

# LC-MS/MS 法筛查小活络丸中 5 种植物生长调节剂残留



刘雪峰, 李 青, 杨海燕, 黄 艳, 樊宝娟, 王文林

陕西省食品药品检验研究院 (西安 710065)

**【摘要】目的** 建立液相色谱-串联质谱 (LC-MS/MS) 法筛查小活络丸中 5 种植物生长调节剂。**方法** 样品通过 SHIMSEN 植物生长调节剂专用包进行提取, 并经过净化处理; 采用 Waters ACQUITY UPLC C<sub>18</sub> 色谱柱 (100 mm × 2.1 mm, 1.7 μm), 流动相为乙腈-0.1% 甲酸溶液 (含 5 mmol/L 乙酸铵), 梯度洗脱; 流速: 0.3 mL/min; 柱温: 40 °C; 电喷雾离子源, 正负离子扫描, 多反应监测模式。**结果** 5 种植物生长调节剂线性关系良好, 多效唑、甲哌鎓、胺鲜酯、矮壮素及 6-苄氨基嘌呤的  $r$  分别为 0.9972、0.9982、0.9989、0.9994、0.9983; 检出限分别为 0.011、0.012、0.012、0.012、0.013 mg/kg; 平均加样回收率分别为 99.39%、91.45%、87.22%、91.09%、94.19% ( $n = 6$ )。**结论** 建立的植物生长调节剂多残留检测方法灵敏度高, 准确性好, 针对性强, 可用于筛查小活络丸中植物生长调节剂。

**【关键词】** 小活络丸; 植物生长调节剂; 残留; 甲哌鎓; 矮壮素; 液相色谱-串联质谱法

**【中图分类号】** R927.2

**【文献标识码】** A

## Screening of 5 plant growth regulators residues in Xiaohuoluo pills by LC-MS/MS

LIU Xuefeng, LI Qing, YANG Haiyan, HUANG Yan, FAN Baojuan, WANG Wenlin

*Shaanxi Institute for Food and Drug Control, Xi'an 710065, China*

*Corresponding author: WANG Wenlin, Email: 605497392@qq.com*

**【Abstract】Objective** To establish an LC-MS/MS method for screening 5 kinds of plant growth regulators in Xiaohuoluo pills. **Methods** The samples were extracted using the SHIMSEN plant growth regulator special package and purified. The Waters ACQUITY UPLC C<sub>18</sub> column (100 mm × 2.1 mm, 1.7 μm) was used, and acetonitrile-0.1% formic acid solution (containing 5 mmol/L ammonium acetate) was used as the mobile phase, and gradient elution was performed. The flow rate was 0.3 mL/min; the column temperature was 40 °C. The analysis was performed in both positive and negative ion electrospray ionization modes with multiple reaction monitoring (MRM). **Results** The linear relationship of 5 plant growth regulators was good, and the correlation coefficients ( $r$ ) of paclobutrazol, mepiquat chloride, diethyl aminoethyl hexanoate (DA-6), mepiquat-pentachlorophenoxide, chlormequat chloride and 6-benzylaminopurine (6-BA) were 0.9972, 0.9982, 0.9989, 0.9994 and 0.9983, respectively. The limits of detection (LODs) for the 5 analytes were 0.011, 0.012, 0.012, 0.012 mg/kg and 0.013 mg/kg, respectively. The average spiked-sample recoveries were 99.39%, 91.45%, 87.22%, 91.09% and 94.19%, ( $n = 6$ ) respectively. The

DOI: 10.12173/j.issn.2097-4922.202606034

基金项目: 陕西省药品科学监管和监管科学研究项目 (SXY202305)

通信作者: 王文林, 硕士, Email: 605497392@qq.com

method was used to screen 5 kinds of plant growth regulators in Xiaohuoluo pills. **Conclusion** The established detection method for plant growth regulator residues is sensitive, accurate, and specific, and can be used to screen plant growth regulators in Xiaohuoluo pills.

**【Keywords】** Xiaohuoluo pills; Plant growth regulator; Residues; Mepiquat chloride; Chlormequat chloride; LC-MS/MS

小活络丸收载于《中国药典》2025 年版一部，由胆南星、制川乌、制草乌、地龙、乳香（制）、没药（制）六味药组成，具有祛风散寒、化痰除湿、活血止痛之功效，临床常用于风寒湿痹、肢体疼痛、麻木拘挛等病症，是风湿痹痛类经典中成药<sup>[1-2]</sup>。处方中制川乌、制草乌、胆南星均为毒性药材，其基原植物在规模化栽培过程中，为提高产量、改善性状，常使用植物生长调节剂调控生长周期与根茎发育。随着中药材种植集约化程度不断提升，植物生长调节剂不规范使用带来的残留累积、代谢干扰等问题日益突出，不仅影响药材有效成分积累、降低内在品质，还会通过制剂传递形成潜在安全风险，尤其对含毒性药材的中成药，双重安全隐患更需严格防控<sup>[3-5]</sup>。

