



《中国药典》2020版

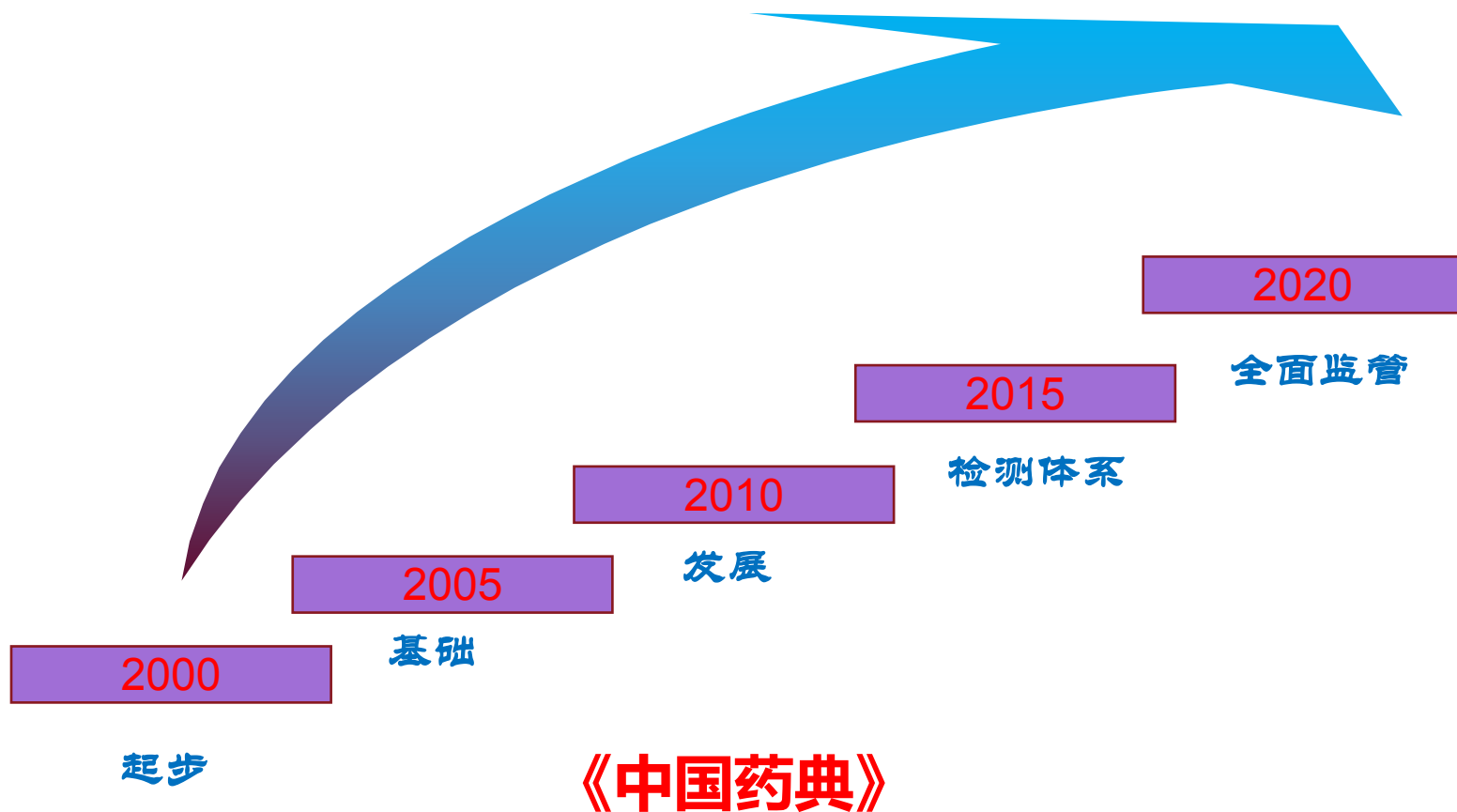
重金属及农残检测技术变化

王莹 金红宇

中国食品药品检定研究院

2020.10.25 成都

《中国药典》外源性有害残留物相关标准情况





2020版药典—重金属及有害元素

四部通则

- <0102>注射剂: 按各品种项下每日最大使用量计算, 铅不得超过 $12\mu\text{g}$, 镉不得超过 $3\mu\text{g}$, 砷不得超过 $6\mu\text{g}$, 汞不得超过 $2\mu\text{g}$, 铜不得超过 $150\mu\text{g}$;
- <9302> 中药有害残留物限量制定指导原则

五、重金属及有害元素一致性限量指导值 药材及饮片（植物类）

铅不得过 5mg/kg , 镉不得过 1mg/kg , 砷不得过 2mg/kg , 汞不得过 0.2mg/kg , 铜不得过 20 mg/kg ;

