

中药材 33 种禁用农残检测前处理方法的选择

黄慧君 刘英发 程晓敏 李岚 沈震亚[#]

(江中药业股份有限公司 江西南昌 330004)

摘要:目的:选用简易、高效的直接提取法联合固相萃取的前处理净化方法,建立气相色谱-质谱/质谱联用法(GC-MS/MS)和液相色谱-质谱/质谱联用法(LC-MS/MS)检测中药材中 33 种禁用农药残留量。方法:以陈皮、肿节风、炒莱菔子为代表,分别选用直接提取法和不同的固相萃取法进行样品基质净化处理,不同中药材选用不同的前处理方法。结果:33 种农药在 0.004~0.08 mg/kg 之间线性关系良好,相关系数 $R^2>0.99$,重复性 $RSD<10\%$,回收率在 60%~130% 以内。结论:三种中药材选用的三种不同前处理方法,具备简便、快速、灵敏的特点,三种中药材分别代表了不同种类的样品基质特性,为具备相似特性的中药材前处理方法选择提供了思路。

关键词:33 种禁用农残;气相色谱-质谱/质谱联用法;液相色谱-质谱/质谱联用法;固相萃取

中图分类号:R284.1

文献标识码:B

doi:10.13638/j.issn.1671-4040.2022.04.037

中国是中草药的发源地,使用中药的历史可追溯到几千年前,但是随着时代和环境的变迁,中药的生存环境、种植模式及加工等其他方面都有很大的不同,中药材作为中成药的原料药,它的质量与人类用药安全和生命安全息息相关,所以中药材质量检测尤为重要,其中中药材农药残留测定就是不可缺少的一项^[1]。中国是中药材用药大国,但是在中药材的品质管理方面依然有很多工作需要去落实,为了使中药材种植业实现产业升级,国家发布了《中国药典》(2020 版),明确规定了对植物类药材进行 33 种禁用农药残留量检测,方法采用《中国药典》(2020 版)四部通则 2341 下的第五法,其中规定了 33 种禁用农药需要用到液相色谱-质谱/质谱联用法(LC-MS/MS)和气相色谱-质谱/质谱联用法(GC-MS/MS)进行检测,因此需要我们选择合适的方法进行样品前处理。但中药材成分复杂多样,基质效应各不相同^[2],为了保证所选前处理方法的可行性及检验结果的准确性,不同的中药材需要适用不同的前处理方法进行检测。本实验旨在探究不同中药材适用的前处理方法及根据中药材性质选择相应前处理方法的可行性。现报道如下:

1 仪器与材料

1.1 仪器 气相色谱-串联三重四极杆质谱仪(日本岛津公司),高效液相色谱-串联三重四极杆质谱仪(AB SCIEX 公司),电子天平(SECURA 公司),旋转蒸

发仪(Lab Tech 公司),0.5~5 ml、0.1~1 ml、20~200 μ l、2~20 μ l 移液器(RAININ 公司),0.22 μ m 滤膜(NEWSTAR 公司),离心机(卢湘仪离心机仪器有限公司),振荡器(上海博迅医疗生物仪器股份有限公司)。

1.2 试剂 质谱纯乙腈(Merk 公司)、色谱纯乙腈(广东光华科技股份有限公司)、甲酸(山东西亚化学股份有限公司)、甲酸铵(Sigma-Aldrich 公司)、色谱纯甲苯(西陇科学股份有限公司)、色谱纯异丙醇(天津市大茂化学试剂厂)、水为超纯水、34 种混标(批号:S057535,来源:SHIMADZU 公司)、内标(批号:S058547,来源:SHIMADZU 公司)、30 种混标(批号:S057527,来源:阿尔塔科技公司)。

1.3 样品 陈皮(批号:2012802,来源:由江中药业股份有限公司提供)、肿节风(批号:2103802,来源:由江中药业股份有限公司提供)、炒莱菔子(批号:2103001,来源:由江中药业股份有限公司提供)。