当前，中药质量控制已从传统指标性成分测定，向毒性成分、外源性污染物、农残与生长调节剂残留协同管控转型。小活络丸作为临床常用复方制剂，其原料药材来源复杂、基质干扰强，而现有质量标准仅有性状、鉴别、检查、含量测定项目，未对处方中的植物生长调节剂进行测定，故本次试验针对处方中胆南星、制川乌、制草乌等高风险药材开展植物生长调节剂残留筛查，对完善质量标准、保障临床用药安全具有重要现实意义<sup>[6-8]</sup>。

目前，针对小活络丸的研究多集中于乌头类毒性成分、指纹图谱及药效学评价，针对多类植物生长调节剂的同步筛查方法尚未见系统报道。而《中国药典》2025 年版四部通则 2342<sup>[9]</sup>虽已收载药材及饮片或制剂中部分植物生长调节剂残留量的测定方法，但仅对检出限作出要求，未规定限度。液相色谱-串联质谱（liquid chromatography-tandem mass spectrometry, LC-MS/MS）法因灵敏度高、专属性强、通量高等优势，已成为中药外源性小分子残留检测的主流技术。本研究选取 5 种常见的生长调节剂，使用 LC-MS/MS 法进行测定，建立针对小活络丸专属、灵敏度高、准确的检验方法，实现小活络丸中 5 种植物生长调节剂

的快速筛查与定量，为小活络丸中植物生长调节剂的风险评估提供检测依据。

## 1 仪器与试药

### 1.1 主要仪器

Triple Quad 5500+ 液质联用仪（美国 SCIEX 公司）；IKA VIBRAX VXR basic 涡旋振荡器（德国 IKA-Werke GmbH & Co. KG 公司）；HT18MM 型台式高速离心机（湖南赫西仪器装备有限公司）；TTL-DC II 型氮吹仪（北京同泰联科技有限公司）；BP211D 电子分析天平（德国赛多利斯）。

### 1.2 试药与其他材料

样品：149 批小活络丸（大蜜丸、小蜜丸）源于 28 家生产企业，来自 31 个省市自治区，为国家抽验样品；自制制剂所用药材（均由陕西省食品药品检验研究院李青主管药师按照《中国药典》标准进行检验，结果均符合规定）及炼蜜均为市售品，其中，乳香没药的产地均为埃塞俄比亚，地龙的产地为广东，制川乌的产地为四川，制草乌的产地为黑龙江，胆南星加工地为安徽。

对照品：多效唑（批号：040168-202202，纯度 100.0%）、甲哌鎓（批号：190308-202301，纯度 100.0%）、胺鲜酯（批号：010150-202304，纯度 100.0%）、矮壮素（批号：010127-202204，纯度 100.0%）、6-苄氨基嘌呤（批号：020245-202301，纯度 100.0%）均购自上海鸿永生物科技有限公司。

试剂：甲醇（色谱纯，美国 Honeywell 公司）；乙腈（色谱纯，美国 Honeywell 公司）；甲酸（色谱纯，上海阿拉丁公司）；乙酸铵（分析纯，国药集团化学试剂有限公司）；水为超纯水。

耗材：Shim-pack GIST C<sub>18</sub> 色谱柱（100 mm × 2.1 mm, 2 μm,（日本岛津公司）；Waters ACQUITY UPLC C<sub>18</sub> 色谱柱，100 mm × 2.1 mm, 1.7 μm, 美国 Waters 公司）；SHIMSEN QuEChERS（Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe）萃取盐包（4 g 硫酸镁、1 g 氯化钠、0.5 g 柠檬酸氢二

钠、1 g 柠檬酸钠, 美国岛津公司), 净化管 (美国岛津公司, 150 mg C<sub>18</sub>、900 mg 硫酸镁。

## 2 方法与结果

### 2.1 分析条件

Waters ACQUITY UPLC C<sub>18</sub> 色谱柱 (100 mm × 2.1 mm, 1.7 μm); 以 0.1% 甲酸溶液 (含 5 mmol/L 乙酸铵) 为流动相 A, 乙腈为流动相 B, 按表 1 进行洗脱; 流速为 0.3 mL/min, 柱温为 40 °C [10–15]。

质谱条件: 以三重四极杆串联质谱仪检测; 离子源为电喷雾电离源 (electro spray ionization, ESI), 正负离子扫描模式, 监测模式为多反应监测, 质谱条件见表 2, 5 种植物生长调节剂的离子流图见图 1 [10–15]。