- <9304> 中药中铝、铬、铁、钡元素测定指导原则

检测方法

- <2321>铅镉砷汞铜测定法（原子吸收法、电感耦合等离子质谱法）
- <2322>汞、砷元素形态及价态测定法(HPLC-ICPMS)

< 2 3 2 1 > 铅 镉 砷 汞 铜 测定法

➤ 第一法：原子吸收分光光度法（AAS）

- ▣ 经典方法，前处理方法多样，准确、适用性好，仪器购置成本低；
- ▣ 检测效率低，灵敏度略低；

➤ 第二法：电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）

- ▣ 最先进的元素分析法，高灵敏度、高效率；
- ▣ 仪器购置及使用成本较高，砷的测定需防止干扰，汞测定需注意稳定性并防止污染；



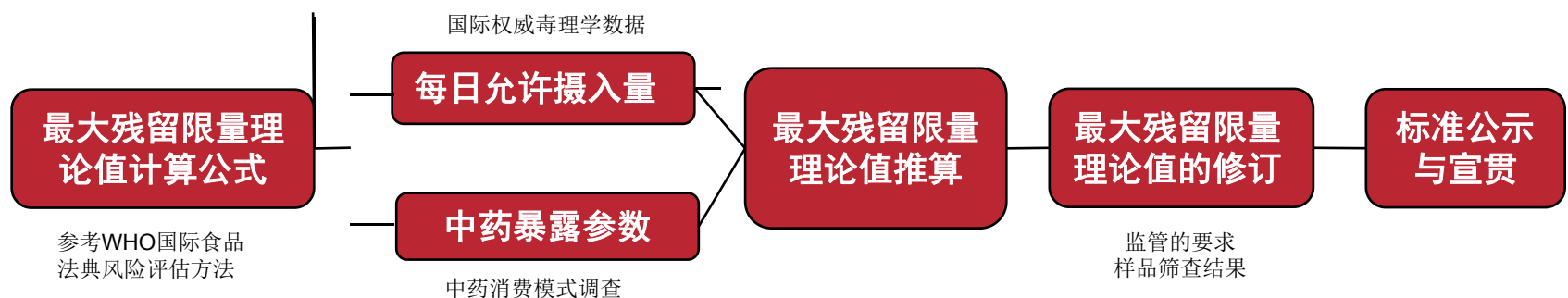


2020版药典—重金属及有害元素

一部品种

- 植物性药材及饮片：酸枣仁、栀子、山茱萸、桃仁、三七、人参、黄精、葛根、当归、白芷、黄芪、枸杞子、甘草、金银花、山楂、白芍、丹参、西洋参等18个药材品种；
- 矿物药：朱砂（二价汞限量检查，HPLC-ICPMS），雄黄（三价砷和五价砷限量检查）；
- 其它药材：阿胶、牡蛎、昆布、珍珠、海螵蛸、海藻、蛤壳、水蛭、蜂胶等；
- 提取物：人参茎叶总皂苷、人参皂苷、三七总皂苷、茵陈提取物、积雪草总苷等；
- 制剂：眊贝钙咀嚼片，妇必舒阴道泡腾片、活血止痛胶囊、紫雪散等。

植物药中重金属一致性限量指导值的制订



采用多阶段分层整群随机抽样和医院处方调查相结合的手段，开展中药使用模式调查，确立符合中药使用特点的暴露参数，结合毒理学评估结果及中药煎煮转移率，确定最大残留限量理论值。

$$L = \frac{A \times W}{M \times 10} \times \frac{AT}{EF \times ED} \times \frac{1}{t}$$

专家评议，管理部门评估

宣贯、征求意见，再评议

铅不得过 5mg/kg，镉不得过 1mg/kg，砷不得过 2mg/kg，汞不得过 0.2mg/kg，铜不得过 20 mg/kg；



2020版药典——农药残留

◆ 检测方法：<2341>农药残留量测定法

- 第一法：有机氯类农药残留量测定法-色谱法（黄芪、甘草、人参茎叶总皂苷、人参总皂苷）
- 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
- 第五法：药材及饮片（植物类）中禁用农药多残留测定法

