

UPLC-MS/MS法同时测定中药材中82种植物生长调节剂残留量

李雯婷, 苗水, 赵雪晴, 兰岚, 张梦, 胡青*, 季申*

(上海市药品检验研究院, 国家药品监督管理局中药质量控制重点实验室, 上海 201203)

摘要: 目的 建立 UPLC-MS/MS 法同时测定板蓝根、桔梗、大青叶及金银花中 82 种植物生长调节剂残留量。方法 样品采用改良 QuEChERS 法, 以乙腈提取, 枸橼酸盐盐析, C₁₈/Silica/GCB 混合吸附剂净化。采用 Agilent Poroshell 120 EC-C₁₈ 色谱柱 (3.0 mm×150 mm, 2.7 μm); 流动相水-甲醇, 均含有 0.05% 甲酸及 10 mmol/L 甲酸铵, 梯度洗脱; 体积流量 0.4 mL/min; 柱温 35 °C; 电喷雾离子源; 正负离子扫描; 多反应监测模式。结果 82 种植物生长调节剂在 5~400 μg/kg 范围内线性关系良好 ($r>0.99$), 定量限 (LOQ) 为 5~400 μg/kg。76 种植物生长调节剂在 5、10、50、100 μg/kg 水平的平均回收率为 61.1%~123.7%, RSD<16.9%; 6 种强极性化合物回收率偏低。348 批样品检测结果显示, 植物生长调节剂总检出率为 77.6%, 共检出 10 种植物生长调节剂, 其中 23.9% 的样本中对硝基苯酚钠超标。结论 本方法操作简便、灵敏度高、专属性强, 适用于中药材中植物生长调节剂的高通量筛查, 可为 2025 年版《中国药典》标准制定提供技术支撑。

关键词: 中药材; 植物生长调节剂; UPLC-MS/MS; QuEChERS

中图分类号: R284.1

文献标志码: A

文章编号: 1001-1528(2026)06-2096-08

doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2026.06.045

植物生长调节剂是一类通过调控植物生长发育进程以改善农艺性状的人工合成或天然激素类似物^[1], 其应用已从传统粮食作物^[2]扩展至中药材种植^[3], 在提升产量的同时, 其滥用可能导致药材有效成分积累不足并引入残留风险, 影响中药材质量安全与临床疗效^[4-8]。

为保障中药材安全, 我国持续加强植物生长调节剂监管, 其中 2019 年《关于中医药传承创新发展的意见》明确提出严格植物生长调节剂的使用管理, 2022 年《中药材生产质量管理规范》亦明令禁止使用植物生长调节剂调节药材收获器官生长的行为。然而, 现有监管体系仍面临技术瓶颈, 2020 年版《中国药典》仅收录 2 种植物生长调节剂的检测方法^[9], 且缺乏配套限量; 《食品安全国家标准食品中农药最大残留限量》(GB 2763-2021) 虽涵盖 19 种植物生长调节剂, 但其检测方法主要针对食品基质, 难以直接适用于成分复杂的中药材^[10]。此外, 文献 [11-16] 报道的方法多存

在监测品种少、前处理繁琐、方法体系不统一等问题, 导致高通量筛查能力不足。

课题组前期虽开发了针对根茎类药材的检测方法^[17-18], 但因净化步骤缺失及目标物种类有限, 在面对不同药用部位药材的适用性面临挑战。为此, 本研究选取板蓝根、大青叶、桔梗和金银花 4 种药材, 基于改良的 QuEChERS 前处理与 C₁₈/Silica/GCB 协同净化策略, 建立同时检测 82 种植物生长调节剂残留的 UPLC-MS/MS 高通量分析方法, 为 2025 年版《中国药典》植物生长调节剂检测标准^[19]的制定提供关键技术依据。

1 材料

1.1 仪器 DGU-20A3r 超高效液相色谱仪、Shimadzu UV-2550 紫外分光光度仪 (日本 Shimadzu 公司); AB SCIEX 6500+三重四极杆质谱仪 (美国 AB Sciex 公司); Agilent 1260 高效液相色谱仪 (美国 Agilent 公司); Milli-Q Advantage A10 超纯水仪 (美国 Millipore 公司); Centrifuge 5810R 离心机

收稿日期: 2025-12-08

基金项目: 国家药典委员会国家药品标准制修订研究课题 (2024Z03); 上海市科委技术标准专项 (24DZ2202500); 上海市科委研发平台专项 (21DZ2290200)

作者简介: 李雯婷 (1984—), 女, 硕士, 主管药师, 研究方向为中药质量控制及外源性有害残留物检测。E-mail: liwenting-84@163.com

* 通信作者: 胡青 (1978—), 女, 博士, 主任药师, 研究方向为中药质量控制及外源性有害残留物检测

季申 (1963—), 女, 博士, 主任药师, 研究方向为中药质量控制及外源性有害残留物检测。E-mail: Jishen2013@163.com

(德国 Eppendorf 公司); Vortex Mixer 涡旋仪 (美国 Thermo Fisher Scientific 公司); KS 260 basic 振荡器 (德国 IKA 公司); MULTIVAP 113 氮吹仪 (美国 Organomation 公司); MSU225P-CE 电子天平 (德国 Sartorius 公司); Seven Easy pH 计 (瑞士 Mettler Toledo 公司)。

1.2 试剂与药物 甲醇、乙腈 (色谱纯, 美国 J. T. Baker 公司); 甲酸 (质谱纯, 美国 Thermo Fisher Scientific 公司); 甲酸铵 (质谱纯, 美国 Sigma-Aldrich 公司); 冰醋酸、无水硫酸镁 (分析纯, 国药集团化学试剂有限公司); 提取盐包组成为无水硫酸镁 (6 g) -氯化钠 (1.5 g)、无水硫酸镁 (6 g) -醋酸钠 (1.5 g)、无水硫酸镁 (4 g) -氯化钠 (1 g) -枸橼酸三钠二水合物 (1 g) -枸橼酸氢二钠倍半水合物 (0.5 g)、无水硫酸镁 (6 g) -甲酸铵 (1.5 g); 净化材料组成为十八烷基硅烷键合硅胶 (C₁₈)、硅胶 (Silica)、N-丙基乙二胺 (PSA)、石墨化碳黑 (GCB)、聚苯乙烯二乙烯聚合物 (PLS) (北京迪科马科技有限公司)。

89 种植物生长调节剂对照品及内标气代莠去津分别购自德国 Dr. Ehrenstorfer GmbH 公司、上海源叶生物科技有限公司、天津阿尔塔科技有限公司、美国 Chemservice 公司、上海安谱实验科技有限公司、加拿大 Toronto Research Chemicals 公司、美国 Fluka 公司、东京化成工业株式会社 (日本)、

日本林纯药工业株式会社、美国 Alfa Aesar 公司、北京振翔科技有限公司及美国 AccuStandard 公司, 用乙腈配置成质量浓度为 1 mg/mL 的溶液, 置于 -18 °C 冰箱中保存。