### 2.2 溶液的制备

#### 2.2.1 供试品溶液

精密称取已剪碎的小活络丸样品 5.0 g, 加水 5 mL, 涡旋使样品溶散混匀, 精密加入乙腈

10 mL, 涡旋 (转速 1 500 r/min) 1 min, 加入萃取盐包 (4 g MgSO<sub>4</sub>、1 g NaCl、0.5 g 柠檬酸氢二钠、1 g 柠檬酸钠), 涡旋 (转速 1 500 r/min) 1 min, 再将样品离心 (10 655 × g) 5 min, 取上清液 6 mL 至净化管 (150 mg C<sub>18</sub>、900 mg MgSO<sub>4</sub>) 中, 涡旋 (转速 1 500 r/min) 1 min, 再将样品离心 (10 655 × g) 5 min, 取上清液 2 mL 置离心管中, 室温下氮吹至近干, 加流动相初始比例 [0.1% 甲酸溶液 (含 5 mmol/L 乙酸铵) – 乙腈为 95 : 5] 定容至 2 mL, 涡旋使混匀溶解, 用 0.22 μm 微孔滤膜过滤, 即得。

#### 2.2.2 空白基质溶液

取空白基质样品 (小活络丸, 批号: 20220901, 企业 28), 同供试品溶液的制备方法处理制成空白基质溶液, 即氮吹至近干。

表 2 植物生长调节剂质谱条件

Table 2. Mass spectrum conditions of plant growth regulators

| 名称      | 母离子 (m/z) | 子离子 (m/z) | 碰撞电压 (V) | 去簇电压 (V) |
|---------|-----------|-----------|----------|----------|
| 多效唑     | 294.1     | 70.1      | 31       | 114      |
|         |           | 103.1     | 46       | 111      |
| 甲哌鎓     | 114.0     | 58.0      | 38       | 115      |
|         |           | 70.2      | 45       | 115      |
| 胺鲜酯     | 291.2     | 230.2     | 22       | 57       |
|         |           | 261.2     | 23       | 68       |
| 矮壮素     | 122.1     | 58.0      | 60       | 100      |
|         |           | 63.1      | 30       | 100      |
| 6-苄氨基嘌呤 | 224.0     | 133.1     | -31      | -116     |
|         |           | 105.9     | -43      | -103     |

表 1 流动相梯度洗脱表

Table 1. Mobile phase gradient elution profile

| 时间 (min) | 流动相 A (%) | 流动相 B (%) |
|----------|-----------|-----------|
| 0 ~ 2    | 95 → 92   | 5 → 8     |
| 2 ~ 5.8  | 92 → 80   | 8 → 20    |
| 5.8 ~ 7  | 80 → 60   | 20 → 40   |
| 7 ~ 11   | 60 → 50   | 40 → 50   |
| 11 ~ 13  | 50 → 15   | 50 → 85   |
| 13 ~ 15  | 15 → 5    | 15 → 95   |
| 15 ~ 22  | 5 → 95    | 95 → 5    |
| 22 ~ 23  | 95        | 5         |

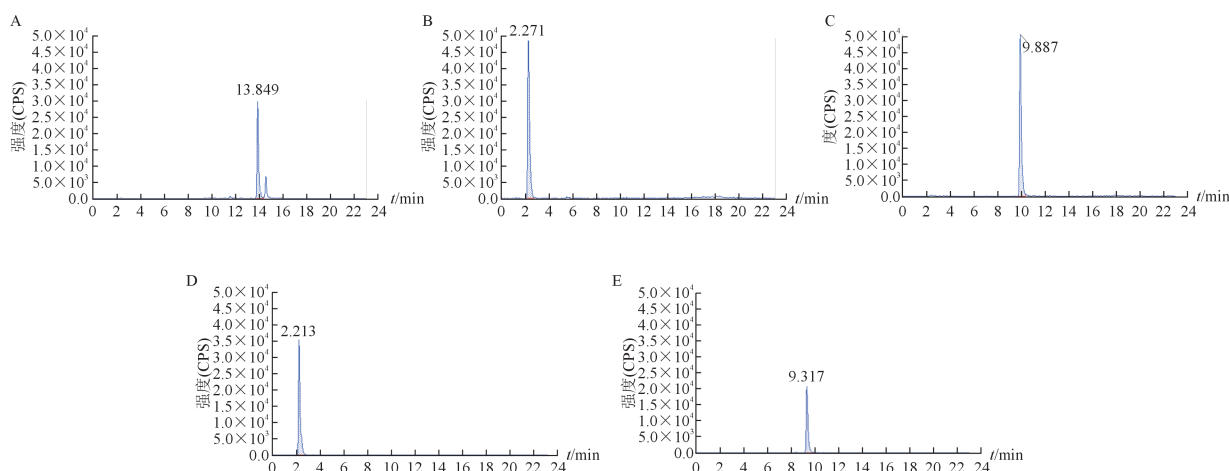


图 1 5 种植物生长调节剂离子流图

Figure 1. Ion flow diagrams of five plant growth regulators

注: A. 多效唑; B. 甲哌鎓; C. 胺鲜酯; D. 矮壮素; E. 6-苄氨基嘌呤。

2.2.3 混合对照品储备液

分别称取不同对照品适量置量瓶中，分别加乙腈-水（95：5）配制对照品储备溶液①，多效唑、甲哌鎇、胺鲜酯、矮壮素、6-苄氨基嘌呤的浓度分别为 1 058.0, 1 492.0, 1 114.0, 1 290.0, 1 544.0 ng/mL；再精密吸取对照品储备溶液① 1 mL 置 10 mL 量瓶中，用乙腈-水（95：5）稀释成对照品储备溶液②，多效唑、甲哌鎇、胺鲜酯、矮壮素、6-苄氨基嘌呤的浓度分别为 105.8、149.2、111.4、129.0、154.4 ng/mL。

