展[J]. 卫生研究,2012, 41(2): 341-344.
[7] 王淑真,杨宝兰,王淑颖,等. 椰毒假单胞菌酵米面亚种新鉴别培养基的研究[J]. 中国食品卫生杂志,1989,1(3):10-12.
[8] 何树森,吴乐,骆世银,等. 椰毒假单胞菌酵米面亚种选择性培养基研究[J]. 中国公共卫生,1994,10(12):547-548.
[9] 中华人民共和国卫生部,中国国家标准化管理委员会. 食品卫生微生物学检验 椰毒假单胞菌酵米面亚种检验:GB/T 4789.29—2003[S]. 北京:中国标准出版社,2003.
[10] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会. 食品安全国家标准 食品微生物学检验 培养基和试剂的质量要求:GB 4789.28—2013 [S]. 北京:中国标准出版社,2013.
[11] 李晓琍,杨祖顺,国译丹,等. 椰毒假单胞菌酵米面亚种食物中毒的病原分离鉴定[J]. 中国食品卫生杂志,2016,28(1):36-39.
[12] 赵怀龙,付留杰,唐功臣. 我国主要的食源性致病菌[J]. 医学动物防制,2012,28(11):1212-1216.
[13] 焦振泉,曹玮,余东敏,等. 椰酵假单胞菌与唐菖蒲伯克霍尔德菌 16S~23S rRNA 基因间区序列的比较研究[J]. 中国食品卫生杂志,2008,20(3):197-203.
[14] 田维丽,周长林,潘俊. 一起椰毒假单胞菌酵米面亚种引起的食物中毒调查[J]. 安徽预防医学杂志,2010,16(1):63-64.
[15] 黄庭轩,赵梦馨,周帼萍,等. 利用 *recA* 基因序列分析鉴定云南酵米面中伯克霍尔德菌属分离株[J]. 中国食品卫生杂志,2017,29(5):526-533.

实验技术与方法

QuEChERS-固相萃取-高效液相色谱-串联质谱法快速测定鸡蛋和鸡肉中氟虫腈及其代谢产物

夏义平[1],尹啸冰[2],林肖惠[1],田阳光[2]
(1. 天津市疾病预防控制中心,天津 300011; 2. 天津市河西区疾病预防控制中心,天津 300201)

摘 要:目的 建立一种 QuEChERS-固相萃取(SPE)-高效液相色谱-串联质谱快速测定鸡蛋和鸡肉中氟虫腈及其代谢产物残留的方法。**方法** 鸡蛋和鸡肉样品经水-乙腈涡旋提取、QuEChERS 盐析,SPE 净化后,以 XR-ODS 柱(50 mm×3.0 mm,2.0 μm)为分析柱,以乙腈-水为流动相进行梯度洗脱,以负离子喷雾模式电离,多反应离子监测方式进行定性及定量检测。**结果** 在 0.5~20.0 μg/L 的线性范围内,氟虫腈及其代谢产物的回归方程均呈良好的线性关系,$r>0.999\,2$。氟虫腈、氟虫腈亚砜、氟虫腈砜、氟甲腈的检出限分别为 0.2、0.05、0.05、0.05 μg/kg,在添加水平为 0.5、2.0、10.0 μg/kg 时,平均回收率在 84.1%~105.2% 之间,相对标准偏差(*RSD*)在 1.3%~6.1% 之间。**结论** 该方法前处理简便快捷,灵敏度和准确度均较高,精密度较好,适用于鸡蛋和鸡肉中氟虫腈及其代谢产物残留的检测。

关键词: QuEChERS; 鸡蛋; 鸡肉; 氟虫腈; 高效液相色谱-串联质谱; 兽药残留; 检测方法
中图分类号:R155 **文献标识码:**A **文章编号:**1004-8456(2018)04-0395-06
DOI:10.13590/j.cjfh.2018.04.012

Rapid determination of fipronil and its metabolites in egg and chicken by QuEChERS-solid phase extraction-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