◆ 通则

- <0212>药材和饮片检定通则：药材和饮片（植物类）中禁用农药不得检出

◆ 正文品种

- 药材及饮片：人参、西洋参、甘草、黄芪、红参
- 提取物：人参茎叶总皂苷、人参皂苷

检测指标

序号	农药名称	残留物
1	甲胺磷	甲胺磷
2	甲基对硫磷	甲基对硫磷
3	对硫磷	对硫磷
4	久效磷	久效磷
5	磷胺	磷胺
6	六六六	α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六
7	滴滴涕	p,p'-滴滴涕、o,p'-滴滴涕、p,p'-滴滴伊、p,p'-滴滴滴
8	杀虫脒	杀虫脒
9	除草醚	除草醚
10	艾氏剂	艾氏剂
11	狄氏剂	狄氏剂
12	苯线磷	苯线磷、苯线磷砒、苯线磷亚砒
13	地虫硫磷	地虫硫磷
14	硫线磷	硫线磷
15	蝇毒磷	蝇毒磷
16	治螟磷	治螟磷
17	特丁硫磷	特丁硫磷、特丁硫磷砒、特丁硫磷亚砒
18	氯磺隆	氯磺隆
19	胺苯磺隆	胺苯磺隆
20	甲磺隆	甲磺隆
21	甲拌磷	甲拌磷、甲拌磷砒、甲拌磷亚砒
22	甲基异柳磷	甲基异柳磷
23	内吸磷	内吸磷（异构体之和）
24	克百威	克百威、3-羟基克百威
25	涕灭威	涕灭威、涕灭威砒、涕灭威亚砒
26	灭线磷	灭线磷
27	氯唑磷	氯唑磷
28	水胺硫磷	水胺硫磷
29	硫丹	α -硫丹、 β -硫丹、硫丹硫酸酯
30	氟虫腈	氟虫腈、氟甲腈、氟虫腈砒、氟虫腈亚砒
31	三氯杀螨醇	三氯杀螨醇（异构体之和）
32	硫环磷	硫环磷
33	甲基硫环磷	甲基硫环磷





禁用农药名单42种

- 六六六、滴滴涕、毒杀芬、二溴氯丙烷、杀虫脒、二溴乙烷、除草醚、艾氏剂、狄氏剂、汞制剂、砷类、铅类、敌枯双、氟乙酰胺、甘氟、毒鼠强、氟乙酸钠、毒鼠硅、甲胺磷、甲基对硫磷（甲基1605）、对硫磷（1605）、久效磷、磷胺、苯线磷、地虫硫磷、甲基硫环磷、磷化钙、磷化镁、磷化锌、硫线磷、蝇毒磷、治螟磷（苏化203）、特丁硫磷、氯磺隆、福美肿、福美甲肿、百草枯水剂、胺苯磺隆、甲磺隆。
- 禁止在蔬菜、果树、茶叶和中草药材上使用（8种）：甲拌磷（3911），甲基异柳磷，内吸磷（1059），克百威（呋喃丹），涕灭威（神农丹、铁灭克），灭线磷，硫环磷，氯唑磷。

禁限用农药名录

一、禁止使用的 38 种农药

1. 六六六、滴滴涕、毒杀芬、二溴氯丙烷、杀虫脒、二溴乙烷、除草醚、艾氏剂、狄氏剂、汞制剂、砷类、铅类、敌枯双、氟乙酰胺、甘氟、毒鼠强、氟乙酸钠、毒鼠硅、甲胺磷、甲基对硫磷、对硫磷、久效磷、磷胺、苯线磷、地虫硫磷、甲基硫环磷、磷化钙、磷化镁、磷化锌、硫线磷、蝇毒磷、治螟磷、特丁硫磷；
2. 氯磺隆、福美肿、福美甲肿：自 2015 年 12 月 31 日起禁用；
3. 胺苯磺隆、甲磺隆：单剂产品自 2015 年 12 月 31 日起禁用，复配制剂产品自 2017 年 7 月 1 日起禁用；保留甲磺隆的出口境外使用登记。

二、限制使用的 19 种农药

中文通用名	限制使用范围
甲拌磷、甲基异柳磷、内吸磷、克百威、涕灭威、灭线磷、硫环磷、氯唑磷、水胺硫磷、灭多威、氧乐果、硫丹	禁止在蔬菜、果树、茶叶、中草药材上使用，禁止用于防治卫生害虫。
溴甲烷	禁止在草莓、黄瓜上使用。
三氯杀螨醇、氰戊菊酯	禁止在茶树上使用。
丁酰肼（比久）	禁止在花生上使用。
氟虫腈	除卫生用、玉米等部分旱田种子包衣剂以外，禁止在其他方面的使用。
毒死蜱、三唑磷	自 2016 年 12 月 31 日起，禁止在蔬菜上使用。

按照《农药管理条例》规定，任何农药产品使用都不得超出农药登记批准的使用范围。

不再受理登记许可，部分作物禁用	氧乐果、水胺硫磷、灭多威、杀扑磷、三氯杀螨醇，氰戊菊酯、硫丹、丁酰肼、毒死蜱、三唑磷、百草枯、磷化铝、溴甲烷、乙酰甲胺磷、丁硫克百威、乐果
最新时间表	硫丹、溴甲烷（2019年全面禁用） 涕灭威、甲拌磷、水胺硫磷（2018年退出） 灭线威、氧乐果、甲基异柳磷、磷化铝（2020年前退出） 氧化苦、克百威、灭多威（2022年前退出）