2.2.4 基质混合对照溶液

取“2.2.2”项下空白基质 8 份，分别加入混合对照品储备溶液②20  $\mu$ L、50  $\mu$ L、100  $\mu$ L、再精密吸取储备液① 25  $\mu$ L、50  $\mu$ L、100  $\mu$ L、

150  $\mu$ L、250  $\mu$ L，加流动相初始比例 [0.1% 甲酸溶液（含 5 mmol/L 乙酸铵）-乙腈为 95：5] 定容至 2 mL，涡旋使混匀溶解，用 0.22  $\mu$ m 微孔滤膜过滤，即得。

2.3 线性关系、检出限、定量限

将系列基质混合对照品溶液，在拟定的色谱条件下测定，以对照品浓度为横坐标（X，ng/mL），对照品定量离子峰面积为纵坐标（Y）绘制标准曲线，并进行线性回归计算，具体结果见表 2。结果表明多效唑、甲哌鎇、胺鲜酯、矮壮素、6-苄氨基嘌呤在一定浓度范围内线性关系良好。以 3 倍信噪比得检出限（limit of detection，LOD）以 10 倍信噪比得定量限（limit of quantitation，LOQ），结果见表 3。

表 3 植物生长调节剂线性关系、检出限、定量限考察结果

Table 3. Investigation results of linear relationship, detection limit and quantitative limit of plant growth regulators

| 编号 | 名称      | 线性范围（ng/mL）   | 线性方程                                                 | r       | LOD（mg/kg） | LOQ（mg/kg） |
|----|---------|---------------|------------------------------------------------------|---------|------------|------------|
| 1  | 多效唑     | 26.45 ~ 264.5 | $Y = 3\,719.060\,97X - 7.381\,94 \times 10^4$        | 0.997 2 | 0.011      | 0.04       |
| 2  | 甲哌鎇     | 14.92 ~ 373.0 | $Y = 3\,697.610\,79X - 196\,15.264\,99$              | 0.998 2 | 0.012      | 0.04       |
| 3  | 胺鲜酯     | 11.14 ~ 278.5 | $Y = 5.244\,21 \times 10^4X - 3.998\,67 \times 10^5$ | 0.998 9 | 0.012      | 0.04       |
| 4  | 矮壮素     | 12.90 ~ 322.5 | $Y = 1\,079.886\,70X - 9\,009.969\,01$               | 0.999 4 | 0.012      | 0.04       |
| 5  | 6-苄氨基嘌呤 | 15.44 ~ 386.0 | $Y = 5\,852.239\,60X - 8.406\,38 \times 10^4$        | 0.998 3 | 0.013      | 0.05       |

2.4 精密度的试验

精密吸取混合对照品溶液 2  $\mu$ L，连续重复进样 6 次，按“2.1”项下的色谱条件测定峰面积，结果多效唑、甲哌鎇、胺鲜酯、矮壮素、6-苄氨基嘌呤峰面积的 RSD 分别为 0.51%、0.81%、0.63%、0.42%、0.32%（n = 6）。表明仪器精密度高。

2.5 稳定性试验

取同一供试品（小活络丸，批号：120085，企业 17）5 g，按“2.2”项下方法制备供试品溶液，于室温下放置 0, 2, 4, 6, 8, 12 h，按“2.1”项下的色谱条件测定峰面积，结果甲哌鎇、胺鲜酯、峰面积的 RSD 分别为 0.98%、0.69%（n = 6）。表明供试品溶液在 12 h 内稳定。

2.6 重复性试验

取同一供试品（小活络丸，批号：120085，企业 17）5g，按“2.2”项下方法平行制备 6 份供试品溶液，并按“2.1”项下色谱条件进样测定，计算得甲哌鎇、胺鲜酯的平均含量分别为 0.004 3、0.003 1 mg/kg，RSD 分别为 0.78%、1.03%

（n = 6），其余成分未检出，结果表明该方法重复性良好。

2.7 加样回收率试验

分别精密称取已剪碎的阴性样品 5 g（小活络丸，批号：20220901，企业 28），加 5 mL 水，涡旋使样品溶散混匀，共 6 份，精密量取对照品储备液 100  $\mu$ L、500  $\mu$ L、1 mL（平行 2 份）加入上述样品中，按上述供试品制备方法制备回收率供试品溶液。按拟定方法进行检测并计算回收率，结果各回收率分别为多效唑：99.39%、甲哌鎇：91.45%、胺鲜酯：87.22%、矮壮素：91.09%、6-苄氨基嘌呤：94.19%；RSD 分别为 8.30%、8.50%、8.35%、4.14%、10.08%（n = 6）。