1.3 样品 共收集板蓝根 (51 批)、桔梗 (157 批)、大青叶 (42 批) 及金银花 (98 批) 药材及饮片 348 批次, 涵盖流通领域、药材市场及主产区基地。所有样本经上海市药品检验研究院杨新华主管药师鉴定, 基原准确。

2 方法与结果

2.1 分析条件

2.1.1 色谱 Agilent Poroshell 120 EC-C₁₈ 色谱柱 (3.0 mm×150 mm, 2.7 μm); 流动相水 (A) -甲醇 (B), 均含 0.05% 甲酸及 10 mmol/L 甲酸铵, 梯度洗脱 (0~1 min, 95% A; 1~4 min, 95%~40% A; 4~8 min, 40%~36% A; 8~8.5 min, 36%~32% A; 8.5~9 min, 32%~25% A; 9~16 min, 25%~5% A; 16~20 min, 5% A); 体积流量 0.4 mL/min; 柱温 35 °C; 进样量 2 μL。

2.1.2 质谱 电喷雾离子源 (ESI); 正负离子扫描; 多反应监测模式 (MRM); 电喷雾电压 5 500、-4 500 V; 离子源温度 500 °C; 气帘气压力 40 psi (1 psi=6.895 kPa); 雾化气压力 50 psi; 辅助加热气压力 55 psi; 碰撞气压力 8 psi。质谱参数见表 1, 总离子流图见图 1。

表 1 89 种植物生长调节剂的质谱参数及 2025 年版《中国药典》品种收录情况

| 编号 | 名称 | 扫描模式 | 保留时间/ | 母离子 <i>m/z</i> | 定量离子/定性 | 碰撞能量/eV | 去簇电压/V | 药典收录情况 |
|----|------------|------|------------|----------------|---------------|---------|--------|--------|
| | | | min | | 离子 <i>m/z</i> | | | |
| 1 | 环丙嘧啶醇 | + | 8.4 | 257.2 | 135.0/81.1 | 30/29 | 140 | ND |
| 2 | 莠去津 | + | 10.0 | 216.3 | 173.9/146.0 | 25/31 | 48 | M1 |
| 3 | 苯并咪唑 | + | 4.9 | 118.7 | 92.0/65.1 | 33/40 | 141 | M2 |
| 4 | 芸苔素内酯 | + | 14.1 | 481.3 | 445.4/315.0 | 17/21 | 158 | M1 |
| 5 | 香芹酮 | + | 11.1 | 151.1 | 109.0/123.1 | 17/16 | 43 | ND |
| 6 | 异噁草松 | + | 11.2 | 240.2 | 125.0/99.0 | 27/68 | 80 | ND |
| 7 | 24-表芸苔素内酯 | + | 14.1 | 481.3 | 427.0/444.9 | 23/23 | 90 | M1 |
| 8 | 丙酰芸苔素内酯 | + | 19.3 | 589.4 | 459.4/441.4 | 17/19 | 100 | M1 |
| 9 | 28-表高芸苔素内酯 | + | 15.0 | 495.5 | 361.0/459.5 | 17/9 | 100 | M1 |
| 10 | 仲丁灵 | + | 17.3 | 296.0 | 240.1/222.0 | 20/30 | 57 | M1 |
| 11 | 矮壮素 | + | 1.8 | 122.3 | 58.2/62.8 | 42/29 | 40 | M1, M2 |
| 12 | 坐果胺 | + | 8.5 | 200.0 | 154.9/127.0 | 18/27 | 30 | M1 |
| 13 | 氯苯胺灵 | + | 12.4 | 214.0 | 171.9/154.2 | 12/22 | 60 | M1 |
| 14 | 2,4-滴乙酯 | + | 12.3, 13.2 | 249.0 | 175.0/177.0 | 19/19 | 85 | ND |
| 15 | 增产胺 | + | 7.7 | 262.1 | 100.1/57.9 | 24/25 | 30 | M1 |
| 16 | 双氰胺 | + | 1.9 | 85.0 | 67.9/42.9 | 31/24 | 94 | M2 |
| 17 | 胺鲜酯 | + | 6.9 | 216.0 | 143.1/100.2 | 26/26 | 60 | M1 |
| 18 | 调吡酸 | + | 7.2 | 275.2 | 159.0/114.9 | 17/28 | 53 | M1 |
| 19 | 烯唑醇 | + | 14.8 | 326.1 | 159.0/70.0 | 42/53 | 120 | ND |
| 20 | 麦草畏甲酯 | + | 12.2 | 235.1 | 202.9/188.1 | 16/35 | 27 | ND |
| 21 | 1,3-二苯基脲 | + | 9.8 | 213.2 | 94.0/76.9 | 34/66 | 90 | M1 |