未列入检测指标的禁用农药品种

- 杀鼠剂：氟乙酰胺、甘氟、毒鼠强、氟乙酸钠、毒鼠硅；
- 重金属类农药：汞制剂、砷类、铅类、磷化钙、磷化镁、磷化锌；
- 熏蒸剂：二溴乙烷、二溴氯丙烷；
- 多异构体：毒杀芬；
- 难以获得对照品：敌枯双及代谢物敌枯唑；
- 难以采用常规气质、液质测定：百草枯；





针对禁用农药的部分法律规定

- 1982年农业部、卫生部联合颁布的《农药安全使用规定》中，明确规定了“高毒农药**不准用于**蔬菜、茶叶、果树、**中药材**等作物，不准用于防治卫生害虫”。
- 1997年5月8日颁布实施的《农药管理条例》中再次明确，“剧毒、高毒农药**不得用于**蔬菜、瓜果、茶叶和**中草药材**”。
- 2015年10月1日，新修订《食品安全法》，“**禁止**将剧毒、高毒农药用于蔬菜、瓜果、茶叶和**中草药材**等国家规定的农作物”
- 2016年《中华人民共和国中医药法》：第二十二条 国家鼓励发展中药材规范化种植养殖，严格管理农药、肥料等农业投入品的使用，**禁止在中药材**种植过程中使用剧毒、高毒农药，支持中药材良种繁育，提高中药材质量。



中华人民共和国中央人民政府

www.gov.cn

📧 📱 🌐 🗣️ 简 | 繁 | EN | 注册 | 登录



国务院

总理

新闻

政策

互动

服务

数据

国情

国家政务服务平台

首页 > 政策 > 中央有关文件

☆ 收藏 留言

中共中央 国务院关于促进中医药传承创新发展的意见

2019-10-26 18:24 来源：新华社

【字体：大 中 小】 打印 分享 更多

新华社北京10月26日电

中共中央 国务院关于促进中医药传承创新发展的意见

(2019年10月20日)

中医学是中华民族的伟大创造，是中国古代科学的瑰宝，也是打开中华文明宝库的钥匙，为中华民族繁衍生息作出了巨大贡献，对世界文明进步产生了积极影响。党和政府高度重视中医药工作，特别是党的十八大以来，以习近平同志为核心的党中央把中医药工作摆在更加突出的位置，中医药改革发展取得显著成绩。同时也要看到，中西医并重方针仍需全面落实，遵循中医药规律的治理体系亟待健全，中医药发展基础和人才建设还比较薄弱，中药材质量良莠不齐，中医药传承不足、创新不够、作用发挥不充分，迫切需要深入实施中医药法，采取有效措施解决以上问题，切实把中医药这一祖先留给我们的宝贵财富继承好、发展好、利用好。

◆ 大力推动中药质量提升和产业高质量发展。严格农药、化肥、植物生长调节剂等使用管理，**分区域、分品种完善中药材农药残留、重金属限量标准。**

□ 分阶段、分步骤严格中药中农残标准

- 国家命令禁止使用的农药（2020版药典）
- 植物生长素（已科研立项）
- 推进农药登记，解决常用农药限量标准问题（汇同农业部逐步推进）

□ 限量标准逐步严格（针对常用农药品种）

- 优先考虑食药两用品种
- 充分考虑药用和食用的差异
- 检测技术的成本及适用性





中华人民共和国国家标准

GB 2763—2019
代替 GB 2763—2016、GB 2763.1—2018

食品安全国家标准
食品中农药最大残留限量

National food safety standard—Maximum residue limits for pesticides in food

1. 突出高风险的禁限用农药，规定了27种禁用农药585项限量、16种限用农药311项限量。
2. 特色小宗作物限量标准显著增加。其中，新增人参、杨梅、冬枣、石斛、三七、枸杞子等119种特色小宗作物上804项限量，总数达到1602项，是2016版的2倍多。

◆ 我国农药残留限量标准增至7107项，与2016年版相比，新增农药50种，残留限量2967项。农业农村部将确保到2020年我国农药残留限量标准及其配套检测方法标准达到1万项以上。



关于2020年版《中国药典》实施有关问题的解答意见

来源：国家药典委员会 时间：2020-09-30 13:29:27 打印



1. 2020年7月3日发布的“国家药监局关于实施2020年版《中华人民共和国药典》有关事宜的公告（2020年第80号）”中规定本版药典自2020年12月30日起实施，请问是否可以提前执行？实施日期是否以产品生产日期为准？