2 方法

2.1 对照品溶液的制备

2.1.1 混合对照品溶液的制备 精密量取禁用农药混合对照品溶液(已标示各相关农药品种的浓度)0.1 ml,置于 10 ml 容量瓶中,用乙腈稀释至刻度,摇匀,即得。

2.1.2 气相色谱串联质谱法分析用内标溶液的制备 精密吸取磷酸三苯酯内标溶液 0.1 ml (100 μ g/ml),置于 100 ml 容量瓶中,用乙腈稀释至刻度,即得 0.1

[#] 通信作者:沈震亚, E-mail: 4780907@qq.com

μg/ml 的内标溶液。

2.1.3 空白基质溶液的制备 取空白基质样品,同供试品溶液的制备方法处理制成空白基质溶液。

2.1.4 标准曲线的配制 分别精密量取空白基质溶液 1.0 ml(6 份),置于氮吹仪上,40℃水浴浓缩至约 0.6 ml, 分别加入混合对照品溶液 10 μl、20 μl、50 μl、100 μl、150 μl、200 μl,加乙腈稀释至 1 ml,涡旋混匀,即得。

2.2 供试品溶液的制备 按照《中国药典》(2020 版)四部通则 2341 农药残留测定法第五法《药材及饮片(植物类)中禁用农药多残留测定法》^[3]中的直接提取法及固相萃取法进行提取净化。根据陈皮、肿节风、炒莱菔子三者化学成分的不同,结合固相萃取第一、二、三法固相萃取柱组成成分特点,选择使用不同提取净化方法。陈皮主要含有黄酮类、生物碱类、柠檬苦素类、挥发油类,选择直接提取法+固相萃取第一法,或直接提取法+固相萃取第二法提取净化。肿节风主要成分较为复杂,含有含挥发油、酯类、酚类、鞣质、黄酮、氰甙、香豆素等且颜色较深^[4],选择直接提取法+固相萃取第一法,或直接提取法+固相萃取第三法提取净化。炒莱菔子主要含有脂肪油、挥发油,选择直接提取法+固相萃取第一法,或直接提取法+固相萃取第二法提取净化。

2.3 测定法

2.3.1 气相色谱-串联质谱法 分别精密吸取上述的基质混合对照溶液和供试品溶液各 1 ml,精密加入内标溶液 0.3 ml,混匀,滤过,取续滤液。分别精密吸取上述两种溶液各 1 μl,注入气相色谱串联质谱仪,按内标标准曲线法计算,即得。

2.3.2 高效液相色谱-串联质谱法 分别精密吸取上述的基质混合对照溶液和供试品溶液各 1 ml,精密加入水 0.3 ml,混匀,滤过,取续滤液。分别精密吸取上述两种溶液各 2 μl,注入液相色谱-串联质谱仪,按外标标准曲线法计算,即得。

3 试验结果

3.1 陈皮检验结果 气质联用仪及液质联用仪检测结果显示,采用固相萃取第一法净化后上机,线性相关系数均在 0.990 3~0.999 8 之间,重复性 6 针之间的 RSD 均在 10%以下,定量限加标回收率均在 73.23%~111.52%之间。但是采用固相萃取第二法时,气质联用仪检测结果显示:甲基对硫磷回收率为

43.58%、氟虫腈回收率为 49.34%、水胺硫磷回收率为 54.52%、2,4'-滴滴涕回收率为 175.40%、4,4'-滴滴涕回收率为 187.97%、蝇毒磷回收率为 55.05%。液质联用仪检测结果显示:采用固相萃取第二法净化后上机甲胺磷性相关系数为 0.913 5、甲拌磷相关系数为 0.911 2、内吸磷相关系数为 0.958 2、水胺硫磷相关系数为 0.944 2,线性相关系数均<0.99,而甲胺磷、水胺硫磷、甲拌磷、内吸磷加标回收率分别为 66.36%、55.21%、46.81%,均不在 70%~120%之间。综合以上结果,陈皮采用直接提取法结合固相萃取第一法提取较好。见表 1。

