

# 西洋参农药残留检测技术难点及优化策略研究

崔燕<sup>1\*</sup>, 巩腾飞<sup>1</sup>, 李萌<sup>2</sup>, 孟庆山<sup>1</sup>

(1. 威海市食品药品检验检测研究院, 威海 264200; 2. 烟台市药品审评查验服务中心, 烟台 264003)

**摘要:** 随着 2025 版《中国药典》对中药中农药残留的管控要求进一步严格, 且消费者对药品安全关注的持续升温, 农药残留成为制约中药产业升级的关键瓶颈。监管与市场的双重压力下, 检测技术领域研究被迫不断寻求突破。在当前背景下, 实现农药残留的准确检测和有效控制, 不仅关乎西洋参产品能否合规进入各级市场, 更是维系消费者信任、提升产业竞争力的基本前提。本文聚焦于西洋参农药残留检测所面临的技术挑战, 立足 2025 年新版《中国药典》农药残留量测定的具体要求, 详细剖析西洋参农药残留检测的技术难点, 系统评估当前主要的样品前处理技术以及 6 种农药残留检测技术的优缺点, 并探讨未来发展方向。由此, 相关监管部门、生产企业和科研机构可获得科学参考, 协力推动西洋参产业的质量提升与安全保障。

**关键词:** 西洋参; 农药残留; 检测技术; 质量

## 0 引言

西洋参(*Panax quinaculinum* L.)作为贵细药材代表性品种, 一直是中药材质量监管的重点对象, 在全球天然产品市场中占有举足轻重的地位。其独特的药用价值源于其复杂的化学成分, 这也使其在传统医药体系中备受瞩目<sup>[1]</sup>。作为高经济价值的农产品, 西洋参在种植、采收和加工过程中, 难以避免地会接触到各类农药<sup>[2]</sup>。这些农药的使用虽有助于防治病虫害、提高产量, 但也伴随农药残留的潜在风险, 不仅威胁人体健康, 更决定其产品能否通过日趋严格的药典标准与国际贸易准入审查<sup>[2]</sup>。目前, 国家标准不断更新和完善, 《中国药典》2025 年版在农药残留标准体系方面实现了重大突破, 首次建立了“禁用农药”与“使用农药”分类管理的双轨制体系。禁用农药体系方面新增种类近 42%, 新增使用农药体系, 首次收载中药中使用农药的限量标准, 共计 64 个。体现了“严宽相济, 因时施策”的标准制定原则。例如, 将克百威限量从 0.05 mg/kg 调整到 0.02 mg/kg。同时, 农药残留量测定方法通则也得到更新: 新增 2 项专项检测方法; 主流检测技术向高通量升级, 核心推广气相色谱-串联质谱(gas chromatography-tandem mass spectrometry, GC-MS/MS)法、液相色谱-串联质谱(liquid chromatography-tandem mass spectrometry, LC-MS/MS)法, 逐步替代传统 GC 法、高效液相色谱(high performance liquid chromatography, HPLC)法, 可实现 40 种以上农药残留同步

筛查, 检出限更低; 针对实操技术瓶颈, 在第五法(禁用农药多残留测定法)附注中新增“标准加入法”<sup>[3]</sup>。检测实验室在日益严格的监管环境下, 为契合最新法规要求, 持续投入资源进行方法开发和验证。由此, 总结西洋参的农药残留检测相关前处理技术, 整合不同方法的优缺点及适用范围, 解决方法选型盲目问题, 提升农药残留检测效率与准确性, 为标准制定提供支撑, 助力西洋参质量管控, 保障药材质量安全及产业健康发展。

## 1 西洋参农药残留检测的技术难点

西洋参农药残留检测的核心难点集中在 2 个维度: (1) 西洋参自身成分复杂性显著, 含多种活性成分, 易与目标农药发生相互作用, 由此引发基质干扰。(2) 残留农药种类繁多, 涵盖有机氯、有机磷等多个种类, 且部分农药痕量存在, 检出难度较高。此外, 部分农药半衰期长、化学性质稳定, 常规前处理难以实现完全分离提取。上述难点贯穿于样品制备、分析全过程。