2.8 样品的测定

取小活络丸的 6 种原料药材和炼蜜各 3 批，按处方工艺自制 3 批自制制剂，并对 3 批胆南星、制川乌、制草乌、自制制剂及剩余的 148 批小活络丸样品进行测定，能够检出植物生长调节剂的批次及测定结果见表 4，其余样品、自制制剂、药材与辅料均低于检出限，未列出。

表4 样品测定结果 (mg/kg,  $n = 2$ )Table 4. Determination results of samples (mg/kg,  $n = 2$ )

| 生产单位 | 批号       | 甲哌喹   | 胺鲜酯   | 矮壮素   |
|------|----------|-------|-------|-------|
| 企业1  | 220601   | 0.032 | —     | 0.031 |
| 企业2  | 2207011  | 0.025 | —     | —     |
| 企业7  | 220909   | 0.021 | —     | —     |
| 企业9  | 220909   | 0.032 | 0.031 | —     |
| 企业10 | 20220602 | 0.033 | —     | —     |
|      | 20220704 | —     | —     | 0.028 |
|      | 20211005 | —     | —     | 0.023 |
|      | 20220908 | —     | —     | —     |
|      | 20220909 | —     | —     | 0.025 |
|      | 20220105 | —     | —     | 0.021 |
|      | 20221102 | —     | —     | —     |
| 企业11 | 20221002 | —     | —     | 0.032 |
| 企业12 | 220801   | 0.028 | —     | —     |
| 企业15 | 2211058  | 0.031 | —     | 0.021 |
|      | 2211059  | 0.026 | —     | —     |
| 企业17 | 120085   | 0.043 | 0.031 | —     |
| 企业18 | 20221008 | 0.031 | 0.032 | —     |
| 企业20 | 20220802 | 0.032 | —     | —     |
|      | 20221103 | —     | 0.021 | —     |
| 企业21 | 20220702 | —     | 0.026 | —     |
| 企业23 | 242090   | 0.017 | —     | —     |
| 企业27 | 20220267 | 0.029 | —     | —     |
| 企业28 | 20220301 | 0.030 | —     | —     |

注：—代表低于检出限。

### 3 讨论

#### 3.1 质谱条件的优化

试验分别将浓度为200 ng/mL的5种植物生长调节剂的单一标准溶液通过针泵引入质谱系统,在ESI正负离子同时扫描的情况下寻找母离子,并对母离子进行子离子扫描和碰撞能优化,分别确定各化合物的碰撞电压、去簇电压参数,优化结果如表2所示。结果表明不同的化合物之间结构差异较大,电离行为也有所不同;4种植物生长调节剂也在正离子模式下灵敏度较高、稳定性较好,1种植物生长调节剂在负离子模式下有较好的灵敏度和稳定性。在两个子离子中,灵敏度高、稳定性和重复性好的为定量离子,次之的为定性离子。

#### 3.2 色谱条件的优化

本次试验中,使用Shim-pack GIST C<sub>18</sub>色谱柱(100 mm × 2.1 mm, 2 μm)对流动相的选择分别采用甲醇-0.1%甲酸溶液(含5 mmol/L乙酸铵)、

乙腈-0.1%甲酸溶液(含5 mmol/L乙酸铵),两个流动相系统,结果发现乙腈-0.1%甲酸溶液(含5 mmol/L乙酸铵)的色谱峰峰型较好一些,所以本次研究采用乙腈-0.1%甲酸溶液(含5 mmol/L乙酸铵)为流动相进行梯度洗脱。由于甲哌喹、矮壮素的峰形较差,故本次试验还对色谱柱进行了考察,继用Waters ACQUITY UPLC C<sub>18</sub>色谱柱(100 mm × 2.1 mm, 1.7 μm)采用上述流动相进行测定,结果5个待测成分的分离度较好,响应值较大。故本次植物生长调节剂研究采用上述色谱条件。

#### 3.3 前处理方法的选择

本试验采用改进 QuEChERS 法进行样品前处理,相较于传统固相萃取、液液萃取等方法具有明显优势。QuEChERS 法通过萃取盐析与分散固相萃取一步净化,即可有效去除中成药中大量淀粉、糖类、色素及脂类等基质干扰,尤其适用于小活络丸这类由胆南星、制川乌、制草乌等多味药材组成、基质复杂且干扰较强的复方制剂。