3.2 肿节风检验结果 气质联用仪及液质联用仪的检测结果显示,采用固相萃取第三法净化后上机,线性相关系数均在 0.994 1~0.999 9 之间,重复性 6 针之间的 RSD 均在 10%以下,定量限加标回收率均在 70.08%~111.30%之间。但是采用固相萃取第一法时,气质联用仪检测结果显示:2,4'-滴滴涕线性相关系数为 0.963 5、4,4'-滴滴涕线性相关系数为 0.865 9。液质联用仪检测结果显示,采用固相萃取第一法净化后上机甲胺磷性相关系数为 0.913 5、甲拌磷相关系数为 0.905 2、地虫硫磷相关系数为 0.851 2、水胺硫磷相关系数为 0.953 2,线性相关系数均<0.99,而甲胺磷、水胺硫磷、甲基异柳磷、内吸磷加标回收率分别为 56.36%、63.21%、48.21%,均不在 70%~120%之间。综合以上结果,肿节风采用直接提取法结合固相萃取第三法提取较好。见表 2。

3.3 炒莱菔子检验结果 气质联用仪及液质联用仪的检测结果显示,当液质联用仪采用固相萃取第一法、气质联用仪采用固相萃取第二法净化后上机,线性相关系数均在 0.991 1~0.999 9 之间,重复性 6 针之间的 RSD 均在 10%以下,定量限加标回收率均满足 64.03%~115.32%。液质联用仪检测结果显示,采用固相萃取第二法净化后上机地虫硫磷相关系数为 0.926 8、甲拌磷相关系数为 0.933 2、内吸磷相关系数为 0.906 8、甲基异柳磷相关系数为 0.9620,线性相关系数均<0.99,而治螟磷、内吸磷、甲基异柳磷、加标回收率分别为 56.36%、43.21%、68.21%,均不在 70%~120%之间。综合以上结果,炒莱菔子气质联用仪及液质联用仪分别采用直接提取法结合固相萃取第二法和直接提取法结合固相萃取第一法提取。见表 3。