答：2020年版《中国药典》自2020年12月30日起实施。实施日期前上市许可持有人或药品生产企业可执行原标准，也可执行2020年版《中国药典》。企业执行日期以企业内部质量管理记录载明的日期为准。

2. 2020年7月3日发布的“国家药监局关于实施2020年版《中华人民共和国药典》有关事宜的公告（2020年第80号）”第七条“本版《中国药典》已进行通用名称修订的药品，应使用本版《中国药典》中载明的名称，其原名称可作为曾用名过渡使用”，请问曾用名过渡使用期限是多久？

答：《中国药典》已进行通用名称修订的药品或药用辅料，应使用本版《中国药典》中载明的名称；曾用名可与本版《中国药典》中载明的名称同时使用至下一版药典正式实施。

3. 2020年7月3日发布的“国家药监局关于实施2020年版《中华人民共和国药典》有关事宜的公告（2020年第80号）”第六条“为符合本版《中国药典》要求，如涉及药品处方、生产工艺和原辅料来源等变更的，药品上市许可持有人、生产企业应按照《药品注册管理办法》以及有关变更研究技术指导原则和药品生产质量管理规范等要求进行充分研究和验证，按相应变更类别批准、备案后实施或报告”，请问提交变更期间执行什么标准？

答：因本版药典实施，涉及审批类变更的，应在本版药典实施前提出，审评审批期间仍可执行原标准；审批通过的，执行新标准；未经审批或备案的，不得实施。

4. 2020年版《中国药典》一部公开了历版药典未公开的251个品种的处方、制法，有的产品处方量与药典收载的略有出入（如处方量小数点公约数不同、处方中个别药味处方量略有差异），该如何执行？

答：如存在上述情况，应执行《中国药典》收载标准的处方量，并按照有关要求批准、备案后实施或报告。

5. 2020年版《中国药典》关于33种禁用农药的要求，是否需要每批产品都进行禁用农药检验？

答：2020年版《中国药典》中的相关规定是对中药质量的通用要求，相关生产企业应以确保中药质量、不得检出33种禁用农药为基本原则。是否批批检验可由企业根据实际情况掌握。



◆ 课题立项：药品医疗器械审评审批制度改革子课题

“中药材和饮片中农药残留限量标准研究”

◆ 研究期限：2016.7-2019.6；

◆ 10个药材品种；

◆ 总计1906批次；

◆ 检出禁用农药25种；

◆ 重点关注农药：克百威、甲拌磷、氟虫腈、水胺硫磷、
硫丹等；

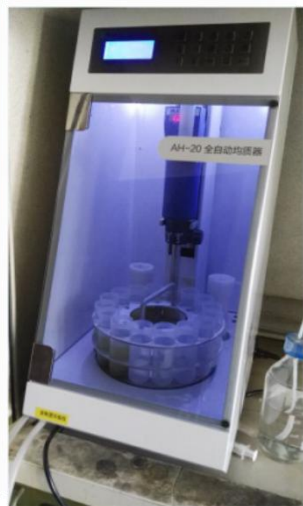
◆ 有检出的药材：当归、麦冬、金银花、陈皮、菊花、
三七、人参、鱼腥草、泽泻、半夏等。

植物药材中禁用农药多残留检测

基质
复杂，
如何
检测？

• 提取 (E)

- E1: 高速匀浆
- E2: 高速振荡



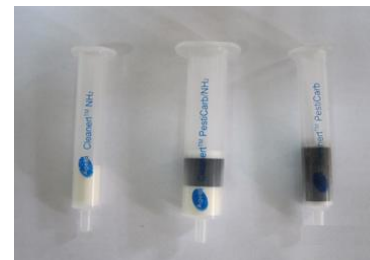
• 净化 (C)

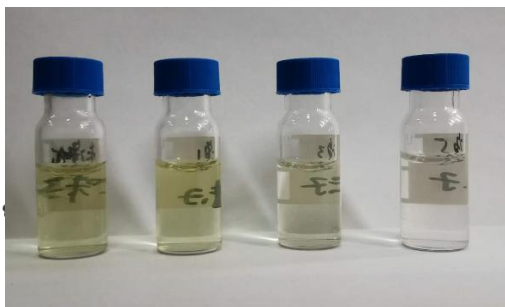
- C0: 不净化
- C1: 分散净化 (PSA+C₁₈)
- C2: 分散净化 (PSA+GCB)
- C3: QuEChERS法 (PSA+C₁₈ + GCB)
- C4: 固相萃取 (HLB柱)
- C5: 固相萃取 (氨基-石墨化碳复合柱)