续表 1

| 编号 | 名称 | 扫描模式 | 保留时间/ min | 母离子 m/z | 定量离子/定性 离子 m/z | 碰撞能量/eV | 去簇电压/V | 药典收录情况 |
|----|--------------|------|--------------|-----------|---------------------|---------|--------|--------|
| 22 | 吡啶酯 | + | 11.3 | 239.1 | 164.9/193.1 | 23/19 | 39 | M1 |
| 23 | 氟节胺 | + | 17.0 | 422.1 | 143.0/107.0 | 19/100 | 23 | M1 |
| 24 | 咪唑醇 | + | 12.2 | 313.1 | 270.1/269.1 | 34/47 | 160 | M1 |
| 25 | 糠氨基嘌呤 | + | 6.7 | 216.0 | 80.7/147.9 | 34/19 | 76 | M1 |
| 26 | 氟铃脲 | + | 15.0 | 461.2 | 157.9/141.1 | 22/63 | 180 | ND |
| 27 | 抗倒胺 | + | 11.7 | 339.2 | 321.2/79.9 | 23/36 | 25 | M1 |
| 28 | 3-吡啶乙酸 | + | 7.2 | 176.2 | 130.3/103.2 | 20/46 | 60 | M1 |
| 29 | 3-吡啶丁酸 | + | 8.7 | 204.1 | 186.2/144.2 | 15/30 | 58 | M1 |
| 30 | 3-吡啶丙酸 | + | 7.9 | 190.1 | 130.0/172.1 | 28/16 | 68 | M1 |
| 31 | 稻瘟灵 | + | 12.1 | 290.9 | 188.9/231.0 | 30/15 | 70 | ND |
| 32 | 茉莉酮 | + | 14.7 | 255.2 | 195.2/177.0 | 15/16 | 40 | M1 |
| 33 | 甲哌鎓 | + | 2.0 | 114.1 | 98.1/58.2 | 35/32 | 93 | M1, M2 |
| 34 | 茉莉酸甲酯 | + | 11.6 | 225.0 | 151.1/147.2 | 17/19 | 56 | M1 |
| 35 | 烯腺嘌呤 | + | 7.6 | 204.0 | 136.0/148.1 | 24/20 | 28 | M1 |
| 36 | 萘乙酸乙酯 | + | 13.0 | 215.2 | 141.0/169.1 | 18/10 | 97 | M1 |
| 37 | 萘乙酸甲酯 | + | 11.9 | 201.1 | 141.0/115.1 | 17/60 | 33 | M1 |
| 38 | 萘乙酰胺 | + | 7.9 | 186.1 | 140.8/115.0 | 26/53 | 94 | M1 |
| 39 | 乙氧氟草醚 | + | 15.7 | 362.0 | 316.0/237.0 | 20/34 | 140 | ND |
| 40 | 多效唑 | + | 12.1 | 294.2 | 70.1/125.0 | 52/52 | 54 | M1 |
| 41 | 吡草醚 | + | 13.8 | 413.0 | 339.0/289.0 | 28/40 | 160 | ND |
| 42 | 调环酸 | + | 7.5 | 213.1 | 157.0/139.1 | 13/14 | 46 | M1 |
| 43 | 嘧啶呋草醚 | + | 15.7 | 610.2 | 412.9/180.2 | 16/50 | 115 | ND |
| 44 | 环酯草醚 | + | 11.2 | 318.9 | 139.1/179.2 | 36/41 | 100 | ND |
| 45 | 吡啶醇 | + | 2.1 | 137.9 | 120.1/92.0 | 21/31 | 41 | M1, M2 |
| 46 | 抑食肼 | + | 9.2 | 297.0 | 241.0/105.0 | 8/25 | 80 | ND |
| 47 | 西玛津 | + | 8.4 | 202.0 | 124.0/104.1 | 25/34 | 113 | ND |
| 48 | 反式玉米素(羟烯腺嘌呤) | + | 5.7 | 220.1 | 136.0/147.9 | 25/21 | 30 | M1, M2 |
| 49 | 戊唑醇 | + | 13.9 | 308.2 | 69.9/124.7 | 56/43 | 43 | ND |
| 50 | 噻菌灵 | + | 6.6 | 202.2 | 175.1/131.1 | 34/44 | 128 | ND |
| 51 | 抑芽唑 | + | 13.5 | 264.2 | 69.7/109.0 | 30/29 | 85 | M1 |
| 52 | 三唑酮 | + | 12.3 | 294.1 | 197.2/225.0 | 22/17 | 66 | ND |
| 53 | 脱叶磷 | + | 18.0 | 315.1 | 169.0/225.1 | 21/16 | 120 | M1 |
| 54 | 抗倒酯 | + | 10.6 | 253.2 | 207.1/69.0 | 17/25 | 45 | M1 |
| 55 | 烯效唑 | + | 13.3 | 292.0 | 69.9/124.8 | 37/39 | 8 | M1 |
| 56 | 脱落酸 | - | 7.8 | 262.8 | 153.1/204.1 | 16/24 | 11 | M1 |
| 57 | 灭草松 | - | 7.4 | 239.0 | 197.1/131.7 | 28/36 | 32 | ND |
| 58 | 6-苄氨基嘌呤 | - | 7.6 | 224.2 | 133.0/106.0 | 31/46 | 77 | M1 |
| 59 | 4-溴苯氧乙酸 | - | 8.2 | 228.9 | 170.9/172.9 | 19/19 | 10 | M1 |
| 60 | 4-氯苯氧乙酸 | - | 7.8 | 184.9 | 126.7/110.7 | 18/19 | 18 | M1 |
| 61 | 苯吡嗪钾 | - | 8.0 | 277.0 | 178.3/232.8 | 19/11 | 26 | ND |
| 62 | 调果酸 | - | 9.0 | 199.0 | 126.8/70.9 | 20/15 | 20 | M1 |
| 63 | 坐果酸 | - | 7.0 | 215.3 | 156.8/126.9 | 18/37 | 40 | M1 |
| 64 | 氯氧环丙酸 | - | 12.2 | 271.9 | 159.9/227.8 | 25/16 | 38 | M1 |
| 65 | 2,4-二氯苯氧乙酸 | - | 9.2 | 218.9 | 161.0/125.1 | 20/37 | 5 | M1 |
| 66 | 2,4-滴丙酸 | - | 11.1 | 232.9 | 161.0/124.8 | 17/40 | 6 | M1 |
| 67 | 地乐酚 | - | 13.5 | 239.0 | 193.0/162.9 | 34/43 | 54 | M1 |
| 68 | 4-氟苯氧乙酸 | - | 6.9 | 169.1 | 110.9/124.9 | 21/14 | 20 | M1 |
| 69 | 氯吡脲 | - | 10.2 | 245.9 | 126.6/90.9 | 11/37 | 40 | M1 |
| 70 | 赤霉酸 | - | 6.6 | 344.8 | 239.0/143.0 | 20/35 | 15 | M1 |
| 71 | 赤霉素 7 | - | 10.8 | 328.8 | 223.0/254.9 | 25/29 | 11 | M1 |
| 72 | 14-羟基芸苔素甾醇 | - | 7.5 | 527.0 | 481.1/347.0 | 25/39 | 100 | M1 |
| 73 | 4-碘苯氧乙酸 | - | 8.8 | 276.7 | 218.9/126.8 | 20/40 | 18 | M1 |
| 74 | 伏草胺 | - | 8.0 | 308.9 | 175.2/132.8 | 34/35 | 88 | ND |
| 75 | 5-硝基邻甲氧基苯酚钠 | - | 7.2 | 167.9 | 153.0/122.8 | 18/26 | 45 | M1 |

续表 1

| 编号 | 名称 | 扫描模式 | 保留时间/ min | 母离子 m/z | 定量离子/定性 离子 m/z | 碰撞能量/eV | 去簇电压/V | 药典收录情况 |
|----|--------------|------|--------------|-------------|---------------------|---------|--------|--------|
| 76 | 萘乙酸 | - | 9.5 | 231.0/185.0 | 141.0/141.0 | 23/10 | 94 | M1 |
| 77 | 2-萘氧乙酸 | - | 8.7 | 201.0 | 143.2/157.0 | 21/14 | 54 | M1 |
| 78 | 邻硝基苯酚钠 | - | 7.1 | 137.9 | 108.1/91.1 | 21/26 | 45 | ND |
| 79 | 对硝基苯酚钠 | - | 7.3 | 137.9 | 107.8/91.7 | 23/30 | 80 | M1 |
| 80 | 噻苯隆 | - | 8.3 | 218.9 | 99.9/70.7 | 16/45 | 50 | M1 |
| 81 | 2,4,5-三氯苯氧乙酸 | - | 11.0 | 252.9 | 194.7/158.6 | 17/38 | 28 | M1 |
| 82 | 2,3,5-三碘苯甲酸 | - | 11.0 | 498.8 | 454.5/126.9 | 13/26 | 32 | M1 |
| 83 | 丁酰肼 | + | 3.5 | 160.9 | 143.0/114.9 | 16/23 | 40 | M2 |
| 84 | 调节膦 | - | 1.8 | 151.9 | 108.9/62.8 | 11/27 | 26 | M2 |
| 85 | 抑芽丹 | + | 2.1 | 112.7 | 67.0/53.1 | 27/30 | 94 | M2 |
| 86 | 乙烯利 | + | 2.0 | 144.8 | 81.0/109.0 | 30/18 | 40 | M3 |
| 87 | 乙醇胺 | + | 1.6 | 62.1 | 44.0/29.1 | 13/40 | 10 | ND |
| 88 | 环己酰亚胺 | + | 18.1 | 282.4 | 247.1/149.1 | 14/22 | 102 | ND |
| 89 | 氯化胆碱 | + | 1.6 | 103.9 | 60.0/44.9 | 23/29 | 70 | ND |
| 内标 | 氘代莠去津 | + | 9.9 | 221.0 | 178.8/101.1 | 35/35 | 100 | - |