XIA Yi-ping[1], YIN Xiao-bing[2], LIN Xiao-hui[1], TIAN Yang-guang[2]
(1. Tianjin Center for Disease Control and Prevention, Tianjin 300011, China;
2. Tianjin Hexi District Center for Disease Control and Prevention, Tianjin 300201, China)

Abstract: Objective To develop a method for determination of fipronil and its metabolites in egg and chicken by QuEChERS-solid phase extraction (SPE)-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry. **Methods** Egg and chicken samples were extracted by water-acetonitrile, the organic phase were salted out by QuEChERS, then cleaned up by SPE, loaded on a shimadzu XR-ODS column (50 mm×3.0 mm, 2.0 μm). Acetonitrile-water was used as the mobile phase gradient elution with negative ion spray mode ionization and multi-reactive ion monitoring (MRM) method for qualitative and quantitative detection. **Results** The matrix-matched calibration curve of

收稿日期:2018-02-09
作者简介:夏义平 男 主管技师 研究方向为食品安全及应急检测 E-mail:XYP_76@163.com
通信作者:马永民 男 主任技师 研究方向为食品安全及应急检测 E-mail:13662055367@163.com

fipronil and its metabites showed a good linear within the concentration range from 0.5 to 20.0 μg/L ($r > 0.999\ 2$), the average recovery of fipronil and its metabolites at the spiked levels of 0.5, 2.0 and 10.0 μg/kg was from 84.1% to 105.2%, and the relative standard deviation (*RSD*) was between 1.3% and 6.1%. The detection limits of fipronil, fipronil sulfone, fipronil sulfide, fluoronitrile were 0.2, 0.05, 0.05, 0.05 μg/kg, respectively. **Conclusion** The method is simple rapid, highly sensitive and accurate. It is suitable for the detection of fipronil and its metabolites in egg and chicken.

Key words: QuEChERS; egg; chicken; fipronil; high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; veterinary drug residue; detection method

2017 年 8 月初以来,欧洲多国相继爆出“毒鸡蛋”丑闻。德国、荷兰、比利时、英国、法国、中国香港和中国台湾等近 20 个国家和地区相继通报发现了问题鸡蛋,使“毒鸡蛋”事件发酵成世界范围内的重大食品安全事件。2017 年 7 月 30 日,德国联邦风险评估研究所(BfR)的报告显示,比利时产鸡蛋中氟虫腈(以氟虫腈及氟虫腈砜计)的范围为 0.003 1 ~ 1.2 mg/kg,鸡肉中氟虫腈(以氟虫腈及氟虫腈砜计)的范围为 0.001 5 ~ 0.015 6 mg/kg。急性膳食暴露结果[1]显示,对婴儿(体重≤8.7 kg)经鸡蛋摄入氟虫腈的暴露量占氟虫腈急性参考剂量(ARfD)的 166%,提示有健康风险。我国 GB 2763—2016《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》禁止在鸡蛋和鸡肉中使用氟虫腈[2]。目前,关于氟虫腈检测现行有效的国家标准和行业标准[3-6]主要针对水果、蔬菜、茶叶等样品,SN/T 1982—2007《进出口食品中氟虫腈残留量检测方法 气相色谱-质谱法》[3]中涉及鸡肉样品,但仅检测了氟虫腈原药。在动植物体内,氟虫腈代谢产物主要有氟虫腈亚砜、氟虫腈砜、氟甲腈,均具有一定毒性,对于脊椎动物,氟虫腈砜的毒性是氟虫腈的6 倍,氟甲腈是氟虫腈原药的 9 倍[7]。从食品安全角度考虑,建立氟虫腈及其代谢产物的残留检测方法是了解氟虫腈及其代谢产物在鸡蛋中的污染状况,评估氟虫腈及其代谢产物经鸡蛋摄入风险的先决条件。

