

## 2341 农药残留量测定（巴戟天）

### 1、适用范围

适用于药材及饮片（植物类）检测。（本实验样品采用巴戟天）

参考标准：《2341 农药残留量测定法 第五法》

### 2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液：分别将购得的标准品 A、B 溶液和内标磷酸三苯酯溶液（1mg/mL），用乙腈稀释并定容至 10mL，得到 100 $\mu$ g/mL 储备液。
- 2) 标准工作液：分别准确移取 1mL 标准贮备液 A、B 和内标磷酸三苯酯溶液，用乙腈稀释并定容至 10mL，得到 10 $\mu$ g/mL 标准工作液。
- 3) 内标工作液配制：准确移取 0.1mL 内标磷酸三苯酯溶液 100 $\mu$ g/mL，用乙腈稀释并定容至 10mL，得内标磷酸三苯酯溶液 1 $\mu$ g/mL。
- 4) 1%冰醋酸溶液：量取 5mL 冰醋酸，用水定容至 500mL。

### 3、提取步骤

称取 3.0g 样品，加入 1%冰醋酸溶液 15mL，涡旋使药粉充分浸润，放置 30min，精密加入乙腈 15mL，涡旋混匀，置振荡器上剧烈振荡（500 次/分）5 分钟，加入无水硫酸镁与无水乙酸钠的混合粉末（4:1）7.5g，立即摇散，再置振荡器上剧烈振荡（500 次/分）3 分钟，于冰浴中冷却 10 分钟，离心 5 分钟（4000r/min），取上清液 9mL，置预先装有净化材料的分散固相萃取净化管（无水硫酸镁 900mg，N-丙基乙二胺 300mg，十八烷基硅烷键合硅胶 300mg，硅胶 300mg，石墨化碳黑 90mg）中，涡旋使充分混匀，置振荡器上剧烈振荡（500 次/分）5 分钟使净

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel: 400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail: lingyuyu@welchmat.com



化完全，离心 5 分钟（4000r/min），精密吸取上清液 5mL，置氮吹仪上于 40℃ 水浴浓缩至约 0.4mL，加乙腈稀释至 1.0mL，涡旋混匀，即得。

测定法：分别准确吸取上述的基质混合对照溶液和供试品溶液各 1mL，准确加入内标 30μL，混匀，过滤，取续滤液，待检测，按内标法计算。

## 4、注意事项

加标水平：3.0g 样中加入 0.3mL 10μg/mL 标准贮备液，因此加标水平为 1mg/kg，最终机度数为 1mg/L。

## 5、色谱条件

### 5.1 气相色谱条件

|       |                                                                                      |
|-------|--------------------------------------------------------------------------------------|
| 色谱柱   | WM-17,30m×0.25mm, 0.25μm                                                             |
| 进样口温度 | 250℃                                                                                 |
| 升温程序  | 初始温度为 60℃，保持 1min；以 10℃/min 升温至 160℃；再以 2℃/min 升温至 230℃，最后以 15℃/min 升温至 300℃，保持 6min |
| 载气    | 高纯氦气（纯度>99.999%）                                                                     |
| 进样方式  | 不分流进样                                                                                |
| 恒压模式  | 146kPa                                                                               |
| 进样量   | 1μL                                                                                  |

### 5.2 质谱条件

|      |             |
|------|-------------|
| 电离方式 | 电子轰击电离源（EI） |
|------|-------------|



|       |             |
|-------|-------------|
| 电离能量  | 70eV        |
| 传输线温度 | 280℃        |
| 离子源温度 | 230℃        |
| 四极杆温度 | 150℃        |
| 监测方式  | 选择离子扫描（SIM） |
| 溶剂延迟  | 10.0min     |

## 6、色谱图或者加标回收率结果

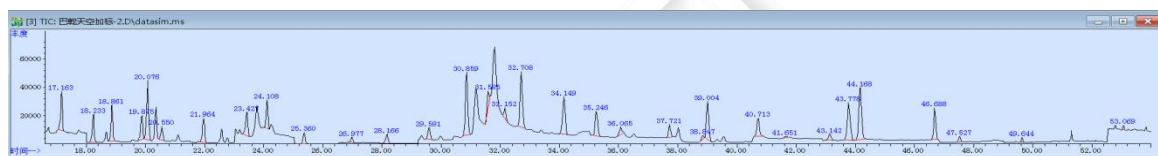


图 1. 空白基质后加标 1mg/L 图谱

| 峰号 | 物质               | 保留时间   | 峰宽    | 面积      |
|----|------------------|--------|-------|---------|
| 1  | 内吸磷              | 17.163 | 0.067 | 1108396 |
| 2  | 灭线磷              | 18.233 | 0.072 | 886195  |
| 3  | 杀虫脒              | 18.861 | 0.07  | 1096450 |
| 4  | 甲拌磷              | 19.875 | 0.077 | 807613  |
| 5  | 治螟磷              | 20.076 | 0.077 | 1926452 |
| 6  | $\alpha$ -BHC    | 20.55  | 0.076 | 448284  |
| 7  | 特丁硫磷             | 21.964 | 0.082 | 842533  |
| 8  | $\gamma$ -BHC    | 23.427 | 0.093 | 942299  |
| 9  | $\beta$ -BHC,久效磷 | 24.108 | 0.071 | 859299  |
| 10 | 氟甲腈              | 25.36  | 0.078 | 373824  |