注：M1~M3 分别为 2025 年版《中国药典》四部通则 2342 植物生长调节剂测定法第一法、第二法及第三法收录品种，ND 为 2025 年版《中国药典》未收录品种。83~86 号化合物因强极性在反相色谱中保留不足，87~89 号化合物因源内裂解及基质干扰致假阳性，未纳入本方法检测范围。

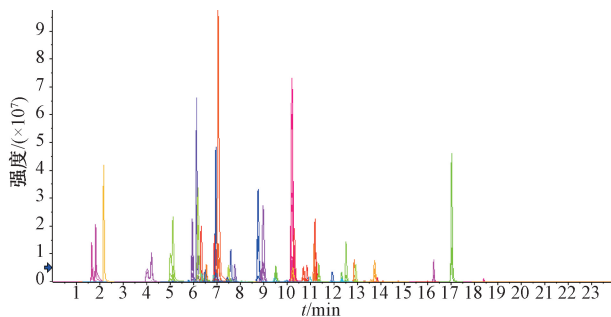


图 1 82 种植物生长调节剂混合对照品溶液总 MRM 质谱图 (100 $\mu\text{g/L}$)

2.2 溶液制备

2.2.1 内标溶液 精密称取氘代莠去津对照品适量，加乙腈溶解并稀释制成 1 mg/mL 的内标储备液。临用前，用乙腈稀释成 6 $\mu\text{g/mL}$ 的内标工作液。

2.2.2 对照品溶液 精密称取各植物生长调节剂对照品适量，加乙腈溶解并分别制成 1 mg/mL 的单标储备液，再配制成浓度分别为 100、1 000 $\mu\text{g/L}$ 的混合对照品中间液，即得。

2.2.3 供试品溶液 取供试品粉末（过三号筛）约 3 g，精密称定，置于 50 mL 聚苯乙烯具塞离心管中，加水 10 mL，涡旋使药粉充分浸润，放置 30 min，精密加入乙腈 15 mL 与内标溶液 100 μL ，涡旋使混匀，置振荡器上剧烈振荡 5 min，加入无水硫酸镁、氯化钠、枸橼酸钠和枸橼酸氢二钠的混合粉末（4 : 1 : 1 : 0.5）6.5 g，立即摇散，再剧烈振荡 3 min，于冰浴中冷却 10 min，4 000 r/min 离心 5 min。取上清液 9 mL，置于已预先装有净化

材料的分散固相萃取净化管（无水硫酸镁 900 mg、 C_{18} 450 mg、Silica 100 mg 和 GCB 45 mg）中，涡旋使充分混匀，再剧烈震荡 5 min 使净化完全，4 000 r/min 离心 5 min。精密吸取上清液 5 mL，置氮吹仪上于 40 $^{\circ}\text{C}$ 水浴浓缩至约 0.4 mL，加乙腈稀释至 1 mL，涡旋混匀，用 0.22 μm 微孔滤膜过滤，取续滤液，即得。

2.2.4 基质匹配标准曲线工作溶液 取空白基质样品，按“2.2.3”方法处理至“浓缩至约 0.4 mL”。精密加入混合对照品中间液及内标工作液，用乙腈定容至 1 mL，制得 5、10、20、50、100、200、400 $\mu\text{g/L}$ 的系列基质匹配标准曲线工作溶液。

2.3 方法学验证

2.3.1 基质效应 通过比较基质匹配与溶剂标准曲线斜率评价基质效应 (Me)。结果表明，在板蓝根、桔梗、大青叶及金银花 4 种基质中，分别有 58%、14%、54% 及 63% 的植物生长调节剂存在明显的基质抑制效应 ($\text{Me} < -20\%$)；4%、5%、8% 及 9% 的植物生长调节剂存在明显的基质增强效应 ($\text{Me} > -20\%$)，故采用基质匹配标准曲线进行定量。

2.3.2 线性关系与定量限 取空白基质样品，按“2.2.4”项下方法制备系列基质匹配标准曲线工作溶液后进样分析。以目标物与内标的浓度比为横坐标 (X)，峰面积比为纵坐标 (Y)，采用权重 (1/X) 进行线性回归。结果表明，82 种植物生长调节剂在 5~400 $\mu\text{g/L}$ 范围内线性关系良好，相关

系数 (r) 均大于 0.99。以信噪比 (S/N) ≥ 10 对应的浓度计算定量限 (LOQ), 82 种植物生长调节剂的 LOQ 在 5~400 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 之间, 绝大多数化合物 LOQ 均不高于 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 方法灵敏度高, 见表 2。

表 2 4 种药材中 82 种植物生长调节剂的定量限和平均回收率 ($n=6$, 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 水平)