表 1 陈皮检验结果

序号	化合物名称	线性 R ² 值 (≥0.99)	准确度 (%)	重复性 (%)
1	甲胺磷	0.994 8	77.78	3.8
2	甲基对硫磷	0.997 3	111.52	2.9
3	对硫磷	0.994 3	108.67	5.9
4	久效磷	0.995 8	81.86	0.8
5	磷胺	0.995 7	79.59	2.1
6	六六六	α- 六六六: 0.998 9 γ- 六六六: 0.999 7 β- 六六六: 0.999 1 δ- 六六六: 0.998 9	α- 六六六: 99.07 γ- 六六六: 94.02 β- 六六六: 98.40 δ- 六六六: 95.34	α- 六六六: 3.8 γ- 六六六: 4.1 β- 六六六: 4.0 δ- 六六六: 2.9
7	滴滴涕	4.4'- 滴滴伊: 0.999 1 2.4- 滴滴涕: 0.998 7 4.4'- 滴滴滴: 0.999 5 4.4- 滴滴涕: 0.998 6	4.4'- 滴滴伊: 95.70 2.4- 滴滴涕: 83.66 4.4'- 滴滴滴: 104.34 4.4- 滴滴涕: 75.67	4.4'- 滴滴伊: 4.4 2.4- 滴滴涕: 3.9 4.4'- 滴滴滴: 4.2 4.4- 滴滴涕: 5.2
8	杀虫脒	0.999 8	80.77	1.6
9	除草醚	0.997 1	108.75	3.6
10	艾氏剂	0.999 1	95.30	4.5
11	狄氏剂	0.999 0	94.97	3.1
12	苯线磷	苯线磷: 0.997 1 苯线磷砒: 0.998 2 苯线磷亚砒: 0.994 0	苯线磷: 81.93 苯线磷砒: 78.88 苯线磷亚砒: 77.56	苯线磷: 1.4 苯线磷砒: 2.1 苯线磷亚砒: 4.6
13	地虫硫磷	0.997 8	79.84	5.5
14	硫线磷	0.997 5	79.97	4.1
15	蝇毒磷	0.996 9	77.20	2.6
16	治螟磷	0.999 2	77.16	5.1
17	特丁硫磷	特丁硫磷砒: 0.999 5 特丁硫磷亚砒: 0.997 9 特丁硫磷: 0.998 5	特丁硫磷砒: 74.01 特丁硫磷亚砒: 82.19 特丁硫磷: 103.43	特丁硫磷砒: 5.3 特丁硫磷亚砒: 9.0 特丁硫磷: 3.5
18	氯磺隆	0.999 5	85.37	1.1
19	胺苯磺隆	0.999 5	81.63	1.5
20	甲磺隆	0.999 4	82.15	0.71
21	甲拌磷	甲拌磷: 0.998 7 甲拌磷砒: 0.999 7 甲拌磷亚砒: 0.998 2	甲拌磷: 99.22 甲拌磷砒: 73.48 甲拌磷亚砒: 89.89	甲拌磷: 4.3 甲拌磷砒: 1.6 甲拌磷亚砒: 3.1
22	甲基异柳磷	0.990 3	75.15	8.1
23	内吸磷	0.998 4	79.78	3.7
24	克百威	克百威: 0.996 5 3- 羟基克百威: 0.998 7	克百威: 98.69 3- 羟基克百威: 73.80	克百威: 3.7 3- 羟基克百威: 1.8
25	涕灭威	涕灭威: 0.998 6 涕灭威枫: 0.993 8 涕灭威亚砒: 0.996 8	涕灭威: 79.64 涕灭威枫: 76.38 涕灭威亚砒: 79.71	涕灭威: 5.1 涕灭威枫: 2.1 涕灭威亚砒: 3.3
26	灭线磷	0.997 4	82.50	2.3
27	氯唑磷	0.998 4	79.86	1.5
28	水胺硫磷	0.993 8	73.23	8.1
29	硫丹	α- 硫丹: 0.999 3 β- 硫丹: 0.999 3 硫丹硫酸酯: 0.999 3	α- 硫丹: 93.57 β- 硫丹: 93.27 硫丹硫酸酯: 94.78	α- 硫丹: 3.6 β- 硫丹: 3.5 硫丹硫酸酯: 3.4
30	氟虫腈	氟虫腈: 0.999 3 氟甲腈: 0.999 1 氟虫腈亚砒: 0.998 7 氟虫腈砒: 0.999 2	氟虫腈: 100.56 氟甲腈: 98.39 氟虫腈亚砒: 100.51 氟虫腈砒: 102.36	氟虫腈: 4.6 氟甲腈: 3.0 氟虫腈亚砒: 4.9 氟虫腈砒: 4.2
31	三氯杀螨醇	o.p'- 三氯杀螨醇: 0.999 1 p.p'- 三氯杀螨醇: 0.999 0	o.p'- 三氯杀螨醇: 96.19 p.p'- 三氯杀螨醇: 97.33	o.p'- 三氯杀螨醇: 3.9 p.p'- 三氯杀螨醇: 4.2
32	硫环磷	0.997 7	78.92	3.1
33	甲基硫环磷	0.999 6	98.77	3.0

