**北沙参中多效唑残留检查项补充检验方法**

【检查】多效唑照气相色谱法（中国药典2020年版通则0521）和质谱法（中国药典2020年版通则0431）测定。

色谱、质谱条件与系统适用性试验用(50%苯基)-甲基聚硅氧烷为固定液的弹性石英毛细管柱（柱长为30m，柱内径为0.25mm，膜厚度为0.25μm）；进样口温度230°C，不分流进样；载气为高纯氦气（He）；进样口为恒压模式，柱前压力为49.7kPa；按下表规定进行程序升温；采用三重四级杆质谱检测器，电子轰击源（EI），离子源温度230°C，质谱传输接口温度230°C，进行多反应监测(MRM)，选择质荷比m/z236.0→125.1、236.0→167.1、236.0→132.1离子对进行监测。精密量取对照品溶液，精密吸取1μl，注入气相色谱-质谱联用仪，m/z236.0→125.1离子对色谱峰的信噪比应大于10:1。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 升温速率（℃/min） | 温度（℃） | 保持时间（min） |
| —  40  5  12 | 40  120  240  300 | 1  —  —  8 |

对照品溶液的制备精密量取多效唑对照品溶液适量，加乙腈制成每1ml含多效唑10ng的溶液，即得。

供试品溶液的制备取本品粉末（过三号筛）3g，精密称定，加1%乙酸15ml，浸泡30分钟，匀浆，加乙腈15ml，涡旋使充分混匀，加入无水硫酸镁与无水乙酸钠的混合粉末（4:1）7.5g，涡旋使充分混匀，再置振荡器上剧烈振摇（350次/min）3分钟，于冰浴中冷却10分钟，离心（5000转/min）5分钟。取上清液9ml，置已预先装有净化材料的分散固相萃取净化管[无水硫酸镁900mg，PSA 300mg，C18 300mg，硅胶300mg，石墨化炭黑90mg]中，涡旋使充分混匀，再置振荡器上剧烈振摇（350次/min）5分钟，离心（5000转/min）5分钟，精密吸取上清液5ml，氮气吹至0.4ml，乙腈定容至1ml，混匀，即得。

测定法分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各1µl，注入气相色谱-质谱联用仪，测定，记录色谱图。

判定原则：（1）供试品的提取离子流色谱中，未同时出现与对照品溶液色谱相应的色谱峰，视为未检出；（2）供试品的提取离子流色谱中，同时出现与对照品溶液色谱相应的色谱峰，且供试品色谱中236.00→125.10的色谱峰面积值不大于对照品溶液中相应的峰面积值者，视为未检出；（3）供试品的提取离子流色谱中，同时出现与对照品溶液色谱相应的色谱峰，且供试品色谱中236.00→125.10的色谱峰面积值大于对照品溶液中相应的峰面积值者，视为检出。

结果判定供试品的提取离子流色谱中，应不得检出与对照品溶液色谱相应的色谱峰。