| 编号 | 名称 | 定量限/ $(\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1})$ | | | | 平均回收率(RSD)/% | | | |
|----|--------------|---|-----|-----|-----|--------------|------------|------------|-------------|
| | | 板蓝根 | 桔梗 | 大青叶 | 金银花 | 板蓝根 | 桔梗 | 大青叶 | 金银花 |
| 1 | 环丙嘧啶醇 | 5 | 5 | 5 | 5 | 107.1(4.4) | 97.4(3.3) | 97.3(1.6) | 97.3(4.4) |
| 2 | 莠去津 | 5 | 5 | 5 | 5 | 104.2(1.5) | 106.2(0.9) | 100.8(1.4) | 99.4(3.4) |
| 3 | 苯并咪唑 | 5 | 5 | 10 | 5 | 57.0(1.4) | 52.2(0.7) | 45.1(1.5) | 43.0(3.1) |
| 4 | 芸苔素内酯 | 20 | 20 | 20 | 20 | 88.9(2.5) | 94.2(2.3) | 89.3(6.0) | 86.7(4.6) |
| 5 | 香芹酮 | 50 | 50 | 50 | 50 | 106.9(4.3) | 97.1(3.4) | 99.7(3.0) | 86.6(5.6) |
| 6 | 异噁草松 | 5 | 5 | 5 | 5 | 101.8(3.0) | 108.2(1.2) | 101.9(1.3) | 104.6(3.4) |
| 7 | 24-表芸苔素内酯 | 5 | 5 | 5 | 5 | 80.0(4.6) | 81.8(7.4) | 84.7(5.7) | 81.8(7.4) |
| 8 | 丙酰芸苔素内酯 | 20 | 10 | 50 | 10 | 76.9(7.3) | 80.1(4.3) | 78.6(7.4) | 80.1(4.3) |
| 9 | 28-表高芸苔素内酯 | 5 | 5 | 5 | 5 | 74.5(3.3) | 82.4(5.3) | 79.1(7.1) | 82.4(5.3) |
| 10 | 仲丁灵 | 5 | 5 | 5 | 5 | 105.3(3.4) | 102.0(4.1) | 100.5(3.5) | 97.6(7.2) |
| 11 | 矮壮素 | 10 | 5 | 5 | 5 | 38.0(3.7) | 33.8(4.3) | 32.4(1.7) | 44.3(4.4) |
| 12 | 坐果胺 | 5 | 5 | 5 | 5 | 104.0(2.8) | 105.5(2.1) | 100.0(2.7) | 95.7(1.7) |
| 13 | 氯苯胺灵 | 50 | 50 | 100 | 50 | 103.6(7.7) | 106.3(1.3) | 103.0(3.3) | 94.3(3.8) |
| 14 | 2,4-滴乙酯 | 100 | 100 | 100 | 100 | 109.1(4.5) | 105.4(3.8) | 83.5(10.0) | 123.7(15.4) |
| 15 | 增产胺 | 5 | 5 | 5 | 5 | 87.7(2.8) | 70.3(3.4) | 74.7(3.1) | 76.5(4.9) |
| 16 | 双氰胺 | 100 | 100 | 100 | 100 | 35.6(11.0) | 33.8(8.8) | 35.8(4.6) | 35.1(9.1) |
| 17 | 胺鲜酯 | 5 | 5 | 5 | 5 | 78.3(7.0) | 83.6(4.5) | 78.9(8.4) | 81.6(9.2) |
| 18 | 调吡酸 | 50 | 20 | 50 | 50 | 91.6(4.7) | 89.8(1.8) | 92.8(4.8) | 88.2(4.8) |
| 19 | 烯啶醇 | 5 | 5 | 5 | 5 | 102.3(1.5) | 96.1(2.4) | 95.7(2.5) | 96.1(4.6) |
| 20 | 麦草畏甲酯 | 50 | 50 | 50 | 50 | 97.9(4.9) | 106.4(1.4) | 103.0(1.6) | 99.4(4.1) |
| 21 | 1,3-二苯基脲 | 5 | 5 | 5 | 5 | 109.1(2.9) | 108.6(1.4) | 103.3(2.0) | 103.2(2.3) |
| 22 | 吡啶酯 | 5 | 5 | 5 | 5 | 106.3(2.7) | 108.0(1.6) | 100.4(1.3) | 97.4(4.0) |
| 23 | 氟节胺 | 5 | 5 | 5 | 5 | 104.9(3.4) | 107.6(3.4) | 102.5(1.4) | 102.2(3.5) |
| 24 | 吡啶醇 | 5 | 5 | 5 | 5 | 96.1(2.3) | 103.1(3.0) | 102.3(1.1) | 96.9(4.4) |
| 25 | 糠氨基嘌呤 | 5 | 5 | 5 | 5 | 64.8(2.8) | 78.4(1.4) | 64.7(2.4) | 61.1(2.1) |
| 26 | 氟铃脲 | 5 | 5 | 5 | 5 | 96.2(10.1) | 114.1(6.1) | 99.1(3.4) | 92.2(10.9) |
| 27 | 抗倒胺 | 5 | 5 | 5 | 5 | 90.2(3.1) | 98.5(2.9) | 93.0(1.0) | 91.4(3.1) |
| 28 | 3-吡啶乙酸 | 50 | 5 | 50 | 5 | 110.2(4.4) | 101.3(3.5) | 111.0(7.0) | 91.1(7.4) |
| 29 | 3-吡啶丁酸 | 5 | 5 | 5 | 5 | 105.9(2.7) | 101.6(2.5) | 99.9(2.7) | 96.6(4.2) |
| 30 | 3-吡啶丙酸 | 5 | 5 | 5 | 20 | 107.1(4.6) | 106.8(2.1) | 98.7(2.8) | 97.2(4.1) |
| 31 | 稻瘟灵 | 5 | 5 | 5 | 5 | 102.3(3.2) | 116.3(1.2) | 108.8(2.3) | 105.0(4.0) |
| 32 | 茉莉酮 | 50 | 5 | 50 | 5 | 106.5(2.5) | 103.1(2.1) | 100.3(0.6) | 98.8(4.6) |
| 33 | 甲哌鎓 | 5 | 5 | 5 | 5 | 29.0(2.5) | 18.3(3.0) | 23.6(3.6) | 27.0(1.6) |
| 34 | 茉莉酸甲酯 | 5 | 5 | 5 | 5 | 104.7(3.6) | 104.8(2.2) | 113.7(2.1) | 101.9(4.1) |
| 35 | 烯腺嘌呤 | 5 | 5 | 5 | 5 | 65.7(1.1) | 68.8(1.2) | 64.0(3.0) | 67.2(2.5) |
| 36 | 萘乙酸乙酯 | 50 | 50 | 50 | 50 | 101.9(2.8) | 105.5(4.6) | 100.4(4.4) | 105.2(4.8) |
| 37 | 萘乙酸甲酯 | 50 | 50 | 50 | 10 | 97.0(4.0) | 107.7(5.6) | 102.8(6.9) | 98.8(5.3) |
| 38 | 萘乙酰胺 | 5 | 5 | 5 | 5 | 100.2(2.0) | 104.2(1.6) | 92.6(4.8) | 98.8(5.0) |
| 39 | 乙氧氟草醚 | 5 | 5 | 5 | 5 | 102.2(1.2) | 109.2(1.6) | 103.1(2.4) | 99.7(3.4) |
| 40 | 多效唑 | 5 | 5 | 5 | 5 | 95.0(1.8) | 103.4(1.9) | 104.1(2.7) | 95.7(4.4) |
| 41 | 吡草醚 | 5 | 5 | 5 | 5 | 108.8(1.9) | 110.6(1.1) | 105.2(2.7) | 102.5(4.3) |
| 42 | 调环酸 | 50 | 50 | 50 | 50 | 90.7(4.0) | 80.4(4.5) | 86.1(3.2) | 90.9(5.4) |
| 43 | 嘧啶肟草醚 | 50 | 50 | 50 | 50 | 68.4(1.7) | 95.2(1.3) | 96.3(2.9) | 68.4(3.8) |
| 44 | 环酯草醚 | 5 | 5 | 5 | 5 | 104.1(3.7) | 104.2(3.1) | 103.8(1.5) | 100.8(3.3) |
| 45 | 吡啶醇 | 5 | 5 | 5 | 50 | 32.6(4.7) | 26.3(3.3) | 37.2(3.0) | 27.0(5.5) |
| 46 | 抑食肼 | 50 | 50 | 50 | 50 | 106.6(1.8) | 111.6(1.5) | 106.3(6.2) | 105.3(1.9) |
| 47 | 西玛津 | 5 | 5 | 5 | 5 | 96.8(2.7) | 106.6(2.2) | 101.8(2.0) | 92.6(6.0) |
| 48 | 反式玉米素(烯烯腺嘌呤) | 5 | 5 | 5 | 5 | 31.3(2.3) | 27.1(1.8) | 26.9(3.7) | 27.7(2.6) |
| 49 | 戊唑醇 | 5 | 5 | 5 | 5 | 101.4(2.1) | 102.1(2.6) | 96.2(1.0) | 94.4(4.3) |
| 50 | 噻菌灵 | 5 | 5 | 5 | 5 | 67.4(3.0) | 75.2(1.4) | 73.4(2.3) | 66.5(3.7) |
| 51 | 抑芽唑 | 5 | 5 | 5 | 5 | 101.2(2.0) | 100.5(1.6) | 98.2(1.9) | 96.9(3.5) |