表 2 肿节风检验结果

序号	化合物名称	线性 R ² 值(≥0.99)	准确度(%)	重复性(%)
1	甲胺磷	0.999 2	83.37	1.5
2	甲基对硫磷	0.998 1	107.58	1.7
3	对硫磷	0.998 7	108.78	4.9
4	久效磷	0.999 8	85.57	0.96
5	磷胺	0.999 4	87.84	1.9
6	六六六	α- 六六六: 0.997 9 γ- 六六六: 0.998 6 β- 六六六: 0.999 5 δ- 六六六: 0.999 1	α- 六六六: 105.41 γ- 六六六: 105.40 β- 六六六: 111.30 δ- 六六六: 105.68	α- 六六六: 3.5 γ- 六六六: 3.6 β- 六六六: 3.1 δ- 六六六: 3.1
7	滴滴涕	4,4'- 滴滴伊: 0.999 9 2,4'- 滴滴涕: 0.999 8 4,4'- 滴滴滴: 0.999 9 4,4'- 滴滴涕: 0.999 7	4,4'- 滴滴伊: 103.28 2,4'- 滴滴涕: 102.91 4,4'- 滴滴滴: 102.77 4,4'- 滴滴涕: 102.77	4,4'- 滴滴伊: 1.6 2,4'- 滴滴涕: 1.8 4,4'- 滴滴滴: 1.9 4,4'- 滴滴涕: 2.9
8	杀虫脒	0.999 8	78.28	3.1
9	除草醚	0.999 6	108.34	4.6
10	艾氏剂	0.999 8	104.22	2.0
11	狄氏剂	0.999 8	102.21	1.9
12	苯线磷	苯线磷: 0.999 9 苯线磷砒: 0.999 5 苯线磷亚砒: 0.998 9	苯线磷: 87.74 苯线磷砒: 83.52 苯线磷亚砒: 91.12	苯线磷: 2.4 苯线磷砒: 1.2 苯线磷亚砒: 1.3
13	地虫硫磷	0.999 4	77.80	4.6
14	硫线磷	0.999 7	83.93	3.7
15	蝇毒磷	0.999 3	79.13	1.7
16	治螟磷	0.998 7	79.74	4.7
17	特丁硫磷	特丁硫磷砒: 0.999 9 特丁硫磷亚砒: 0.998 1 特丁硫磷: 0.999 3	特丁硫磷砒: 82.07 特丁硫磷亚砒: 91.21 特丁硫磷: 107.96	特丁硫磷砒: 3.6 特丁硫磷亚砒: 6.5 特丁硫磷: 2.6
18	氯磺隆	0.999 7	85.60	2.3
19	胺苯磺隆	0.999 8	83.61	1.2
20	甲磺隆	0.999 4	84.21	1.2
21	甲拌磷	甲拌磷: 0.999 5 甲拌磷砒: 0.999 9 甲拌磷亚砒: 0.999 7	甲拌磷: 103.95 甲拌磷砒: 82.71 甲拌磷亚砒: 96.50	甲拌磷: 3.2 甲拌磷砒: 3.5 甲拌磷亚砒: 2.6
22	甲基异柳磷	0.999 0	80.75	5.3
23	内吸磷	0.999 2	81.58	8.6
24	克百威	克百威: 0.999 1 3- 羟基克百威: 0.997 4	克百威: 79.08 3- 羟基克百威: 83.45	克百威: 2.7 3- 羟基克百威: 5.6
25	涕灭威	涕灭威: 0.999 8 涕灭威砒: 0.999 6 涕灭威亚砒: 0.999 6	涕灭威: 81.26 涕灭威砒: 84.38 涕灭威亚砒: 84.61	涕灭威: 2.2 涕灭威砒: 2.9 涕灭威亚砒: 1.2
26	灭线磷	0.999 9	82.24	2.3
27	氯唑磷	0.999 5	84.46	1.7
28	水胺硫磷	0.994 1	83.03	8.7
29	硫丹	α- 硫丹: 0.999 9 β- 硫丹: 0.999 8 硫丹硫酸酯: 0.999 9	α- 硫丹: 102.73 β- 硫丹: 102.58 硫丹硫酸酯: 99.20	α- 硫丹: 2.6 β- 硫丹: 1.6 硫丹硫酸酯: 1.6
30	氟虫腈	氟虫腈: 0.999 8 氟甲腈: 0.999 9 氟虫腈亚砒: 0.999 8 氟虫腈砒: 0.999 9	氟虫腈: 108.41 氟甲腈: 100.40 氟虫腈亚砒: 103.41 氟虫腈砒: 103.57	氟虫腈: 2.6 氟甲腈: 2.3 氟虫腈亚砒: 2.7 氟虫腈砒: 1.1
31	三氯杀螨醇	o.p'- 三氯杀螨醇: 0.999 6 p.p'- 三氯杀螨醇: 0.999 5	o.p'- 三氯杀螨醇: 106.24 p.p'- 三氯杀螨醇: 109.03	o.p'- 三氯杀螨醇: 1.8 p.p'- 三氯杀螨醇: 1.8
32	硫环磷	0.999 2	86.89	1.7
33	甲基硫环磷	0.999 7	102.77	2.8