### 1.1 基质效应的复杂性及其对分析的干扰

西洋参作为中药材, 富含人参皂苷、糖类、色素、有机酸、脂肪酸、蛋白质、多糖、黄酮和生物碱等多种内源性化合物<sup>[4]</sup>。这些复杂的基质成分在样品提取和检测过程中极易与目标农药残留物共萃取, 从而引起严重的基质效应<sup>[5]</sup>, 直接影响检测方法的灵敏度、准确性、稳定性和重现性。

罗婧等<sup>[6]</sup>通过检测西洋参中 60 种农药残留,发现大部分农药均表现出基质增强效应,尤其是 4 种有机磷农药和 4 种拟除虫菊酯类农药属于强基质效应。

这种复杂的基质本质就是一种干扰,不仅影响信号的准确性,还可能导致样品在固定相上发生不可逆吸附,降低目标分析物的回收率。由此可见,仅提升检测仪器的灵敏度,忽视样品基质的复杂性,不能从根本上解决痕量农药残留的准确检测问题。因此,克服基质效应需要开发具有高度选择性和特异性的样品前处理技术,才能实现目标农药与基质干扰物有效分离。

## 1.2 样品前处理的耗时性与易误差性

整个农药残留分析流程中,样品前处理是最为耗时且易引入误差的环节。西洋参这类复杂基质的检测准确性和效率,取决于样品前处理(包括提取和净化)是否高效。

步骤烦琐、溶剂消耗大,且对水样体积有限制<sup>[7]</sup>,是传统的样品前处理方法如液-液萃取的典型特征。快速、简便、廉价、有效、耐用、安全前处理方法(quick, easy, cheap, effective, rugged, safe, QuEChERS)和固相萃取(solid phase extraction, SPE)等现代前处理方法已显著简化了操作流程,然而针对西洋参的特殊基质仍需进行深入优化,以实现目标农药的充分提取和干扰物质的有效去除<sup>[5]</sup>。样品前处理的质量直接决定最终分析结果的可靠性。由此可见,持续创新样品前处理方法,例如开发新型吸附剂,将成为推动整个农药残留分析流程进步的核心驱动力。

## 1.3 多农药残留同时检测的复杂性

西洋参等中药材常检出多种农药残留,通常是由于不同类别农药的复合污染<sup>[8]</sup>。有研究者如罗婧等<sup>[6]</sup>对 30 批西洋参展开测定,针对 60 种农药残留进行筛查,结果显示 10 种农药被检出。化学性质方面,极性、稳定性、挥发性在不同类别农药间差异显著。以有机氯农药为例,其稳定性强、半衰期长但极性低;而有机磷农药极性较高,却易降解。由此,提取溶剂、净化材料及色谱质谱参数需依据农药特性调整,才能建立一套适用于多类别农药同步高效检测的通用方法<sup>[5]</sup>。

尽管 GC-MS/MS 和 LC-MS/MS 等联用技术已用于多残留分析,但仍存在部分农药或其代谢物难被覆盖的问题,或须依赖特殊前处理才能被检测。多种农药残留污染广泛存在及禁用农药的检出提示,当前监管和执行面临着严峻挑战。现有农药残留监测体系尚未完全囊括实际使用的全部农药种类,仍存在明显缺口,如噻虫嗪、噻虫胺等种植中使用量较大的新型农药,以及草铵膦等检测技术尚不成熟的农药尚未纳入检测范围。植物生长调节剂方面,仅少数品种涉及限量标准,全面覆盖远未实现。这意味着分析策略亟需从聚焦已知最大残留限量清单,转向关注提升应用更广泛的、非靶向的筛查能力,以识别未知或被禁用