续表 2

| 编号 | 名称 | 定量限/($\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$) | | | | 平均回收率(RSD)/% | | | |
|----|--------------|--|-----|-----|-----|--------------|------------|-------------|------------|
| | | 板蓝根 | 桔梗 | 大青叶 | 金银花 | 板蓝根 | 桔梗 | 大青叶 | 金银花 |
| 52 | 三唑酮 | 5 | 5 | 5 | 5 | 104.3(1.3) | 107.9(1.4) | 106.6(1.5) | 101.8(5.8) |
| 53 | 脱叶磷 | 5 | 5 | 5 | 5 | 95.6(2.4) | 106.9(1.5) | 100.4(3.1) | 92.4(8.1) |
| 54 | 抗倒酯 | 5 | 5 | 5 | 10 | 103.9(1.8) | 99.9(0.9) | 98.8(1.8) | 98.4(3.2) |
| 55 | 烯效唑 | 5 | 5 | 5 | 5 | 99.0(1.5) | 100.5(2.4) | 98.0(2.5) | 101.9(2.8) |
| 56 | 脱落酸 | 5 | 5 | 5 | 5 | 116.7(9.3) | 105.7(6.6) | 105.3(8.2) | 98.7(7.5) |
| 57 | 灭草松 | 5 | 5 | 5 | 5 | 105.7(4.9) | 109.3(4.3) | 103.2(3.8) | 99.2(2.9) |
| 58 | 6-苄氨基嘌呤 | 5 | 5 | 5 | 5 | 63.1(4.3) | 64.8(3.9) | 67.2(3.4) | 65.4(5.0) |
| 59 | 4-溴苯氧乙酸 | 10 | 5 | 10 | 5 | 93.3(3.0) | 94.7(1.6) | 87.4(5.3) | 89.5(4.1) |
| 60 | 4-氯苯氧乙酸 | 5 | 5 | 5 | 5 | 88.8(5.2) | 94.8(2.0) | 92.3(5.0) | 89.6(5.9) |
| 61 | 苯哒嗪钾 | 50 | 50 | 50 | 50 | 88.1(16.9) | 88.0(7.2) | 80.9(14.1) | 86.1(7.3) |
| 62 | 调果酸 | 50 | 10 | 10 | 50 | 94.9(4.3) | 99.7(2.8) | 93.9(3.5) | 92.2(2.8) |
| 63 | 坐果酸 | 5 | 5 | 5 | 5 | 76.5(6.0) | 72.1(2.0) | 75.3(6.3) | 76.1(6.8) |
| 64 | 氯氨环丙酸 | 5 | 5 | 5 | 5 | 84.9(5.8) | 99.1(2.6) | 89.0(11.6) | 85.6(9.1) |
| 65 | 2,4-二氯苯氧乙酸 | 5 | 5 | 5 | 5 | 90.6(2.9) | 94.1(2.5) | 101.7(2.0) | 92.5(6.8) |
| 66 | 2,4-滴丙酸 | 5 | 5 | 5 | 5 | 97.2(3.9) | 99.6(2.3) | 94.4(2.4) | 98.4(4.3) |
| 67 | 地乐酚 | 5 | 5 | 5 | 5 | 92.6(6.9) | 107.2(3.3) | 106.1(3.9) | 86.4(10.1) |
| 68 | 4-氟苯氧乙酸 | 5 | 5 | 5 | 5 | 94.6(4.7) | 96.3(3.4) | 89.9(9.2) | 93.0(3.5) |
| 69 | 氯吡脞 | 5 | 5 | 5 | 5 | 81.8(3.7) | 107.6(3.8) | 93.6(5.6) | 95.8(5.5) |
| 70 | 赤霉酸 | 5 | 5 | 50 | 5 | 99.0(3.0) | 92.0(4.9) | 99.9(9.2) | 85.9(5.5) |
| 71 | 赤霉素 7 | 5 | 5 | 5 | 5 | 105.8(4.0) | 102.4(5.1) | 98.2(1.0) | 89.8(2.6) |
| 72 | 14-羟基芸苔素甾醇 | 200 | 200 | 200 | 200 | 76.7(3.8) | 80.6(6.4) | 78.1(6.8) | 79.6(9.1) |
| 73 | 4-碘苯氧乙酸 | 5 | 5 | 5 | 5 | 91.4(2.8) | 92.7(1.7) | 88.8(5.3) | 86.8(3.6) |
| 74 | 伏草胺 | 5 | 50 | 50 | 5 | 97.3(3.7) | 112.4(5.5) | 107.3(3.8) | 101.4(3.6) |
| 75 | 5-硝基邻甲氧基苯酚钠 | 50 | 50 | 50 | 50 | 90.3(6.1) | 104.9(1.9) | 92.2(13.2) | 100.1(7.7) |
| 76 | 萘乙酸 | 100 | 100 | 100 | 100 | 83.5(6.4) | 76.1(5.4) | 78.6(6.8) | 81.1(7.9) |
| 77 | 2-萘氧乙酸 | 5 | 5 | 5 | 5 | 92.9(2.7) | 91.9(2.8) | 88.1(4.0) | 93.0(5.2) |
| 78 | 邻硝基苯酚钠 | 400 | 400 | 400 | 400 | 100.5(10.2) | 98.3(9.5) | 108.6(13.0) | 95.6(7.8) |
| 79 | 对硝基苯酚钠 | 5 | 5 | 5 | 5 | 101.3(2.2) | 108.2(1.4) | 102.6(1.7) | 83.8(9.1) |
| 80 | 噻苯隆 | 5 | 5 | 5 | 5 | 80.9(1.1) | 107.4(2.9) | 95.2(4.1) | 96.2(3.6) |
| 81 | 2,4,5-三氯苯氧乙酸 | 5 | 5 | 5 | 5 | 94.6(4.7) | 96.6(4.6) | 89.0(5.9) | 89.2(4.8) |
| 82 | 2,3,5-三碘苯甲酸 | 50 | 50 | 50 | 50 | 69.8(3.0) | 80.1(5.3) | 84.8(9.2) | 76.0(6.9) |