目前,关于氟虫腈及其代谢产物的检测方法有气相色谱-质谱(GC-MS)法[8-11]和液相色谱-串联质谱(LC-MS/MS)法[12-19]。但是,这些方法主要针对的是蔬菜、水果、谷物和土壤中的氟虫腈及其代谢产物残留检测。ZHANG 等[17]建立的检测鸡蛋和鸡肉中氟虫腈残留 LC-MS/MS 法,但仅涉及氟虫腈原形药物,未涉及其代谢物的分析。刘善菁等[18]和时逸吟等[19]建立了鸡蛋鸡肉中氟虫腈及其代谢产物残留的 LC-MS/MS 法,但在负离子模式下采用 0.1% 甲酸水-0.1% 甲酸体系作为流动相有减弱氟虫腈及其代谢产物残留离子化的效应,对检测仪器的要求较高。本试验利用 QuEChERS 盐析,固相萃取(SPE)净化,建立了鸡蛋和鸡肉中氟虫腈及其代谢产物残留量测定的高效液相色谱-串联质谱(HPLC-MS/MS)法,该方法前处理简便快捷,灵敏度和准确度均较高,精密度较好,适用于鸡蛋和鸡肉中氟虫腈及其代谢产物残留的检测,为保障食品安全提供技术支持。

1 材料与方法

1.1 主要仪器与试剂

LCMS-8040 液相色谱-串联质谱仪(日本 SHIMADZU),超纯水器,漩涡振荡器,QuEChERS、PRiME HLB 固相萃取柱均购自美国 Waters,Phree 去磷脂小柱(美国 Phenomenex),PSA 分散固相萃取试剂(博纳艾杰尔科技有限公司)。

标准品:氟虫腈(CAS:120068-37-3,99.0%)、氟虫腈砜(CAS:120068-36-2,99.0%)、氟虫腈亚砜(CAS:120067-83-6,98.5%)、氟甲腈[CAS:205650-65-3,(100 ± 0.09) μg/ml]均购于德国 Dr. Ehrenstorfer,乙腈(HPLC 级)。

1.2 方法

1.2.1 标准溶液的配制

称取氟虫腈及其代谢产物标准品 10.0 mg(精确至 0.000 1 g),置于 100 ml 容量瓶中,加乙腈溶解并定容至刻度,配制成浓度为 100 mg/L 的标准储备液,储存于 4 ℃ 冰箱中;临用前,用乙腈配制成 10 mg/L的混合标准中间溶液,再用空白提取液稀释成 0.5、1.0、2.0、5.0、10.0、20.0 μg/L 的标准系列溶液。

1.2.2 样品前处理

准确称取均质后样品 5.0 g,置于 50 ml 离心管中,加入 10 ml 纯水,振荡涡旋 1 min,加入 10 ml 乙腈,振荡涡旋 5 min,加入 QuEChERS 试剂管(4 g 硫酸镁、1 g 氯化钠、1 g 无水柠檬酸钠、0.5 g 柠檬酸二钠)振荡涡旋 2 min,10 000 r/min 离心 5 min,取上清液 3 ml,过 PRiME HLB 柱,弃去初滤液,收集续滤液,过 0.22 μm 滤膜,HPLC-MS/MS 进样分析。

1.2.3 仪器条件

液相色谱:shim-pack XR-ODS 柱(50 mm × 3.0 mm, 2.0 μm),柱箱温度 40 ℃,流速

0.5 ml/min,进样量 10 μl,流动相:A 为乙腈,B 为水,梯度洗脱程序见表 1。

表 1 流动相梯度洗脱程序

Table 1 Condition of gradient elution

时间/min	乙腈/%	水/%
0.0	60	40
0.5	60	40
4.0	100	0
4.5	100	0
4.6	60	40
7.0	60	40

质谱:电离模式为电喷雾负离子模式(ESI-),多反应监测模式(MRM),离子源接口电压 1.5 kV,离子源接口温度 300 ℃,电压雾化器流量 3.0 L/min,加热气流量 10 L/min,干燥气流量 10 L/min,脱溶剂温度 250 ℃,加热块温度 400 ℃,其他质谱参数见表 2。

表 2 氟虫腈及其代谢产物的 MRM 参数

Table 2 MRM parameters of fipronil and its metabolites

化合物	前体离子 /(m/z)	产物离子 /(m/z)	Q1 预电压/eV	碰撞电压 /eV	Q3 预电压/eV
氟甲腈	387.1	282.05	19	32	19
	387.1	351.00	19	13	17
氟虫腈亚砜	419.0	383.00	21	12	18
	419.0	261.95	21	29	17
氟虫腈砜	451.0	414.95	22	15	20
	451.0	282.05	22	28	13
氟虫腈	435.0	329.95	21	15	16
	435.0	249.95	21	26	17