本次试验的盐包与净化包采用岛津的生长调节剂提取包,故在考察前处理方法时只对提取液进行了考察,分别比较了甲醇、乙腈、1%甲酸甲醇溶液、1%甲酸乙腈溶液,5%甲酸甲醇溶液、5%甲酸乙腈溶液对于5种植物生长调节剂的提取效率的影响,加标的质量为100 ng。结果表明,甲醇体系对待测物的提取率较低,可能该体系甲醇与水易互溶,共提物溶出较多,因此降低了甲醇对目标物的提取率。在乙腈-水体系中,加入少量的酸对提取效率无明显提高,且结果发现乙腈提取的回收率均在80%以上,故本次试验采用乙腈作为提取溶剂。试验还考查了,样品在氮吹结束后的溶解溶剂进行考察,分别使用乙腈和流动相初始比例[0.1%甲酸溶液(含5 mmol/L乙酸铵):乙腈为95:5]定容至2 mL,结果发现,乙腈定容的样品色谱峰峰型出现拖尾现象,故本次试验采用流动相初始比例进行样品溶解<sup>[16-19]</sup>。

#### 3.4 结果分析及方法评价

本次试验建立了LC-MS/MS筛查小活络丸中5种植物生长调节剂的方法,检测方法对标准曲线均采用基质加标的方法,排除了基质干扰,对149批次小活络丸样品,以及各3批胆南星、制川乌、制草乌、自制制剂中5种植物生长调节剂进

行测定。结果 13 个企业 14 批样品中检出甲哌鎗, 5 个企业 5 批样品检出胺鲜酯、4 个企业 7 批样品检出矮壮素, 但检出值均低于方法定量限。因《中国药典》2025 年版四部只提供植物生长调节剂检出限作为参考, 未规定限度值, 而一般报告限时大于等于定量限, 因此认为低于定量限, 可判断样品对残留量控制良好。故本次试验从测定结果可知, 149 批样品的 5 种植物生长调节剂均低于定量限, 故认为小活络丸中植物生长调节剂控制良好。说明 28 个生产企业在小活络丸的原料选择上, 监管有力, 基本未使用有使用生长调节剂的原料药, 原料使用在植物生长调节剂方面控制良好。

### 3.5 小结

本方法符合残留分析的要求, 该方法具有前处理简单, 专属性强、准确度高、耐用性强, 灵敏度高的优点, 可用于小活络丸中 5 种植物生长调节剂的快速筛查和确证, 为完善该制剂质量标准, 加强含毒性药材中成药的外源性污染物风险控制, 保障临床用药安全有效提供科学依据与技术支持<sup>[20-21]</sup>。