注：14-羟基芸苔素甾醇为 200 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 水平的平均回收率，邻硝基苯酚钠为 400 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 水平的平均回收率。

2.3.3 准确度与重复性 取空白基质样品，分别添加 4 个水平（5、10、50、100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）的对照品溶液，每个水平平行 6 份，按“2.2”项下方法制备后进样分析。结果表明，76 种植物生长调节剂的平均回收率为 61.1%~123.7%，RSD 为 0.6%~16.9% ($n=6$)，符合残留分析要求，见表 2。苯并咪唑、矮壮素、双氰胺、甲哌鎓、吡啶醇、反式玉米素 6 种强极性化合物回收率偏低（23.6%~57.0%），这与其在反相色谱系统中的保留行为较弱及在 QuEChERS 前处理过程中损失较大有关，可采用回收率校准定量结果。

2.4 样品测定 对 348 批实际样品进行检测，结

果植物生长调节剂总检出率为 77.6%，共检出 10 种植物生长调节剂，存在多残留现象（19.0%的样本检出 2~3 种）。检出率较高的植物生长调节剂为对硝基苯酚钠（71.0%）、矮壮素（20.4%）及甲哌鎓（4.0%）。参考 GB2763-2021 标准中小麦的限量（对硝基苯酚钠 0.2 mg/kg ，矮壮素 5 mg/kg ，甲哌鎓 0.5 mg/kg ）进行初步风险评估，23.9%的样本对硝基苯酚钠存在超标风险。若参照欧盟（EU）2022/1290 号条例对枸杞中矮壮素的严格限量（0.01 mg/kg ），则有 18.4%的样本超标，提示需高度重视中药材中植物生长调节剂残留风险，结果见表 3。

表 3 4 种药材中植物生长调节剂残留检测结果

| 品名 | 样本数 | 检出批数 | 检出率/% | 检出品种数 | 残留量/($\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$) | | |
|-----|-----|------|-------|-------|--|-----------------|----------------|
| | | | | | 对硝基苯酚钠 | 矮壮素 | 甲哌鎓 |
| 板蓝根 | 51 | 19 | 37.3 | 4 | 0.010~0.077(14) | 0.013~0.340(5) | 0.047~0.177(2) |
| 桔梗 | 157 | 124 | 79.0 | 8 | 0.005~0.083(107) | 0.005~0.523(39) | 0.005~0.036(5) |
| 大青叶 | 42 | 39 | 92.9 | 4 | 0.024~1.411(39) | 0.018~0.135(6) | 0.043(1) |
| 金银花 | 98 | 88 | 89.8 | 7 | 0.053~0.853(87) | 0.026~0.130(21) | 0.026~0.096(6) |

3 讨论

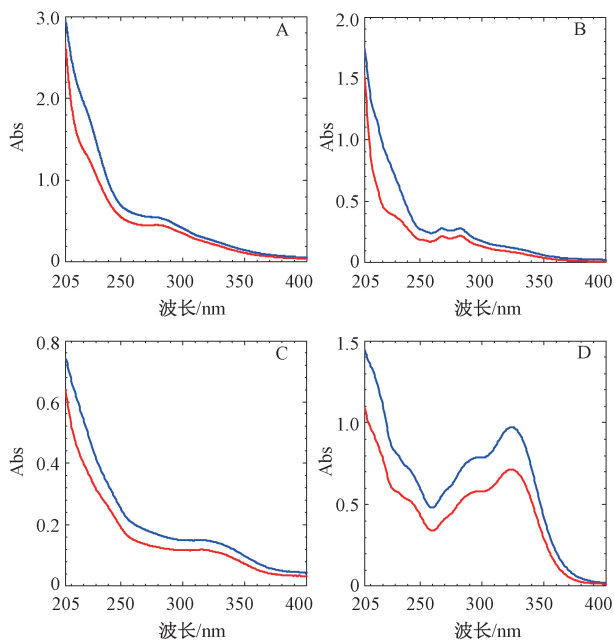
3.1 植物生长调节剂品种的选择 本研究采用风险导向策略构建目标化合物库。参考 GB 2763-2021^[10] 及国际监测动态, 优先筛选已设定限量或可能构成贸易壁垒的品种; 结合农药登记与实地调研, 重点关注药材栽培中使用频繁、残留风险较高的植物生长调节剂, 据此初步选择 89 种植物生长调节剂。经技术评估, 排除在反相色谱中保留弱、回收率低的强极性植物生长调节剂 (如丁酰肼、调节膦、抑芽丹、乙烯利), 以及存在源内裂解干扰 (氯化胆碱) 或易产生基质假阳性 (乙醇胺、环己酰亚胺) 的化合物, 最终确定 82 种植物生长调节剂为分析对象。与文献 [11-16] 方法比较, 本方法覆盖化合物数量提升约 2~3 倍, 显著增强了多残留同步检测能力。

3.2 前处理方法的研究

3.2.1 盐析剂的选择 盐析体系是影响 QuEChERS 法提取效率与基质效应的关键。本研究比较了氯化钠、醋酸钠、枸橼酸钠与甲酸铵 4 种体系。基于提取后水相 pH 测定结果, 枸橼酸钠 (pH 3.68) 和甲酸铵 (pH 3.51) 体系对多数目标物的回收率显著优于弱碱性/中性的氯化钠 (pH 8.23) 与醋酸钠 (pH 5.90) 体系。酸性条件有利于抑制酸性植物生长调节剂的电离, 增强其在乙腈相的分配, 并更有效地裂解植物细胞壁促进目标物的溶出。虽然甲酸铵体系 pH 更低, 但其提取液在紫外区背景干扰更强, 见图 2, 可能与色素类物质的过量提取有关。故综合提取效率、基质纯净度与方法普适性, 最终选择枸橼酸钠体系。

3.2.2 多维净化策略的构建与除杂效果评价 中药材基质复杂, 富含色素、有机酸和糖类等干扰物。本研究评估了 C₁₈、PSA、Silica、PLS 与 GCB 这 5 种常用吸附剂的净化效果与适用性。PSA 因含伯仲胺基团, 对 31 种酸性植物生长调节剂产生离子吸附导致回收率降低; PLS 则通过氨基基团的阳离子交换作用吸附 9 种碱性植物生长调节剂; GCB 对平面结构化合物吸附性强, 但低用量时影响可控; C₁₈ 与低用量 Silica 通用性良好。

