硫磷	Parathion-methyl	5~100	$Y=3.71e3X-6.599e3$	0.9927	0.52	2.88
21	甲基五氯苯硫磷	Methyl-pentachlorophenyl sulfide	5~100	$Y=1.361e4X-5.994e4$	0.9912	1.42	4.56
22	皮蝇磷	Fenclorfos	5~100	$Y=3.545e3X+1.035e4$	0.9923	1.02	1.74
23	七氯	Heptachlor	5~100	$Y=2.125e3X-9.388e3$	0.9973	1.18	2.08
24	苯氟磺胺	Dichlofuanid	5~100	$Y=3.76e3X+1.91e3$	0.9973	0.21	1.44
25	毒死蜱	Chlorpyrifos-ethyl	5~100	$Y=2.647e3X+5387e3$	0.9948	0.61	3.98
26	对硫磷	Parathion (ethyl)	5~100	$Y=1.215e4X+2.156e2$	0.995	0.02	0.69
27	艾氏剂	Aldrin	5~100	$Y=2.731e3X+1.456e3$	0.9901	0.21	4.91
28	氯酞酸二甲酯	Chlorthal-dimethyl (Dacthal)	5~100	$Y=3.153e3X+7.979e3$	0.9911	0.66	0.37
29	三唑酮	Triadimefon	5~100	$Y=5.534e3X+6.714e3$	0.9938	0.36	1.91
30	氘代倍硫磷	Fenthion-d6	——	——	——	——	——
31	三氯杀螨醇	Dicofol	5~100	$Y=7.487e3X+2.138e4$	0.9981	1.02	2.52
32	仲丁灵	Butralin	5~100	$Y=2.66e3X-4.438e3$	0.993	0.62	3.01
33	溴硫磷	Bromophos-methyl (Bromophos)	5~100	$Y=4.018e3X-2.248e3$	0.9908	0.16	1.08
34	顺式环氧七氯	Heptachlor exo-epoxide	5~100	$Y=4.652e3X-3.673e3$	0.9948	0.26	2.65
35	氧化氯丹	Chlordane-oxy	5~100	$Y=2.652e3X+5.994e3$	0.9932	0.61	1.59
36	反式环氧七氯	Heptachlor endo-epoxide	5~100	$Y=3.368e3X-3.136e3$	0.9957	0.28	1.16
37	二甲戊灵	Pendimethalin	5~100	$Y=2.849e3X-4.971e3$	0.991	0.42	3.75
38	杀螟硫磷	Fenitrothion	5~100	$Y=3.776e3X-5.799e3$	0.994	0.45	4.42
39	氟虫腈	Fipronil	5~100	$Y=4.649e3X-8.489e2$	0.9959	0.07	4.07
40	o,p'-滴滴滴	DDD, o, p	5~100	$Y=3.623e4X-1.61e5$	0.9915	1.52	4.76
41	腐霉利	Procymidone	5~100	$Y=7.713e3X=5.609e4$	0.9951	2.15	3.76
42	哌草丹	Dimepiperate	5~100	$Y=5.594e3X+2.734e4$	0.9904	1.48	3.58
43	乙烯菌核利	Vinclozolin	5~100	$Y=4.424e2X-1.555e3$	0.9947	1.02	2.62
44	三唑醇	Triadimenol	5~100	$Y=9.763e2X+7.111e2$	0.9946	0.24	4.68
45	乙基溴硫磷	Bromophos-ethyl	5~100	$Y=1.361e4X-5.994e4$	0.9912	1.28	2.25
46	顺式氯丹	Chlordane alpha-cis	5~100	$Y=7.385e2X-1.014e3$	0.9955	0.43	3.59
47	氟节胺	Flumetralin	5~100	$Y=1.787e3X+4.259e3$	0.9945	0.75	4.51
48	硫丹-1	Endosulfan peak 1	5~100	$Y=3.261e2X+8.445e2$	0.9939	0.82	3.42
49	反式氯丹	Chlordane gamma-trans	5~100	$Y=1.929e3X-1.881e3$	0.992	0.28	3.82
50	p,p'-滴滴伊	DDE p, p	5~100	$Y=2.867e4X+4.025e4$	0.991	0.47	1.58
51	狄氏剂	Dieldrin	5~100	$Y=1.159e3X+1.997e3$	0.9936	0.56	1.81
52	溴虫腈	Chlorfenapyr	5~100	$Y=9.684e2X+9.121e3$	0.9955	1.02	4.22
53	o,p'-滴滴伊	DDE o,p	5~100	$Y=2.361e4X+5.994e4$	0.9936	0.52	0.82
54	除草醚	Nitrofen	5~100	$Y=3.636e4X-5.994e4$	0.9986	0.52	4.27
55	异狄氏剂	Endrin	5~100	$Y=8.199e2X-1.842e3$	0.9919	0.72	2.15
56	硫丹-2	Endosulfan peak 2	5~100	$Y=1.002e3X+1.198e3$	0.9906	0.32	2.69
57	硫丹硫酸盐	Endosulfan sulfate	5~100	$Y=2.361e3X+3.994e3$	0.9918	0.48	2.81
58	p,p'-滴滴滴	DDD p,p	5~100	$Y=4.247e4X+1.213e5$	0.9936	0.88	1.38