2 结果与分析

2.1 质谱参数的优化

在氟虫腈的结构中存在数目较多的强吸电子基团(F,Cl,CN),电子云明显偏向上述基团,使得分子中的氢原子极易失去,形成负离子,因而选择 ESI 负离子模式下优化氟虫腈及其代谢产物的质谱参数[9]。本试验采用 Lab Solutions LCMS-MRM 最优化功能对 4 种化合物母离子、子离子、Q1 预电压、Q3 预电压、碰撞能等参数进行优化,优化结果见表 2。

2.2 HPLC 条件的优化

本试验分别考察了 waters BEH C_{18} 色谱柱、shim-pack XR-ODS 色谱柱和 HSS T_3 色谱柱对目标化合物的分离效果,结果显示,shim-pack XR-ODS 色谱柱对氟虫腈及其代谢产物有分离好、峰形对称、灵敏度高等优点,故本试验选择 shim-pack XR-ODS 色谱柱。根据氟虫腈及其代谢产物的化学结构可知其 pH 值适中,故采用常见的乙腈-水流动相体系可得到较好的分析效果,且峰形对称,无拖尾。氟虫腈及其代谢产物在 shim-pack XR-ODS 色谱柱的总离子流图和 MRM 图提取离子色谱图见图 1 和 2。

2.3 净化方法的选择

针对蔬菜、水果、土壤等样品,文献报道的氟虫腈及其代谢产物的净化多采用 SPE、固相微萃取、

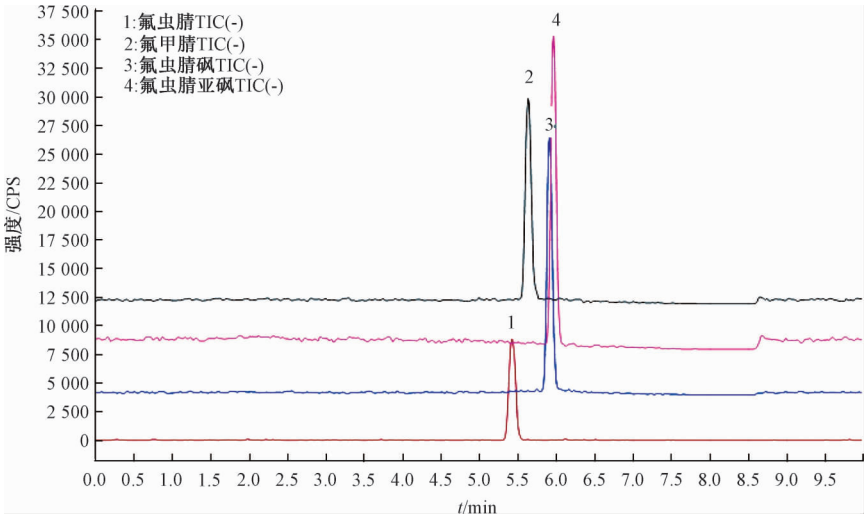

图 1 氟虫腈及其代谢产物标准溶液的总离子流图(0.5 μg/L)

Figure 1 TIC chromatograms of fipronil and its metabolites standard solution (0.5 μg/L)

在线凝胶色谱、QuChERS 等[10-19]净化方法。由于鸡蛋中含有较多的脂肪和磷脂类化合物,对氟虫腈及其代谢产物的分析有严重基质干扰,因此蔬菜水果的前处理方法不一定适用于鸡蛋和鸡肉。本试验分别考察了 Phree 去磷脂小柱、Oasis PRiME HLB、PSA 分散固相萃取试剂去除样品基质中脂肪和磷脂类化合物的效果。结果表明,Phree 去磷脂小柱、Oasis PRiME HLB 可以有效去除脂肪和磷脂对氟虫腈及其代谢产物的影响,获得较高的回收率。从方法的便利性考虑,本试验选择 Oasis PRiME HLB 作