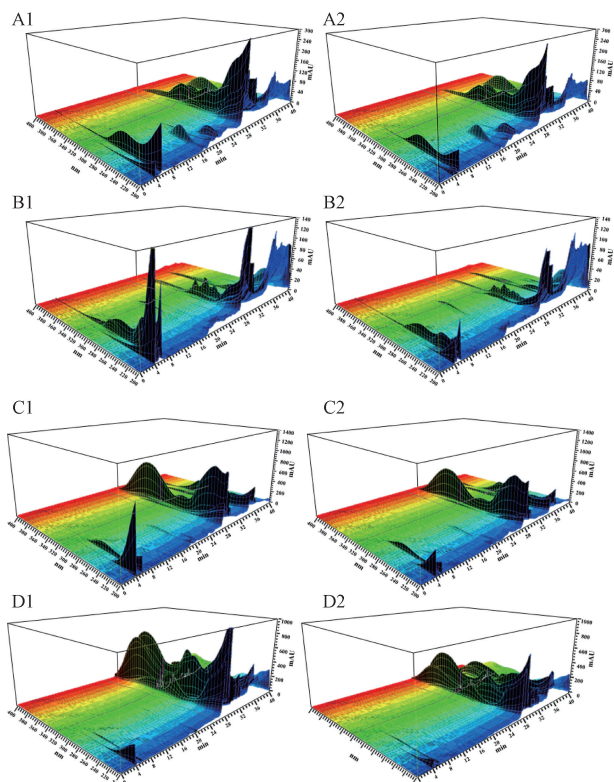
基于此, 提出“功能互补型多维净化”策略, 采用 C₁₈ 去除非极性脂类, Silica 吸附强极性杂质, 辅以微量 GCB 针对性去除叶绿素等色素。通过液相色谱-三维光谱对净化效果进行评价, 结果显示净化液较提取液在紫外区的响应显著降低, 见图 3。经峰面积定量, 4 种药材在 254 nm 波长处的除



注: A 为板蓝根, B 为桔梗, C 为大青叶, D 为金银花; 上图 为甲酸铵法, 下图为枸橼酸钠法。

图 2 不同盐析体系提取液的紫外吸收光谱比较

杂效率达到 27.5%~48.7%, 证明该净化方案能有效降低基质干扰, 保障后续 LC-MS/MS 分析的准确性与可靠性。



注: A~D 分别为板蓝根、桔梗、大青叶、金银花; 1 为提取液, 2 为净化液。

图 3 4 种药材提取液与净化液的 3D 光谱比较

3.3 在药典标准体系中的价值 本研究建立的高通量筛查方法, 结合针对强极性植物生长调节剂的第二法^[20]与针对理化特殊的乙烯利的第三法^[21], 共同构成了2025年版《中国药典》四部通则2342的植物生长调节剂分级检测体系^[19]。本研究作为该体系的第一法及核心基础, 实现了从广谱快速筛查到靶向精准定量的全流程覆盖, 为药典标准的制定提供了关键的技术支撑和可扩展的方法学框架。

4 结论

本研究成功建立了基于改良 QuEChERS 前处理与 UPLC-MS/MS 技术, 同时测定板蓝根、桔梗、大青叶及金银花中 82 种植物生长调节剂残留的高通量分析方法, 该方法操作简便、净化效果好、灵敏度高、准确可靠, 已成功应用于 348 批实际样品的检测。为 2025 年版《中国药典》相关检测标准的制定提供了关键技术依据, 对保障中药材质量与安全与促进产业健康发展具有积极意义。

参考文献:

[1] 李玲, 肖浪涛, 谭伟明. 现代植物生长调节剂技术手册[M]. 北京: 化学工业出版社, 2018: 3.

[2] 赖灯妮, 张群, 尚雪波, 等. 植物生长调节剂在果蔬中的应用与安全性分析研究进展[J]. 食品工业科技, 2023, 44(11): 451-459.

[3] 魏赫, 王莹, 金红宇, 等. 植物生长调节剂研究进展及其在中药种植中使用和检测[J]. 中国药学杂志, 2016, 51(2): 81-85.

[4] 张丽霞, 牟燕, 杨美华, 等. 植物生长调节剂在中药材中的应用及安全性评价研究进展[J]. 中国中药杂志, 2020, 45(8): 1824-1832.

[5] 张腾腾, 钱心悦, 孙俊杰, 等. 植物生长调节剂对根及根茎类药材质量影响的研究进展[J]. 中国新药杂志, 2022, 31(8): 752-761.

[6] 李文静, 蔡晓洋, 邓红梅, 等. 基于药材内在品质及安全性探讨麦冬中多效唑残留限量标准[J]. 中成药, 2025, 47(11): 3864-3868.

[7] 杨钰颖, 苗水, 季申. 植物生长调节剂在中药中的应用及对其品质影响的研究进展[J]. 时珍国医国药, 2023, 34(3): 668-674.

[8] 许艳秋, 王广成, 高立明, 等. 麦冬种植中植物生长调节剂使用情况、残留现状及影响综述[J]. 农药学报, 2021, 23(6): 1073-1084.

[9] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 2020年版四部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2020: 242-275.

[10] 中华人民共和国国家标准. 食品安全国家标准食品中农药最大残留限量: GB 2763-2021[S]. 北京: 中国标准出版社, 2021.

[11] 李逢春, 杨元, 李海燕, 等. UPLC-MS/MS法同时测定四大怀药中19种植物生长调节剂的残留量[J]. 华西药学杂志, 2024, 39(5): 575-580.

[12] 刘志荣, 张明童, 马潇, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定党参和当归中23种植物生长调节剂的残留量[J]. 理化检验-化学分册, 2023, 59(11): 1303-1310.

[13] 吴萍萍, 林仁义, 黄丽英. 三相中空纤维液相微萃取-高效液相色谱法测定铁皮石斛和金线莲中3种植物生长调节剂[J]. 色谱, 2023, 41(8): 683-689.

[14] 彭韵洁, 陈丽娜, 杨明, 等. QuEChERS-UPLC-MS/MS测定人参中19种植物生长调节剂残留及膳食暴露评估[J]. 食品研究与开发, 2021, 42(24): 161-169.

[15] 褚悟男, 李翔, 韩玲玲, 等. UHPLC-MS/MS同时测定白芷中34种植物生长调节剂残留量[J]. 中国现代应用药学, 2023, 40(6): 783-791.

[16] 魏赫, 金红宇, 王莹, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定中药材中23种植物生长调节剂残留量[J]. 中草药, 2017, 48(8): 1653-1660.

[17] Sutcharitchan C, Miao S, Li W T, et al. High performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry method for residue determination of 39 plant growth regulators in root and rhizome Chinese herbs[J]. *Food Chem*, 2020, 322: 126766.

[18] 刘佳铭, 李雯婷, 陈铭, 等. 高效液相色谱-串联质谱法测定中药材麦冬中74种农药残留[J]. 分析试验室, 2020, 39(7): 826-833.

[19] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 2025年版四部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2025: 360-368.

[20] Hu Q, Lan L, Li W T, et al. Low-temperature cleanup followed by dispersive solid-phase extraction for determination of nine polar plant growth regulators in herbal matrices using liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. *Chromatographia*, 2023, 86(6): 483-495.

[21] 周逸凡, 陈艳芳, 张丽莎, 等. 中药材中乙烯利残留量检测方法的研究[J]. 分析测试学报, 2024, 43(11): 1829-1834.