表 3 炒茱萸子检验结果

序号	化合物名称	线性 R ² 值 (≥0.99)	准确度 (%)	重复性 (%)
1	甲胺磷	0.997 5	78.99	1.8
2	甲基对硫磷	0.998 7	94.26	7.2
3	对硫磷	0.998 5	115.32	5.0
4	久效磷	0.992 3	80.86	1.7
5	磷胺	0.994 2	84.12	2.0
6	六六六	α- 六六六: 0.995 9 γ- 六六六: 0.996 7 β- 六六六: 0.997 3 δ- 六六六: 0.997 7	α- 六六六: 102.58 γ- 六六六: 99.92 β- 六六六: 103.14 δ- 六六六: 103.88	α- 六六六: 3.3 γ- 六六六: 2.5 β- 六六六: 3.0 δ- 六六六: 2.3
7	滴滴涕	4,4'- 滴滴伊: 0.999 0 2,4- 滴滴涕: 0.996 7 4,4'- 滴滴滴: 0.997 3 4,4'- 滴滴涕: 0.997 7	4,4'- 滴滴伊: 64.03 2,4- 滴滴涕: 65.53 4,4'- 滴滴滴: 91.10 4,4'- 滴滴涕: 65.40	4,4'- 滴滴伊: 1.1 2,4- 滴滴涕: 2.0 4,4'- 滴滴滴: 1.5 4,4'- 滴滴涕: 2.0
8	杀虫脒	0.991 1	78.23	4.1
9	除草醚	0.997 5	109.53	2.8
10	艾氏剂	0.996 9	80.16	5.9
11	狄氏剂	0.998 5	86.59	6.6
12	苯线磷	苯线磷: 0.997 5 苯线磷砒: 0.995 5 苯线磷亚砒: 0.996 8	苯线磷: 80.73 苯线磷砒: 83.29 苯线磷亚砒: 86.30	苯线磷: 1.6 苯线磷砒: 1.2 苯线磷亚砒: 3.5
13	地虫硫磷	0.993 7	78.18	3.4
14	硫线磷	0.997 8	83.32	0.9
15	蝇毒磷	0.995 7	82.48	1.1
16	治螟磷	0.992 6	79.49	4.3
17	特丁硫磷	特丁硫磷砒: 0.997 7 特丁硫磷亚砒: 0.995 8 特丁硫磷: 0.997 3	特丁硫磷砒: 86.70 特丁硫磷亚砒: 91.31 特丁硫磷: 103.27	特丁硫磷砒: 3.2 特丁硫磷亚砒: 3.8 特丁硫磷: 3.9
18	氯磺隆	0.993 7	87.46	3.1
19	胺苯磺隆	0.995 0	84.32	0.9
20	甲磺隆	0.995 0	87.58	1.9
21	甲拌磷	甲拌磷: 0.998 5 甲拌磷砒: 0.997 3 甲拌磷亚砒: 0.994 3	甲拌磷: 75.78 甲拌磷砒: 83.91 甲拌磷亚砒: 85.97	甲拌磷: 9.1 甲拌磷砒: 2.5 甲拌磷亚砒: 2.5
22	甲基异柳磷	0.994 3	83.49	9.1
23	内吸磷	0.994 4	82.25	2.7
24	克百威	克百威: 0.996 7 3- 羟基克百威: 0.997 2	克百威: 82.77 3- 羟基克百威: 81.66	克百威: 0.8 3- 羟基克百威: 9.0
25	涕灭威	涕灭威: 0.993 8 涕灭威枫: 0.996 8 涕灭威亚砒: 0.992 7	涕灭威: 83.12 涕灭威枫: 77.22 涕灭威亚砒: 77.35	涕灭威: 2.6 涕灭威枫: 2.4 涕灭威亚砒: 2.4
26	灭线磷	0.997 1	83.61	1.7
27	氯唑磷	0.997 2	81.72	1.0
28	水胺硫磷	0.996 9	104.81	6.5
29	硫丹	α- 硫丹: 0.999 0 β- 硫丹: 0.995 9 硫丹硫酸酯: 0.999 4	α- 硫丹: 90.92 β- 硫丹: 103.83 硫丹硫酸酯: 104.23	α- 硫丹: 3.3 β- 硫丹: 2.6 硫丹硫酸酯: 1.1
30	氟虫腈	氟虫腈: 0.998 4 氟甲腈: 0.997 5 氟虫腈亚砒: 0.998 5 氟虫腈砒: 0.999 7	氟虫腈: 104.61 氟甲腈: 103.71 氟虫腈亚砒: 99.12 氟虫腈砒: 99.17	氟虫腈: 6.6 氟甲腈: 2.2 氟虫腈亚砒: 0.6 氟虫腈砒: 2.2
31	三氯杀螨醇	o,p'- 三氯杀螨醇: 0.999 0 p,p'- 三氯杀螨醇: 0.999 9	o,p'- 三氯杀螨醇: 82.20 p,p'- 三氯杀螨醇: 64.42	o,p'- 三氯杀螨醇: 2.7 p,p'- 三氯杀螨醇: 3.7
32	硫环磷	0.996 0	83.91	1.4
33	甲基硫环磷	0.997 7	94.35	5.7