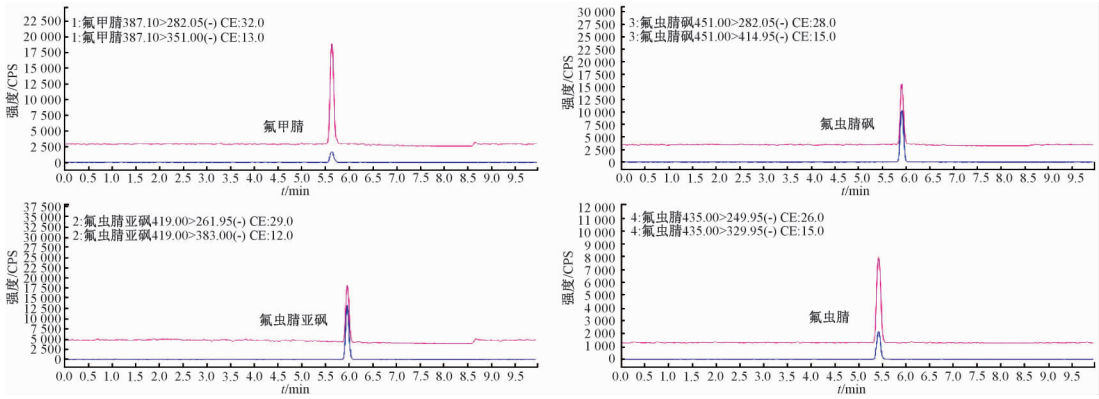

图 2 氟虫腈及其代谢产物标准溶液的 MRM 图(0.5 μg/L)

Figure 2 MRM chromatograms of fipronil and its metabolites standard solution (0.5 μg/L)

为鸡蛋和鸡肉的净化方法。氟虫腈及其代谢产物经不同的处理方法的回收率见表 3。阳性样品 MRM 图和阴性样品总离子流图质谱图见图 3 和 4。

2.4 线性范围、回归方程和检出限

ZHANG 等[17]的研究显示,鸡蛋和鸡肉基质均对氟虫腈及其代谢产物在质谱上的响应有抑制效应。为消除基质效应的影响,本试验采用空白

表 3 3 种净化柱对氟虫腈及其代谢产物的回收率的影响(添加水平 10 μg/L,%)

Table 3 Influence of three purification column on recovery of fipronil and its metabolites

净化柱	氟虫腈	氟虫腈砜	氟虫腈亚砜	氟甲腈
Phree 去磷脂小柱	101.2	98.9	99.5	103.2
Oasis PRiME HLB	100.6	95.8	94.9	98.8
PSA 分散固相萃取试剂	72.8	78.3	82.5	75.9