的污染物。禁用农药的出现,也能反映出农业种植中非法使用、历史残留或交叉污染等问题,这要求监管与检测领域探索采取更全面的农药残留控制方法。

## 2 现有农药残留检测技术方法评估

当前,农药残留检测技术主要涵盖样品前处理和仪器检测两方面。针对西洋参的复杂基质,这两方面在检测过程中各有侧重,不同选择与搭配对检测结果的准确性与可靠性影响显著。

### 2.1 样品前处理方法

样品前处理是农药残留分析中关键一环,其效率和效果从根本上决定了最终检测结果的准确性。

#### 2.1.1 QuEChERS 方法

QuEChERS 方法凭快速、简便、经济、高效、坚固和安全的优点,成为目前全球食品和饲料实验室中最常用的农药残留分析方法之一。该方法仅需少量溶剂,即可实现 70%~120%的回收率和小于 5%的相对标准偏差(relative standard deviation, RSD),显著提高了实验室的效率<sup>[9]</sup>。猝灭剂的引入,亦可有效削弱背景荧光和不必要的信号干扰,检测的准确性得以进一步增强。

QuEChERS 应用广泛,但对于西洋参等复杂中药材基质,其传统的分散型固相萃取可能无法完全去除共萃取的基质残留,导致部分农药的回收率不理想或 RSD 较高<sup>[5]</sup>。解决此问题,可以优化吸附剂组合,通过优化乙二胺-N-丙基硅烷化硅胶(ethylenediamine-N-propylsilane, PSA)、十八烷基硅烷键合硅胶(octadecylsilane bonded silica gel, C<sub>18</sub>)等吸附剂的种类和比例来提高净化效果。例如,罗婧等<sup>[6]</sup>使用 QuEChERS-气相色谱-串联质谱法测定西洋参中农药残留,考察 PSA 和 C<sub>18</sub> 净化效果,发现 300 mg PSA, 300 mg C<sub>18</sub>, 900 mg 无水 MgSO<sub>4</sub> 净化效果好。

#### 2.1.2 固相萃取法

SPE 被广泛用于复杂基质中目标化合物的提取和净化。其高选择性可以有效分离分析物与干扰组分,回收率因而得以维持在较高水平。此外, SPE 溶剂消耗少、对环境友好、操作相对简便、易于实现自动化,并对痕量分析物具有较好富集能力,这使得检测灵敏度得以提升<sup>[7]</sup>。同时,传统 SPE 操作相对烦琐和耗时。

实际应用 SPE 时,亲水亲油平衡材料(hydrophilic-lipophilic balance, HLB)能进一步提高效率。例如,常利民等<sup>[10]</sup>使用 HLB 固相萃取法测定西洋参中 19 种禁用农药时,发现 HLB 固相萃取柱不仅具有良好净化效果,也能保证回收率,满足禁用农药残留测定的需求。

SPE 也可以与仪器在线联用。比如,李银龙等<sup>[11]</sup>将 SPE 与仪器分析(如 LC-MS/MS)在线结合使用,前处理过程由此实现全自动化,分析时间显著缩短,人工操作误差

得以避免, SPE 柱的重复利用率亦随之提高。

此外, 新型磁性 SPE 材料的发展, 如磁性共价有机框架材料、二维石墨烯衍生物, 展现出更优越的性能。萃取时间显著缩短, 吸附剂用量少, 富集倍数和吸附容量得到提高, 同时材料本身具备良好的化学和热稳定性。由此可见, 该类材料构成一种更具潜力的高效、便捷解决方案。

### 2.1.3 其他提取与净化方法

除了 QuEChERS 和 SPE, 常用的提取方法还包括震荡法、索氏提取法(S Soxhlet)、固相微萃取法、超临界流体萃取法和快速溶剂萃取法(accelerated solvent extraction, ASE)等。其中, 索氏提取法提取效率高, 但速度较慢。净化方法则涵盖液-液分配净化法、柱层析法(最普遍应用)、磺化法(常用于有机氯农药)、薄层层析法、离子交换层析法、凝胶渗透层析法、高压液相柱净化法和低温冷冻柱法等。对于基质复杂、难以净化的样品, 通常需要联合使用几种净化方法。未来, 将提取与净化步骤合二为一, 进一步简化流程、提升效率, 是该领域的重要发展方向。