### 参考文献

- 1 王菲, 刘新, 南荣华, 等. 小活络丸中单酯型生物碱类成分含量测定及质量评价[J]. 药学前沿, 2025, 29(1): 59–65. [Wang F, Liu X, Nan RH, et al. Determination and quality evaluation of monoester alkaloids in Xiaohuoluo pills[J]. Frontiers in Pharmaceutical Sciences, 2025, 29(1): 59–65.] DOI: 10.12173/j.issn.2097-4922.202406115.
- 2 钱岩, 顾臣贤, 吴杨, 等. UPLC-MS/MS 法同时测定小活络丸中 3 种功效成分和 3 种毒性成分[J]. 中成药, 2022, 44(10): 3120–3125. [Qian Y, Gu CX, Wu Y, et al. Simultaneous determination of three effective constituents and three toxic constituents in Xiaohuoluo pills[J]. Chinese Traditional Patent Medicine, 2022, 44(10): 3120–3125.] DOI: 0.3969/j.issn.1001-1528.2022.10.007.
- 3 李雯婷, 张梦, 苗水, 等. 中国药典 2025 年版通则 2342 中药植物生长调节剂残留检测标准制订解读[J]. 中国现代应用药学, 2025, 42(20): 3495–3504. [Li WT, Zhang M, Miao S, et al. General chapter 2342 of the Chinese Pharmacopoeia 2025 edition: interpretation of the standard development for the detection of plant growth regulator residues in traditional Chinese medicines[J]. Chinese Journal of Modern Applied Pharmacy, 2025, 42(20): 3495–3504.] DOI: 10.13748/j.cnki.issn1007-7693.20252059.
- 4 张生杰, 马彦涛, 赵尚一, 等. 当归阿魏酸、藁本内酯含量与植物生长调节剂残留量的相关性研究[J]. 药学前沿, 2026, 30(4): 613–623. [Zhang SJ, Ma YT, Zhao SY, et al. Correlation study of ferulic acid and ligustilide levels with plant growth regulator residues in *Angelica sinensis*[J]. Frontiers in Pharmaceutical Sciences, 2026, 30(4): 613–623.] DOI: 10.12173/j.issn.2097-4922.202601067.
- 5 韦飞扬, 杜伟锋, 吴杭莎, 等. 植物生长调节剂在中药材种植方面的应用现状及其对中药材质量和产量影响的研究进展[J]. 中华中医药杂志, 2022, 37(3): 1587–1590. [Wei FY, Du WF, Wu HS, et al. Application of plant growth regulators in Chinese medicinal materials cultivation and reasearch progress of its impact on quality and yield of Chinese medicinal materials[J]. China Journal of Traditional Chinese Medicine and Pharmacy, 2022, 37(3): 1587–1590. [https://kns.cnki.net/kcms2/article/abstract?v=zthAAw\\_tMjS5-YAM1zEDiplrzIb0u7clp6CO8EHca1o9fl1vJn4s896WonBfpFyr1Ox6clref5TsqtYtfvq1bl85o9euHX27FD2SRlaEnUqDipZy76jlxnSYaHxQ8EdjWXczYcw\\_V8bdF2sL95n5cm3yi-\\_uDUMnxBQ0iqIHZ9oHtMYFK3Z4g==](https://kns.cnki.net/kcms2/article/abstract?v=zthAAw_tMjS5-YAM1zEDiplrzIb0u7clp6CO8EHca1o9fl1vJn4s896WonBfpFyr1Ox6clref5TsqtYtfvq1bl85o9euHX27FD2SRlaEnUqDipZy76jlxnSYaHxQ8EdjWXczYcw_V8bdF2sL95n5cm3yi-_uDUMnxBQ0iqIHZ9oHtMYFK3Z4g==).
- 6 伍蓉, 袁林, 谭美玲, 等. UPLC-MS/MS 法测定三峡库区地道药材木香中 7 种植物生长调节剂残留量[J]. 中国野生植物资源, 2025, 44(2): 19–27. [Wu R, Yuan L, Tan mL, et al. Determination of seven plant growth regulators residues in genuine medicinal herb *Aucklandia lappa* in the three gorges reservoir area by UPLC-MS/MS method[J]. Chinese Wild Plant Resources, 2025, 44(2): 19–27.] DOI: 10.3969/j.issn.1006-9690.2025.02.003.
- 7 胡云飞, 张腾腾, 汤瑜晨, 等. 植物生长调节剂在根及根茎类中药中调控机制的研究进展[J]. 中成药, 2023, 45(5): 1598–1602. [Hu YF, Zhang TT, Tang YC, et al. Research progress on the regulation mechanisms of plant growth regulators in root and rhizome Chinese medicinal herbs[J]. Chinese Traditional Patent Medicine, 2023, 45(5): 1598–1602.] DOI: 10.3969/j.issn.1001-1528.2023.05.034.
- 8 张生杰, 马彦涛, 朱雅君, 等. 植物生长调节剂在中药材中的应用及对其品质影响的研究进展[J]. 现代中药研究与实践, 2025, 39(4): 76–81. [Zhang SJ, Ma YT, Zhu YJ, et al. Research progress on the application of plant growth regulators in Chinese medicinal materials and its effect on quality[J]. Research and Practice on Chinese Medicines, 2025, 39(4): 76–81.] DOI: 10.13728/j.1673-6427.2025.04.013.
- 9 中国药典 2025 年版. 四部[S]. 2025: 360–368.
- 10 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. [Peng YJ, Chen LN, Yang M, et al. Determination of 19 plant growth regulators in ginseng and dietary exposure assessment by QuEChERS-UPLC-MS/MS[J]. Food Research and Development, 2025, 39(04): 76–81.] DOI: 10.12161/j.issn.1005-6521.2021.24.024.
- 11 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. [Chu WN, Li X, Han LL, et al. Simultaneous determination of 34 plant growth regulator residues in *Angelicae Dahuricae* Radix by UHPLC-MS/MS[J]. Chinese Journal of Modern Applied Pharmacy, 2023, 40(6): 783–791.] DOI: 10.13748/j.cnki.issn1007-7693.20222581.
- 12 袁娟丽, 卜俊文, 乐依荻, 等. 基于液质联用技术分析建昌帮蜜糠炒山药炮制过程中成分差异[J]. 药学前沿, 2025, 29(10): 1641–1650. [Yuan JL, Bu JW, Le YD, et al. Analysis of compositional