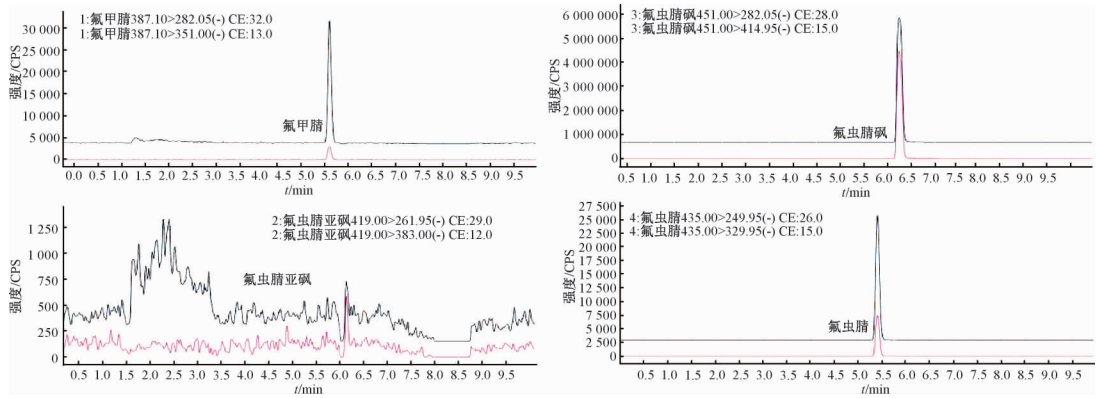

图 3 氟虫腈及其代谢产物阳性样品的 MRM 图

Figure 3 MRM chromatograms of fipronil and its metabolites in positive sample

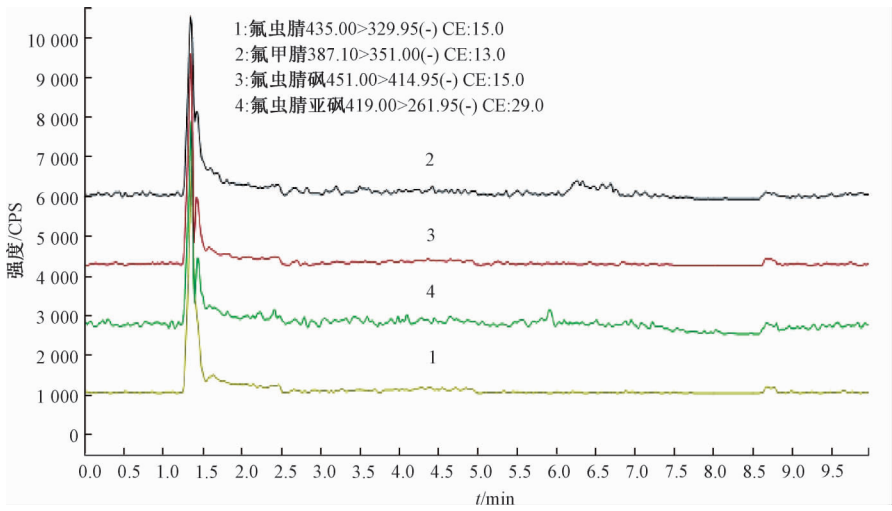

图 4 氟虫腈及其代谢产物阴性样品的总离子流图(TIC)

Figure 4 TIC chromatograms of fipronil and its metabolites in nagtive sample

基质液加标的混合标准工作液,选用鸡蛋和鸡肉空白基质溶液,添加混合标准工作液配制 0.5 ~ 20.0 μg/L范围的标准工作液,以浓度为横坐标(x),测试物峰面积为纵坐标(y)绘制标准曲线,在 0.5 ~ 20.0 μg/L 浓度范围内各组分均呈良好的线性,相关系数(r)为 0.999 2 ~ 0.999 6。以目标物在空白样品中 3 倍信噪比计算检出限,氟虫腈、氟虫腈亚砜、氟虫腈砜、氟甲腈分别为 0.2、0.05、0.05、0.05 μg/kg。氟虫腈及其代谢产物的线性范围、回归方程和检出限见表 4。

表 4 鸡蛋和鸡肉中氟虫腈及其代谢产物的线性范围、回归方程和检出限

Table 4 Linear ranges, regression equation, limits of detection(LODs) of fipronil and its metabolite in egg and chicken sample

化合物	线性范围/(μg/L)	线性方程	相关系数(r)	方法检出限/(μg/kg)
氟虫腈	0.5 ~ 20.0	$y = 90628.5x - 722.626$	0.999 5	0.2
氟虫腈砜	0.5 ~ 20.0	$y = 122994x + 692.588$	0.999 2	0.05
氟虫腈亚砜	0.5 ~ 20.0	$y = 152422x + 26.1035$	0.999 4	0.05
氟甲腈	0.5 ~ 20.0	$y = 86343.3x - 11645.56$	0.999 6	0.05

2.5 方法的回收率和精密度

在鸡蛋和鸡肉空白基质中分别添加目标物浓度为 0.5、2.0、10.0 μg/kg,进行 3 个水平的回收试验,按本方法提取,结果表明目标物的平均回收率在 84.1% ~ 105.2% 范围,相对标准偏差(*RSD*)为 1.3% ~ 6.1%,回收率及精密度见表 5。

表 5 氟虫腈及其代谢产物的加标回收试验及精密度(n = 6)