样品前处理技术向自动化和集成化方向的演进, 折射出分析化学领域的重要趋势。手动样品制备的耗时和易出错性质是分析流程中的主要瓶颈。因此, 通过自动化、在线集成(如在线 SPE)以及开发新型材料(如磁性固相萃取)来简化和优化前处理过程, 已成为提升整体分析性能的关键。未来的发展趋势会优先考虑精简前分析阶段, 从而提升实验室的整体效率和成本效益。

## 2.2 仪器检测技术

样品前处理之后, 需借助高灵敏度和选择性的仪器, 对农药残留进行定性和定量分析。当前, 可应用于西洋参等农药残留检测方法主要包括 2 类: 一类是色谱-质谱联用技术, 如 GC-MS/MS 法、LC-MS/MS 法, 另一类是快速筛查和光谱技术, 包括酶抑制法、酶联免疫分析法(enzyme-linked immunosorbent assay, ELISA)、生物传感器检测法、光谱技术(红外光谱、拉曼光谱、高光谱成像等), 各方法优缺点及适宜类型如表 1 所示。

表 1 西洋参农药残留主要检测技术方法评估

方法名称	主要优点	主要缺点	适用农药类型
GC-MS/MS 法	高灵敏度、高选择性、高分辨率, 可多组分分析和结构鉴定, 有较强抗干扰能力	设备昂贵、操作维护复杂, 样品预处理时间长, 不适用于高极性、热不稳定或不挥发性农药	挥发性、热稳定性好的农药(如有机氯、有机磷、有机氮农药) <sup>[12]</sup>
LC-MS/MS 法	高分辨率、高灵敏度、高选择性, 适用于极性、热不稳定、高分子量和不挥发性农药, 可多组分分析和结构推断	设备昂贵、操作维护复杂, 基质效应可能导致信号抑制或增强, 影响定量准确性	极性、热不稳定、高分子量和不挥发性农药(如氨基甲酸酯、磺酰脲类农药) <sup>[11]</sup>
酶抑制法	操作简便、快速、成本低, 无需昂贵仪器, 易于掌握	无法定量, 灵敏度相对较低, 易受环境影响, 适用农药种类有限, 易出现检测难以开展的问题	有机磷和氨基甲酸酯类农药 <sup>[13]</sup>
ELISA 法	高灵敏度、准确性、特异性强, 快速简便, 适用于现场快速筛查	易出现假阴性或假阳性, 抗体制备困难, 多残留分析成本高	特定农药, 例如除草剂扑草净 <sup>[14]</sup>
生物传感器检测法	检测范围广、快速、灵敏、性能稳定、操作简单、成本低	选择性可能有限, 生物材料易失活, 影响长期稳定性	有机磷农药、新烟碱类杀虫剂等 <sup>[15]</sup>
光谱技术	无损、快速, 可结合机器学习进行分析, 高光谱成像可视化残留分布	基础拉曼信号弱, 灵敏度有限, 数据量大, 易受环境干扰, 需要复杂校准	广谱, 但更适用于表面残留或具有特定官能团的农药 <sup>[16]</sup>

## 3 农药残留检测技术方法的改善方向

西洋参农药残留检测所面临的挑战, 未来的技术发展应聚焦于以下 3 个方面。

### 3.1 发展更高效、自动化的样品前处理技术

作为分析流程中的主要瓶颈, 样品前处理的效率和自动化水平亟待提升。自动化、高通量的前处理系统, 例如自动化非分散型 QuEChERS 和在线 SPE 技术<sup>[17]</sup>应成为重点发展方向。这类技术能够显著削减人工干预, 减少操作误差, 并提高样品通量。同时新型吸附材料的探索与应用亦不可忽视。如磁性纳米材料、金属有机框架、共价有机框架等<sup>[11]</sup>的使用, 有望进一步提高提取效率、净化效果, 并降低溶剂消耗, 从而实现更绿色、更经济的样品前处理。高效的前处理技术为后续仪器分析奠定了可靠的基础。

FU 等<sup>[18]</sup>采用乙腈提取物结合固相萃取净化的方法, 加标农药的平均回收率逾 70%, 验证了该方法在复杂基质样品检测中的具有良好适用性。