3 讨论

在提取方式的选择上, 本实验采取振荡提取方式, 即在中药材粉末中加入规定量乙腈, 调节振荡频率至 2 500, 振荡 15 min, 使乙腈与中药材粉末充分接触提取。相比于超声提取和匀浆提取具有方便, 高效, 简单的特点^[9]。《中国药典》(2020 版) 未对旋蒸温度明确规定, 以乙腈沸点为指导, 限制旋蒸温度不超过 40℃。本实验选用 30℃对提取溶液进行旋蒸, 在此温度下, 中药材农残不易被破坏, 加样回收率良好。实验过程中发现药材只经过直接提取法而不净化, 中药材中的色素、挥发油、黄酮类等复杂的化学成分无法去除, 会极大地干扰实验, 也会对整个检验系统产生影响^[9]。固相萃取第一法及固相萃取第三法均能去除直接提取法提取后的药材溶液颜色, 但固相萃取第一法对于以肿节风为代表的全草类药材, 色素去除能力不如固相萃取第三法, 气质联用仪结果显示固相萃取第一法对杀虫脒具有强抑制作用, 回收率均在 60%以下。固相萃取第二法及固相萃取第一法均能去除油脂类挥发油类化合物。但油脂含量高的化合物采用气质联用仪检测, 用固相萃取第二法效果显著, 基质干扰小。而对于液质联用

仪, 用固相萃取第一法效果更明显。

实验确定了陈皮、肿节风、炒莱菔子三种具有代表性的中药材的前处理提取净化方式。通过评价不同提取净化方式下的线性相关系数、定量限加标回收率, 确定了陈皮使用直接提取法 + 固相萃取第一法提取净化, 肿节风使用直接提取法 + 固相萃取第三法提取净化, 炒莱菔子使用(液质)直接提取法 + 固相萃取第一法, (气质)直接提取法 + 固相萃取第二法, 为不同中药材前处理提取净化方式的选择提供了依据。