Table 5 Recovery and precision for fipronil and its metabolite in spiked samples

化合物	加标量/(μg/kg)	鸡蛋		鸡肉	
		平均回收率/%	*RSD*/%	平均回收率/%	*RSD*/%
氟虫腈	0.5	84.1	5.7	87.2	4.8
	2.0	92.3	3.4	97.9	2.6
	10.0	94.5	3.1	101.2	2.1
氟虫腈砜	0.5	87.7	5.2	89.2	5.6
	2.0	94.3	4.7	95.6	3.2
	10.0	97.6	2.5	102.3	1.3
氟虫腈亚砜	0.5	85.3	6.1	89.2	5.5
	2.0	90.4	4.2	90.4	3.0
	10.0	97.5	3.1	105.2	2.8
氟甲腈	0.5	84.8	5.8	85.9	4.9
	2.0	90.6	4.5	92.3	3.2
	10.0	91.7	3.6	103.5	2.9

3 小结

本试验建立了鸡蛋和鸡肉中氟虫腈及其代谢产物的 HPLC-MS/MS 的检测方法,该方法优化了提取和净化步骤,提高了灵敏度和准确度,检出限均符合残留限量的要求,且快速、准确、灵敏度高,适用于鸡蛋和鸡肉中氟虫腈及其代谢产物的检测。

参考文献

[1] The German Federal Institute for Risk Assessment. Health assessment of individual measurements of fipronil levels detected in foods of animal origin in Belgium[R]. BfR Opinion No. 016/2017.

[2] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会,中华人民共和国农业部,国家食品药品监督管理总局. 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量:GB 2763—2016[S]. 北京:中国标准出版社,2016.

[3] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. 进出口食品中氟虫腈残留量检测方法 气相色谱-质谱法:SN/T 1982—2007[S]. 北京:中国标准出版社,2007.

[4] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局,中国国家标准化管理委员会. 茶叶中 519 种农药及相关化学品残留量的测定 气相色谱-质谱法:GB/T 23204—2008[S]. 北京:中国标准出版社,2008.

[5] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. 出口食品中萘乙酰胺、吡草醚、乙虫腈、氟虫腈残留量的测定方法 液相色谱-质谱/质谱法:SN/T 4039—2014[S]. 北京:中国标准出版社,2014.

[6] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会,中华人民共和国农业部,国家食品药品监督管理总局. 食品安全国家标准 食品中涕灭砜威、吡唑醚菌酯、嘧菌酯等 65 种农药残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法: GB 23200.34—2016[S]. 北京:中国标准出版社,2016.

[7] 柏再苏. 锐劲特及其代谢和光降解产物的毒性综述[J]. 现代农药,2003(2):1-3.

[8] 周昱,徐敦明,陈达捷, 等. 固相微萃取-气相色谱法和气相色谱-质谱法测定茶叶中氟虫腈及其代谢物残留[J]. 色谱,2011,29(7):656-661.

[9] 殷雪琰,蒋治国,堵燕钰, 等. 在线凝胶色谱-气相色谱-串联质谱法测定水果中甲拌磷和氟虫腈及其代谢产物残留[J]. 食品安全质量检测学报,2016,7(12): 5009-5016.

[10] 覃玲,王生,蔡雅清. 固相萃取-气质联用法测定蔬菜中氟虫腈和溴虫腈残留[J]. 中国卫生检验杂志, 2017,27(9): 1247-1249.

[11] THIRUMALAIANDI R, MARIAPPAN P, RAMABHADRAN J, et al. A simple and sensitive single-step method for gas chromatography-mass spectrometric determination of fipronil and its metabolites in sugareane juice, jaggery and sugar[J]. Food Chemistry,2014,150(1):408-413.

[12] 成婧,王美玲,朱绍华, 等. 固相萃取-高效液相色谱-串联质谱法测定茶叶中啶虫脒、吡虫啉和氟虫腈残留量[J]. 食品安全质量检测学报,2016,7(1): 131-137.

[13] 堵燕钰,罗漪涟,王洁琼,等. 在线净化-液相色谱串联质谱技术测定蔬菜中氟虫腈及其代谢物残留[J]. 环境化学,2017,36(4):928-930.