### 3.2 提升检测方法的灵敏度、选择性和抗基质干扰能力

GC-MS/MS 和 LC-MS/MS 等联用技术已具备高灵敏度和选择性, 然而面对西洋参复杂基质的挑战, 检测性能仍需不断优化提升。色谱分离条件的调节、质谱离子源设计的改进、新型检测器的开发, 以及结合高分辨率精确质量质谱等方向, 被视为主要优化路径, 以期进一步提高其灵敏度和选择性<sup>[17]</sup>。同时, 基质效应的产生机制亦需要深入研究, 并据此发展更有效的基质效应补偿策略。实践中, 样品稀释、内标校准、基质匹配校准曲线或更彻底的净化方法, 可减轻信号抑制或增强现象。陈璐等<sup>[19]</sup>应用

GC-MS/MS法测定5类茶叶中15种农药残留时,发现使用基质标曲进行分析,能降低基质效应。该思路对于西洋参等复杂基质的农残检测同样具有参考价值。

采用QuEChERS改良法,通过调整吸附剂(如添加PSA、C<sub>18</sub>与石墨烯复合吸附剂)选择性吸附皂苷、多糖等干扰成分,提升净化效果;结合SPE或分散液液微萃取,强化目标农药与基质的分离,降低基质效应。例如BRUCE-VANDERPIJJE等<sup>[20]</sup>在分析人参根样品中20种有机氯农药时,针对每种方法,通过优化样品质量、溶剂体积和吸附剂质量,筛选出能从复杂样品基质中有效分离目标分析物的最佳组合。

### 3.3 开发多残留同时检测方法,覆盖更广的农药种类

当下,多残留分析方法已成为主流技术,然仍有部分农药难以纳入常规检测体系,尤其是高极性、离子型或具有复杂残留定义的农药种类。更普适、更全面的多残留分析方法亟待开发,以应对农药种类持续扩增的现实需求。禁用农药和未知代谢产物的筛查能力需进一步增强,中药材的农药污染状况才能得到更完整评估。近年来,已有研究在多残留方法的拓展方面取得积极进展。如黄学者等<sup>[21]</sup>针对根茎类、花叶类、籽实类、全草类和皮类5种类型中药材基质,建立了简便、快速和高通量的检测方法,单次进样可同时检测400多种农药残留。YUE等<sup>[22]</sup>对人参中的90种农药残留进行测定。经过分析人参中的假阳性率和筛查检出限分析后,最终确认73种农药适用于人参中农药残留的快速实际分析。

## 4 结束语

西洋参作为全球重要的药用植物,其农药残留检测与有效控制是保障公众健康和维护产业声誉之关键。当前,我国的中药材标准化体系于全面监管参类产品质量方面尚存不足<sup>[4]</sup>,此完善过程仍在持续推进中。西洋参农药残留检测面临多重技术挑战,对检测方法灵敏度、选择性、抗干扰能力和自动化水平提出了更高要求。综上所述,确保西洋参的药用安全性和市场竞争力,需要监管机构、科研院所和生产企业共同努力,在农药残留检测技术方面持续投入和创新<sup>[23]</sup>。通过融合创新多种新技术、新方法,构建全方面质量控制体系,方能切实推进西洋参产业的高质量可持续发展<sup>[4]</sup>。

### 参考文献

- [1] 陈健,曹珊,祁祥,等.西洋参本草考证及其现代研究进展[J].中草药,2025,56(19):7259-7272.
- [2] 任理雪,邓高琼,龙婉君,等.中药材中常见农药残留及其研究进展[J].中国中药杂志,2022,47(11):2899-2908.
- [3] 李浩,申明睿,张鹏,等.2025年版《中国药典》一部主要增修订内容介绍[J].中国药品标准,2025,26(1):17-22.
- [4] 于晓艳,张宇弛,方粟一,等.西洋参的化学成分和药理作用研究进展[J].中医中药,2024,52(4):99-104.
- [5] CHAO J, LI X, XINGYU W, et al. Simultaneous determination of 147

pesticide residues in Traditional Chinese Medicines by GC-MS/MS [J]. ACS Omega, 2023, 8(31): 28663-28673.