参考文献

[1]丁惠,刘田园,程素盼,等.中药材中农药残留及其分析检测研究进展[J].辽宁中医药大学学报,2019,21(10):168-172.
[2]牛建均,刘春艳,李开斌,等.不同产地 5 种中药材安全限量研究 - 农药残留分析[J].中国民族民间医药,2019,28(9):14-19.
[3]国家药典委员会.中国药典(四部)[M].北京:中国医药科技出版社,2020,239.
[4]荆文光,程显隆,郭晓晗,等.中药及天然药物质量分析样品前处理技术研究进展[J].药物分析杂志,2021,41(9):1487-1504.
[5]朱仁愿,丁辉,杨志敏,等.当归、党参、黄芪和甘草中农药多组分残留检测技术的研究进展[J].中国现代应用药学,2021,38(3):371-376.
[6]吴晓波,薛健,彭峥国.GC-MS/MS 在中药农药多残留检测中的应用[J].江苏农业科学,2011,39(2):433-434.

(收稿日期: 2021-12-18)

(上接第 119 页)中医护理经药物作用,能刺激患者,改善患者气血运行,对患者的运动功能及生活能力改善效果颇佳。此外,对比两组康复效果,研究组康复总有效率为 93.1%,显著高于对照组的 72.4%,说明穴位贴敷中医护理能有效改善脑梗死恢复期患者神经及运动功能障碍等临床症状,提高康复有效率。原因多考虑为在康复训练的基础上加用中医穴位贴敷中医护理,可通过穴位将药物直接作用于机体进行刺激调节,进而加速机体功能改善和恢复。综上所述,应用穴位贴敷中医护理干预脑梗死恢复期患者,能提升患者神经功能和生活能力,提高康复效果。

参考文献

[1]郁萍,刘作东.中医针灸康复治疗脑梗死恢复期的临床效果及对患者神经功能和生活质量的影响[J].内蒙古中医药,2021,40(8):135-137.
[2]苑玉杰.中医药综合疗法在脑梗死恢复期患者康复中的应用[J].中国中医药现代远程教育,2021,19(16):115-117.
[3]杨雪.中医特色护理方案在脑梗死恢复期患者中的应用[J].光明中医,2021,36(15):2610-2612.
[4]王雪玲,燕燕,陈党.中医护理对脑梗死患者恢复期心理状态、生活

质量及满意度的影响[J].心理月刊,2021,16(20):186-188.
[5]卢越,刘丽,刘国华,等.芪参还五胶囊配合穴位贴敷治疗脑梗死恢复期患者瘀瘀互结证的疗效分析[J].中国现代医学杂志,2021,31(12):57-62.
[6]贾健玮.穴位贴敷联合康复训练对脑梗死恢复期康复效果的观察[J].浙江中医杂志,2021,56(4):282-283.
[7]安海平.中医辨证施护对脑梗死恢复期患者的应用效果观察[J].中医临床研究,2020,12(34):126-129.
[8]张国辉,胡跃强,陈炜,等.中医药治疗脑梗死恢复期的研究进展[J].大众科技,2020,22(10):42-45.
[9]常青,冯美平,赖清清.穴位贴敷对脑梗死患者恢复的护理效果观察[J].按摩与康复医学,2020,11(18):79-80.
[10]司红叶.中医护理干预对脑梗死恢复期患者治疗效果的影响[J].当代护士(下旬刊),2020,27(7):149-151.
[11]周恒翠.中医护理技术在脑梗死恢复期延续护理中的应用研究[J].实用临床护理学电子杂志,2018,3(7):34-42.
[12]韦朗.探讨中医护理在脑梗死恢复期患者中的应用效果[J].世界最新医学信息文摘,2019,19(77):320,322.
[13]夏莉.穴位贴敷对脑梗死患者肢体功能障碍的影响探讨[J].中国实用医药,2019,14(26):97-98.
[14]马晓依.脑梗死恢复期的中医综合干预疗法的研究进展[J].临床医药文献电子杂志,2019,6(76):194.
[15]钟浩.中医护理在脑梗死恢复期患者护理中的应用价值分析[J].临床医药文献电子杂志,2018,5(99):93-94.

(收稿日期: 2021-11-03)