- 减少杂质峰对测定的干扰
- 降低基质效应
- 削减系统污染，保证分析稳定性，降低维护成本

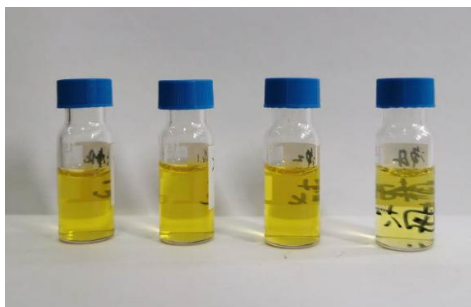
• 检测 (D)

- D1: 气相色谱串联质谱法(GCMSMS)
- D2: 液相色谱串联质谱法(LCMSMS)

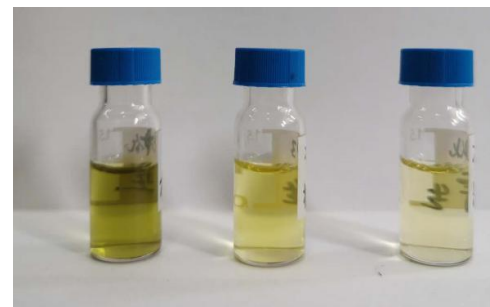




五味子C0/C1/C3/C5



菊花C0/C1/C2/C4

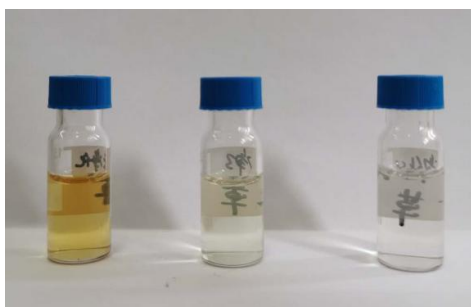


槲寄生C0/C3/C5

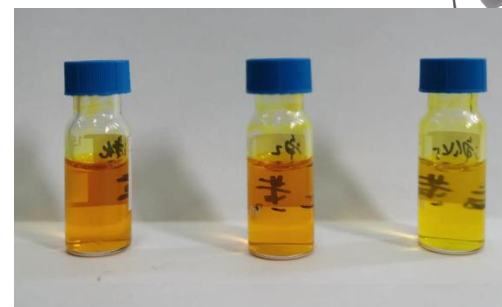
植物药材中禁用农药多残留净化



丁香C0/C1/C2/C4



甘草C0/C3/C4



姜黄C0/C2/C5



#	Name	人參C0	五味子C1	菊花C2	槲寄生C3	丁香C4	甘草C4	姜黃C5	金銀花C5	金銀花C3改	金銀花C5改	#	Name	人參C0	五味子C1	菊花C2	槲寄生C3	丁香C4	甘草C4	姜黃C5	金銀花C5	金銀花C3改	金銀花C5改
1	甲胺磷	87.57	104.91	84.88	57.20	78.73	110.69	119.22	89.34	144.19	92.50	35	艾氏剂	92.60	93.55	96.57	83.25	68.71	73.66	93.64	95.26	100.00	87.65
2	涕灭威亚砷	98.61	111.23	97.77	55.35	52.77	112.50	69.77	85.64	119.33	63.58	36	甲基对硫磷	98.16	105.46	90.02	87.38	96.11	96.24	94.83	93.08	105.94	99.23
3	久效磷	92.43	105.25	88.65	67.26	93.11	111.00	124.89	97.52	122.82	97.55	37	氟虫腈亚砷	89.51	101.04	93.29	91.01	92.63	102.08	93.29	101.43	102.47	90.09
4	涕灭威砷	91.54	123.42	90.99	60.14	105.39	109.80	126.27	91.00	118.06	88.28	38	氟虫腈	90.59	103.16	94.83	88.10	94.80	90.32	96.00	97.03	97.87	88.47
5	杀虫脒	92.36	100.94	92.07	67.58	85.42	69.93	109.16	102.47	91.83	86.52	39	对硫磷	96.37	92.41	96.16	95.95	95.91	83.61	91.65	93.40	101.17	113.23
6	3-羟基克百威	94.60	100.43	88.65	68.47	90.37	87.24	94.91	103.92	90.65	77.35	40	三氯杀螨醇	92.75	99.87	92.60	89.94	50.75	65.55	90.56	101.09	96.03	82.44
7	硫环磷	92.55	102.73	90.02	70.76	94.37	93.03	99.35	104.30	94.34	82.91	41	甲基异柳磷	93.17	78.17	90.17	82.57	96.54	90.34	92.07	95.68	99.71	87.20
8	苯线磷亚砷	95.77	100.64	89.47	75.91	95.51	91.24	96.59	105.63	94.88	99.49	42	水胺硫磷	95.93	87.58	94.39	126.48	88.51	80.61	93.33	99.55	100.54	89.60
9	磷胺	91.06	105.27	92.45	77.94	99.05	98.55	97.94	104.49	99.54	96.72	43	α-硫丹	92.73	102.52	89.88	92.27	83.88	82.12	99.33	105.42	99.22	87.04
10	涕灭威	91.95	89.07	82.68	73.17	102.31	75.85	88.02	110.06	102.23	86.09	44	氟虫腈砷	95.03	103.90	94.92	90.86	96.03	97.40	97.39	105.51	107.22	92.22
11	甲磺隆	108.51	102.27	52.14	7.46	89.60	93.98	0.10	0.01	59.42	77.48	45	p, p'-滴滴伊	90.48	100.05	94.34	87.79	36.72	54.33	93.66	100.93	97.81	85.16
12	苯线磷砷	100.53	104.30	88.94	74.99	93.14	98.05	97.76	105.00	97.24	98.94	46	狄氏剂	90.45	107.61	94.99	88.01	80.51	82.85	93.12	105.76	97.12	93.61
13	克百威	96.40	102.20	89.91	74.05	94.98	92.65	98.07	102.70	93.63	80.09	47	甲基硫环磷	97.09	94.15	88.01	82.53	91.90	101.77	104.64	86.58	89.72	88.10
14	氯磺隆	105.99	99.15	47.78	7.30	84.49	88.32	0.22	0.05	45.45	80.71	48	除草醚	92.68	113.25	85.23	81.78	61.60	73.35	84.25	102.67	96.96	98.15
15	甲拌磷亚砷	99.22	100.43	90.93	76.20	93.69	94.65	100.23	104.10	90.46	81.77	49	o, p'-滴滴涕	98.97	98.37	80.42	78.75	60.34	68.38	106.92	145.12	99.19	86.43
16	胺苯磺隆	109.17	102.55	38.83	4.99	85.93	81.74	0.11	0.01	86.83	89.03	50	p, p'-滴滴滴	91.04	97.79	104.40	90.69	55.15	70.59	89.03	97.33	94.97	82.12
17	内吸磷	120.98	85.31	106.39																			