序号	中文名	英文名	线性范围 ( $\mu\text{g/L}$ )	线性方程	相关系数 ( $R^2$ )	检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	RSD (%) (n=6)
59	o,p'-滴滴涕	DDT o,p	5~100	$Y=3.623e4X-1.61e5$	0.9915	1.18	1.82
60	p,p'-滴滴涕	DDT p,p	5~100	$Y=2.403e4X-1.207e5$	0.9906	1.46	2.41
61	联苯菊酯	Bifenthrin	5~100	$Y=2.568e3X-4.309e2$	0.9907	0.07	4.31
62	溴螨酯	Bromopropylate	5~100	$Y=7.567e2X+5.064e2$	0.9922	0.22	4.15
63	甲氰菊酯	Fenprothrin	5~100	$Y=1.765e4X+6.596e4$	0.9928	1.22	1.86
64	甲氧滴滴涕	Methoxychlor	5~100	$Y=1.125e4X-2.95e4$	0.9966	0.81	3.97
65	灭蚁灵	Mirex	5~100	$Y=3.361e4X-4.128e4$	0.9946	0.41	3.52
66	苯醚菊酯	Phenothrin	5~100	$Y=5.019e3X+7.745e3$	0.9927	0.48	2.15
67	氯菊酯	Permethrin	5~100	$Y=7.858e3X+9.276e3$	0.9954	0.37	4.11
68	氟氰菊酯	Cyfluthrin	5~100	$Y=5.773e3X-1.271e4$	0.9973	0.62	3.91
69	八氯二丙醚	Octachlorodipropyl ether (S421)	5~100	$Y=2.586e4X-3.614e4$	0.9962	0.43	3.95
70	氟丙菊酯	Acrinathrin	5~100	$Y=6.561e3X-1.562e4$	0.9937	0.73	1.97
71	氯氟菊酯	Cyhalothrin I & II	5~100	$Y=8.808e2X+2.793e3$	0.9926	0.96	3.36
72	氯氰菊酯	Cypermethrin	5~100	$Y=4.254e3X-5.352e3$	0.9942	1.02	3.83
73	氟氰戊菊酯	Flucythrinate	5~100	$Y=7.809e3X-1.916e4$	0.9914	0.75	2.78
74	氰戊菊酯	Fenvalerate	5~100	$Y=2.157e3X-4.221e3$	0.9962	0.61	1.88
75	啶禾灵	Quizalofop-ethyl	5~100	$Y=2.012e3X-7.978e3$	0.9936	1.18	4.79
76	溴氰菊酯	Deltamethrin	5~100	$Y=1.678e3X-4.144e3$	0.9922	0.82	1.69

### 3.结论

本文参考药典前处理方法，建立了气相串联质谱法 (GC-MS/MS) 测定药材中的 74 项农残，样品前处理只需要 45 min 即可完成，经快速前处理后，在 TSQ 9000 三重四极杆仪器上，通过一针分析，在 25 min 内完成分离和检测。以快速的前处理结合赛默飞的 TSQ 9000 高通量、高灵敏度的三重四极杆仪器，为药材的农残分析带来高效、准确、方便易用的解决方案。

更安全

ThermoFisher  
SCIENTIFIC

更清洁

更健康

赛默飞致力于帮助您使世界变得

## 关于赛默飞世尔科技

赛默飞世尔科技（纽约证交所代码：TMO）是科学服务领域的世界领导者。公司年销售额 170 亿美元，在 50 个国家拥有约 50,000 名员工。我们的使命是帮助客户使世界更健康、更清洁、更安全。我们的产品和服务帮助客户加速生命科学领域的研究、解决在分析领域所遇到的复杂问题与挑战，促进医疗诊断发展、提高实验室生产力。借助于首要品牌 Thermo Scientific、Applied Biosystems、Invitrogen、Fisher Scientific 和 Unity Lab Services，我们将创新技术、便捷采购方案和实验室运营管理的整体解决方案相结合，为客户、股东和员工创造价值。欲了解更多信息，请浏览公司网站：[www.thermofisher.com](http://www.thermofisher.com)

## 赛默飞世尔科技中国

赛默飞世尔科技进入中国发展已有 30 多年，在中国的总部设于上海，并在北京、广州、香港、台湾、成都、沈阳、西安、南京、武汉等地设立了分公司，员工人数约 3700 名。我们的产品主要包括分析仪器、实验室设备、试剂、耗材和软件等，提供实验室综合解决方案，为各行各业的客户服务。为了满足中国市场的需求，现有 8 家工厂分别在上海、北京和苏州运营。我们在全中国共设立了 6 个应用开发中心，将世界级的前沿技术和产品带给国内客户，并提供应用开发与培训等多项服务；位于上海的中国创新中心结合国内市场需求和国外先进技术，研发适合中国的技术和产品；我们拥有遍布全国的维修服务网点和特别成立的中国技术培训团队，在全国有超过 2000 名专业人员直接为客户提供服务。我们致力于帮助客户使世界更健康、更清洁、更安全。欲了解更多信息，请登录网站 [www.thermoscientific.cn](http://www.thermoscientific.cn)



Orbitrap 组  
学俱乐部



赛默飞小分子质  
谱应用技术群

赛默飞世尔科技（中国）有限公司

[www.thermoscientific.cn](http://www.thermoscientific.cn)

全国服务热线：800 810 5118  
400 650 5118（支持手机用户）

AN\_C\_GCMSMS\_18\_201511Y

Thermo  
SCIENTIFIC

A Thermo Fisher Scientific Brand