- [6] 罗婧,宋超,陈曦,等. QuEChERS-气相色谱-串联质谱法快速测定人参、西洋参、太子参及三七中60种农药残留[J/OL]. 特产研究, 1-12. [2026-03-27]. <https://doi.org/10.16720/j.cnki.tcyj.2024.141>
- [7] 崔春雨,杨宇婷,肖丽,等.液-液萃取法从金银花中分离纯化绿原酸[J].山东化工,2020,49(10):24-25.
- [8] XIAO J, XU X, WANG F, et al. Analysis of exposure to pesticide residues from Traditional Chinese Medicine [J]. Journal of Hazardous Materials, 2019, 365857-867. DOI: 10.1016/j.jhazmat.2018.11.075. 365: 857-867
- [9] GONZÁLEZ-CURBELO MÁ, SOCAS-RODRÍGUEZ B, HERRERA-HERRERA AV, et al. Evolution and applications of the QuEChERS method [J]. TrAC Trends in Analytical Chemistry, 2015, 71: 169-185.
- [10] 常利民,汪春明,施鹏斐,等.气相色谱串联质谱法测定黄芪和西洋参中19种禁用农药[J].质量安全与检验检测,2023,33(2):6-16.
- [11] 李银龙,聂雪梅,杨敏莉,等.新型磁性固相萃取材料在食品样品前处理中的应用进展[J].食品科学,2022,43(5):295-305.
- [12] 樊成.3种固相萃取新技术在食品检测前处理中的应用[J].食品安全质量检测学报,2020,11(14):4678-4684.
- [13] 柳丽丽,陈莎,任仁.有机氯农药的固相萃取前处理技术和分析方法[J].北京工业大学学报,2003(1):68-72.
- [14] 柯童炜,骆骄阳,秦家安,等.胶体金免疫层析法快速检测中药材中除草剂扑草净残留[J].药物分析杂志,2024,44(1):174-184.
- [15] 李瑶,涂济源,罗可馨,等.生物传感器在新烟碱类农药残留检测中的应用研究进展[J].食品科学,2024,45(15):316-328.
- [16] MANGGALA B, CHAICHANA C, SYAHPUTRA WNH, et al. Pesticide residues detection in agricultural products: A review [J]. Natural and Life Sciences Communications, 2023, 22(3): 49.
- [17] BUETTNER A, POLLEY J, HARDEBUSCH B, et al. Automation of a modular method (EN 1528) for analysis of GC-amenable pesticides in food of animal origin [J]. Journal of Chromatography A, 2024, 1741465620. DOI: 10.1016/J.CHROMA.2024.465620
- [18] FU Y, ZHANG J, QIN J, et al. Representative matrices for use in matrix-matched calibration in gas chromatography-mass spectrometry for the analysis of pesticide residues in different types of food-medicine plants [J]. Journal of Food Composition and Analysis, 2022, 111. DOI: 10.1016/J.JFCA.2022.104617
- [19] 陈璐,李怀平,王顾希,等.GC-MS/MS法测定5类茶叶中15种农药残留产生的基质效应研究[J].计量与测试技术,2024,50(12):7-10,15.
- [20] BRUCE-VANDERPIJJE P, MEGSON D, RYU SH, et al. A comparison of the effectiveness of QuEChERS, FaPEx and a modified QuEChERS method on the determination of organochlorine pesticides in ginseng [J]. Public Library of Science One, 2021, 16(1): e0246108.
- [21] 黄学者,崔宗岩,葛娜,等. QuEChERS-气相色谱-串联质谱法高通量筛查植物源中药材中460种农药残留[J].农药学报,2021,23(4):754-770.
- [22] YUE KX, LI HL, PI ZF, et al. Multiresidue screening of pesticides in Panax Ginseng C. A. Meyer by ultra-high-performance liquid chromatography with quadrupole time-of-flight mass spectrometry [J]. Journal of Separation Science, 2022, 45(10): 1702-1710.
- [23] 王莹,申明睿,刘芫汐,等.2025年版《中国药典》中药中外源性有害残留物检测标准制修订解读与思考[J].中国药品标准,2025,26(1):83-92.