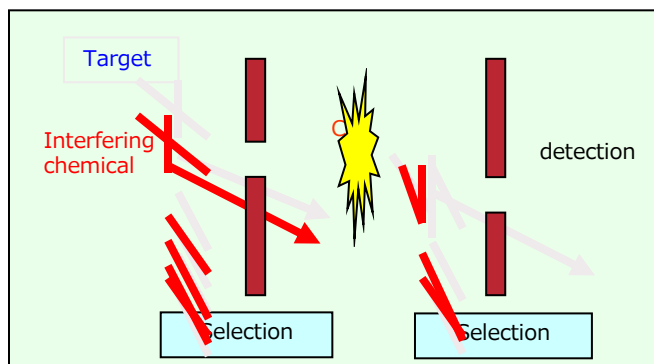


净化方法选择的一些经验

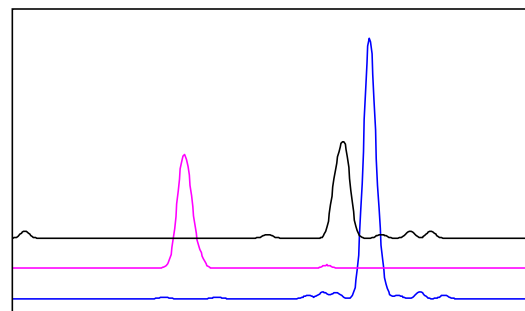
- ◆ C0：供试品溶液浓度不高，样品基质较为简单，基质效应可接受。适用于大多数药材（人参、枸杞子、麦冬、大枣、山药、白头翁、锁阳、防风、玫瑰花、肉豆蔻、款冬花、党参等）；
- ◆ C1：样品基质较为简单，有少许杂质干扰（五味子）；
- ◆ C2：样品基质较为简单，有少许色素干扰（菊花）；
- ◆ C3：基质效应明显，有较多色素干扰（槲寄生）；
- ◆ C4：有较大量杂质，尤其是挥发油干扰（陈皮、甘草、丁香）；
- ◆ C5：基质复杂，叶绿素等色素较多（金银花、桑叶、银杏叶、姜黄、茶叶）。

检测

串联质谱检测的特点：高灵敏度、高选择性，基质效应明显



MRM (MS/MS)