[14] YOU C, FENG S D, XIN G L, et al. Simultaneous determination of fipronil and its major metabolites in corn and soil

by ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Analytical Methods, 2014, 6(6): 1788-1795.

[15] LI M H, LI P Y, FENG M, et al. Determination and dissipation of fipronil and its metabolites in peanut and soil[J]. Agric Food Chem, 2015, 63(18):4435-4443.

[16] 李蓉,储大可,张朋杰, 等. QuEChERS/HPLC-MS/MS 法测定黄瓜、菜心、葡萄、香蕉中 127 种农药残留[J]. 分析测试学报,2015,34(5):502-511.

[17] ZHANG M Y, BIAN K, ZHOU T, et al. Determination of residual fipronil in chicken egg and muscle by LC-MS/MS[J]. Journal of Chromatography B, 2016, 1014(1): 31-36.

[18] 刘善菁,刘雨昕,陆桂萍,等. 液相色谱-四极杆-静电场轨道阱高分辨质谱测定鸡蛋及鸡肉中氟虫腈及其代谢物残留的研究[J]. 中国兽药杂志,2017,51(10):29-38.

[19] 时逸吟,李优,伊雄海,等. 液相色谱-串联质谱法测定蛋及蛋制品中氟虫腈及其代谢物的残留量[J]. 检验检疫学刊,2017,27(5):1-7.

·公告·

认监委关于发布《有机产品认证增补目录(六)》的公告

2018 年第 23 号

根据《有机产品认证管理办法》(原质检总局令第 155 号)、《有机产品认证实施规则》(认监委公告 2014 第 11 号)规定,按照有序推进、动态调整的原则,结合有机产品生产实际需求及相关方面的意见建议,并经中国有机产品认证工作组专家技术评议,现将《有机产品认证增补目录(六)》予以发布。

自本公告发布之日起,有机产品认证机构可受理新增《有机产品认证目录》(以下简称《目录》)内产品的有机产品认证申请。

特此公告。

认监委

二〇一八年六月十二日

有机产品认证增补目录(六)

序号	产品名称	产品范围
9	薯芋类	蕉芋(旱藕)
13	绿叶蔬菜	马兰头
39	其他油料作物	元宝枫
41	香辛料作物产品	山苍子
44	纺织用的植物原料	木棉
46	野生采集的植物	刺槐(洋槐);紫花碎米荠;元宝枫;油茶籽;火棘;野草莓;山苍子;乌头(川乌、附子);皂荚(皂角);银柴胡;虎杖;天南星(天南星、异叶天南星、东北天南星);藁本(藁本、辽藁本);木贼;半边莲;百部(直立百部、蔓生百部、对叶百部);葶苈子(播娘蒿、独行菜);祁州漏芦(漏芦);白前(柳叶白前、芫花叶白前);大血藤;款冬;泽泻;光叶菝葜(土茯苓);白花前胡(前胡);射干;半夏;北乌头(草乌);桑寄生;蝙蝠葛(北豆根);独角莲(白附子);升麻(大三叶升麻、兴安升麻、升麻);苍术(茅苍术、北苍术);茵陈(滨蒿、茵陈蒿);木通(木通、三叶木通、白木通);地肤;半枝莲;苍耳;小通草(喜马山旌节花、中国旌节花、青荚叶);谷精草;白术;木香;玄参;莎草(香附);益智;乌药;川芎;五倍子(盐肤木、青麸杨、红麸杨叶上的虫瘿);郁李(欧李、郁李、长柄扁桃);高良姜;吴茱萸(吴茱萸、石虎 、疏毛吴茱萸);莪术(蓬莪术、广西莪术、温郁金);毛叶地瓜儿苗(泽兰);延胡索(元胡);麦蓝菜(王不留行);槲蕨(骨碎补);石菖蒲;阿尔泰银莲花(九节菖蒲);蛇床;槐;密蒙花;茜草;粗茎鳞毛蕨(绵马贯众);马勃(脱皮马勃、大马勃、紫色马勃);山银花(灰毡毛忍冬、红腺忍冬、华南忍冬、黄褐毛忍冬)

(下转第 410 页)