- differences during the processing of Jianchangbang honey bran stir fried yam using liquid chromatography-mass spectrometry technology[J]. *Frontiers in Pharmaceutical Sciences*, 2025, 29(10): 1641–1650.] DOI: [10.12173/j.issn.2097-4922.202506088](https://doi.org/10.12173/j.issn.2097-4922.202506088).
- 13 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. [Wei H, Jin HY, Wang Y, et al. Simultaneous determination of 23 plant growth regulator residues in Chinese materia medica by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. *Chinese Traditional and Herbal Drugs*, 2017, 48(8): 1653–1660.] DOI: [10.7501/j.issn.0253-2670.2017.08.026](https://doi.org/10.7501/j.issn.0253-2670.2017.08.026).
- 14 刘倩, 阎安婷, 王祺, 等. UPLC-MS/MS检测麦冬、金银花和枸杞子中4种植物生长调节剂的方法研究[J]. *中医药导报*, 2022, 28(12): 31–35. [Liu Q, Yan AT, Wang Q, et al. Study on detection of four plant growth regulators in Maidong(*Ophiopogonis Radix*), Jinyinhua (*Lonicerae Flos*) and Gouqizi (*Lycii Fructus*) by UPLC-MS/MS[J]. *Guiding Journal of Traditional Chinese Medicine and Pharmacy*, 2022, 28(12): 31–35.] DOI: [10.13862/j.cn43-1446/r.2022.12.006](https://doi.org/10.13862/j.cn43-1446/r.2022.12.006).
- 15 李翠芬, 李健华, 陈新国, 等. LC-MS/MS测定枸橼酸西地那非中磺酸酯类基因毒性杂质[J]. *药学前沿*, 2024, 28(12): 634–638. [Li CF, Li JH, Chen XG, et al. Determination of genotoxic impurity of sufonate ester in sildenafil citrate by LC-MS/MS.[J]. *Frontiers in Pharmaceutical Sciences*, 2024, 28(12): 634–638.] DOI: [10.12173/j.issn.2097-4922.202405143](https://doi.org/10.12173/j.issn.2097-4922.202405143).
- 16 李文君, 刘金华, 张勋, 等. 通过式QuEChERS-UPLC-MS/MS法测定芽苗菜中的5种植物生长调节剂[J]. *长春师范大学学报*, 2021, 40(6): 73–77. [Li WJ, Liu JH, Zhang Y, et al. Determination of five plant growth regulators in sprouts by QuEChERS-UPLC-MS/MS[J]. *Journal of Changchun Normal University*, 2021, 40(6): 73–77.] DOI:[10.3969/j.issn.1008-178X.2021.03.014](https://doi.org/10.3969/j.issn.1008-178X.2021.03.014).
- 17 蒋湘, 韦环, 黄燕红, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定麦冬、山药和菊花中14种植物生长调节剂[J]. *中国药师*, 2020, 23(2): 264–269. [Jiang X, Wei H, Huang YH, et al. Determination of 14 plant growth regulators in *Ophiopogon Japonicas*, *Chinese Yam* and *Chrysanthemum* by UPLC-MS/MS[J]. *Frontiers in Pharmaceutical Sciences*, 2020, 23(2): 264–269.] DOI: [10.3969/j.issn.1008-178X.2021.03.014](https://doi.org/10.3969/j.issn.1008-178X.2021.03.014).
- 18 张鑫, 陈衍斌, 王晓梅, 等. QuEChERS结合UPLC-MS/MS法同时测定龙生蛭胶囊中9种真菌毒素[J]. *西北药学杂志*, 2023, 38(2): 31–36. [Zhang X, Chen YB, Wang XM, et al. Simultaneous determination of 9 mycotoxins in Longshengzhi capsules by UPLC-MS/MS method with QuEChERS[J]. *Northwest Pharmaceutical Journal*, 2023, 38(2): 31–36.] DOI: [10.3969/j.issn.1004-2407.2023.02.006](https://doi.org/10.3969/j.issn.1004-2407.2023.02.006).
- 19 朱仁愿, 刘兴国, 白雯静, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定党参中18种植物生长调节剂残留量[J]. *分析试验室*, 2020, 39(12): 1450–1455. [Zhu RY, Liu XG, Bai WJ, et al. Simultaneous determination of 18 plant growth regulator residues in *Codonopsis Radix* by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. *Chinese Journal of Analysis Laboratory*, 2020, 39(12): 1450–1455.] DOI: [10.13595/j.cnki.issn1000-0720.2020.042903](https://doi.org/10.13595/j.cnki.issn1000-0720.2020.042903).
- 20 李青, 罗定强, 黄艳, 等. LC-MS/MS法筛查小活络丸中9种兽药残留[J]. *药学前沿*, 2025, 29(9): 1502–1508. [Li Q, Luo DQ, Huang Y, et al. Screening of 9 veterinary drug residues in Xiaohuoluo pills by LC-MS/MS[J]. *Frontiers in Pharmaceutical Sciences*, 2025, 29(9): 1502–1508.] DOI: [10.12173/j.issn.2097-4922.202505049](https://doi.org/10.12173/j.issn.2097-4922.202505049).
- 21 钱叶飞, 张超, 王亚琼, 等. LC-MS/MS法同时筛查清热解毒制剂中的山麦冬和山银花[J]. *中成药*, 2025, 47(2): 664–667. [Qian YF, Zhang C, Wang YQ, et al. Simultaneous screening of radix ophiopogonis and flos lonicerae in Qingrejiedu preparation by LC-MS/MS[J]. *Chinese Traditional Patent Medicine*, 2025, 47(2): 664–667.] DOI: [10.3969/j.issn.1001-1528.2025.02.049](https://doi.org/10.3969/j.issn.1001-1528.2025.02.049).

收稿日期: 2026年06月10日 修回日期: 2026年09月01日  
本文编辑: 周璐敏 沈静怡