背景噪音降低, 信噪比增加

➤ 定性：重点关注灵敏度、假阳性、假阴性

➤ 定量：重点关注线性、基质效应



GCMSMS和LCMSMS方法检测指标对比



序号	农药名称	LC-MSMS	GC-MSMS
1	甲胺磷	√	
2	甲基对硫磷		√
3	对硫磷		√
4	久效磷	√	√
5	磷胺	√	
6	六六六		√
7	滴滴涕		√
8	杀虫脒	√	√
9	除草醚		√
10	艾氏剂		√
11	狄氏剂		√
12	苯线磷	√	√
13	地虫硫磷	√	
14	硫线磷	√	
15	蝇毒磷	√	√
16	治螟磷	√	√
17	特丁硫磷	√	√
18	氯磺隆	√	
19	胺苯磺隆	√	
20	甲磺隆	√	
21	甲拌磷	√	√
22	甲基异柳磷	√	√
23	内吸磷	√	√
24	克百威	√	
25	涕灭威	√	
26	灭线磷	√	√
27	氯唑磷	√	
28	水胺硫磷	√	√
29	硫丹		√
30	氟虫腈		√
31	三氯杀螨醇		√
32	硫环磷	√	
33	甲基硫环磷		√



基质效应：

基质效应：在对分析物的浓度或质量进行测定过程中，来自样品中其它化合物的一种或几种综合的影响，分析物在基质存在的情况下相对于纯溶剂当中有不同的响应，可能是使吸收信号增强，也可能是减弱。

$$\text{基质效应} = \frac{\text{在空白基质中的峰面积}}{\text{纯溶剂配制的峰面积}} \times 100\%$$

特点：多数情况下难以或不能被忽略；倾向于多变而且难以预知；不但不同基质，而且基质浓度不同，其影响也不同，极大影响残留分析准确性。在气相色谱中多表现为基质增强，液相色谱中多为基质减弱。通常，基质效应在80-120%范围内，可认为基质效应影响较小。

基质匹配校准曲线的制备：使用空白样品（或待测指标含量很低的样品），完全按照供试品溶液制备方法制备。用该溶液配制校准曲线。



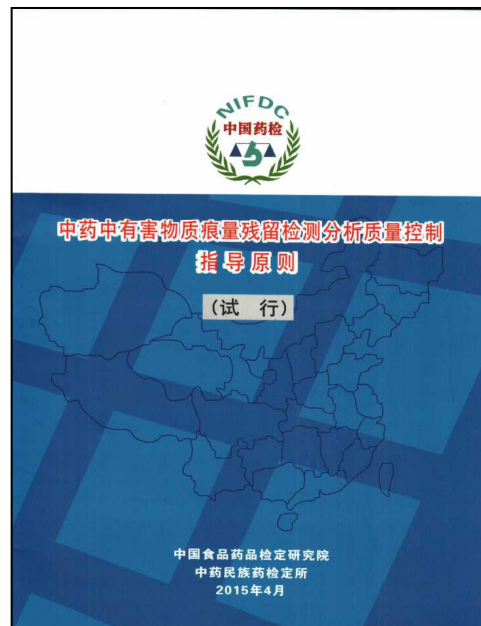
附注：

- ✓ 针对每一种中药材，如何选择具体的操作方法？
- ✓ 如何保证检测过程符合药典标准的要求，检测结论可靠？

- (1) 根据待测样品基质特点和方法确认结果，**选择一最适宜**的供试品溶液制备方法。
- (2) 本法使用**基质匹配标准曲线**法定量，空白基质样品为经检测不含待测农药残留的同品种样品。
- (3) 本法提供的监测离子对测定条件为推荐条件，各实验室可根据样品基质干扰情况和所配置仪器的具体情况对作**适当调整**，并确定定量离子对。每个监测指标选择不少于 2 个监测离子对。
- (4) 进行样品测定时，如果检出色谱峰的保留时间与对照品一致，并且在扣除背景后的质谱图中，所选择的 2 个监测离子对均出现，而且所选择的监测离子对峰面积比与对照品的监测离子对峰面积比一致（相对比例 $>50\%$ ，允许 $\pm 20\%$ 偏差：相对比例 $>20\% \sim 50\%$ ，允许 $\pm 25\%$ 偏差：相对比例 $>10\% \sim 0\%$ ，允许 $\pm 30\%$ 偏差；相对比例 $<10\%$ ，允许 $\pm 50\%$ 偏差），则可判断样品中存在该农药。如果不能确证，选用其他监测离子对重新进样确证或选用其他检测方式的分析仪器来确证，如选用高分辨率质谱等确证手段。
- (5) 加样回收率应在 $70\% \sim 120\%$ 之间。在满足重复性要求的情况下，部分农药回收率可放宽至 $60\% \sim 130\%$ 。

分析质量控制

- 提供符合成本-效益原则的质量控制体系；
- 保证分析结果的质量和有效可比性；
- 保证分析结果具有可接受的准确性；
- 保证排除了假阳性或者假阴性的结果。



日常按照法定标准检验：

- 随行线性、精密度、回收率、灵敏度；
- 排除了假阳性或者假阴性的结果；
- 报告科学、规范。



感谢您的聆听！

Email: wayi_1986@163.com