声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu @welchmat.com

|    |               |        |       |         |
|----|---------------|--------|-------|---------|
| 11 | δ-BHC         | 26.977 | 0.081 | 182251  |
| 12 | 艾氏剂           | 28.166 | 0.098 | 375239  |
| 13 | 甲基对硫磷         | 29.591 | 0.087 | 439353  |
| 14 | 2,4-三氯杀螨醇     | 30.859 | 0.091 | 2491093 |
| 15 | 氟虫腈,氟虫腈亚砷     | 31.585 | 0.074 | 562161  |
| 16 | 对硫磷           | 32.152 | 0.081 | 373777  |
| 17 | 三氯杀螨醇         | 32.708 | 0.092 | 2187318 |
| 18 | 甲基异硫磷         | 34.149 | 0.096 | 1515942 |
| 19 | 水胺硫磷          | 35.246 | 0.094 | 1002545 |
| 20 | α-硫丹          | 36.065 | 0.094 | 291427  |
| 21 | 氟虫腈砷          | 37.721 | 0.089 | 472943  |
| 22 | 狄氏剂           | 38.847 | 0.077 | 124277  |
| 23 | 4,4'-滴滴伊      | 39.004 | 0.087 | 1420505 |
| 24 | 苯线磷           | 40.713 | 0.097 | 738089  |
| 25 | 甲基硫环磷         | 41.651 | 0.144 | 76328   |
| 26 | 除草醚           | 43.142 | 0.099 | 253582  |
| 27 | β-硫丹,2,4'-滴滴涕 | 43.778 | 0.105 | 1683662 |
| 28 | 4,4'-滴滴滴      | 44.168 | 0.111 | 2576139 |
| 29 | 4,4'-滴滴涕      | 46.688 | 0.075 | 1008957 |
| 30 | 硫丹硫酸酯         | 47.527 | 0.063 | 148294  |
| 31 | 磷酸三苯酯         | 49.644 | 0.036 | 73603   |
| 32 | 蝇毒磷           | 53.069 | 0.045 | 84359   |



声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路85号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园10号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街168号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

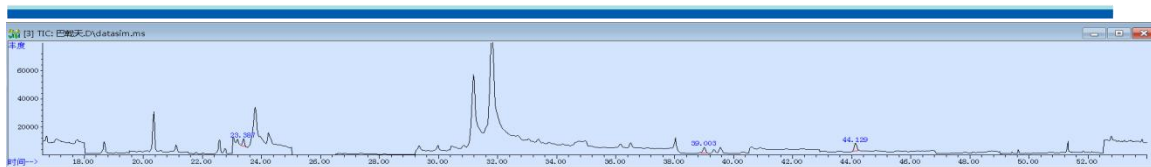


图 2. 巴戟天样品空白图谱

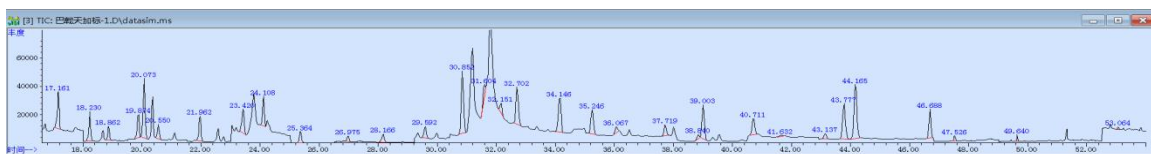


图 3. 巴戟天样品加标 1mg/kg 图谱

表 1.内标法计算回收率表（加标水平为 1mg/kg）

| 峰号 | 物质               | 平均回收率   | RSD 值 |
|----|------------------|---------|-------|
| 1  | 内吸磷              | 102.48% | 1.54% |
| 2  | 灭线磷              | 100.34% | 2.40% |
| 3  | 杀虫脒              | 35.53%  | 0.91% |
| 4  | 甲拌磷              | 101.24% | 3.07% |
| 5  | 治螟磷              | 101.73% | 0.30% |
| 6  | $\alpha$ -BHC    | 100.47% | 0.26% |
| 7  | 特丁硫磷             | 98.35%  | 0.13% |
| 8  | $\gamma$ -BHC    | 97.14%  | 0.37% |
| 9  | $\beta$ -BHC,久效磷 | 99.70%  | 3.05% |
| 10 | 氟甲腈              | 102.19% | 4.03% |
| 11 | $\delta$ -BHC    | 104.85% | 3.54% |
| 12 | 艾氏剂              | 90.24%  | 4.35% |
| 13 | 甲基对硫磷            | 92.52%  | 2.20% |
| 14 | 2,4-三氯杀螨醇        | 92.21%  | 0.31% |
| 15 | 氟虫腈,氟虫腈亚砷        | 69.56%  | 2.98% |
| 16 | 对硫磷              | 90.41%  | 3.82% |



声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu @welchmat.com

|    |                      |         |       |
|----|----------------------|---------|-------|
| 17 | 三氯杀螨醇                | 68.74%  | 0.04% |
| 18 | 甲基异硫磷                | 99.18%  | 0.26% |
| 19 | 水胺硫磷                 | 102.61% | 4.50% |
| 20 | $\alpha$ -硫丹         | 89.31%  | 0.85% |
| 21 | 氟虫腈砒                 | 97.51%  | 2.95% |
| 22 | 狄氏剂                  | 113.41% | 3.22% |
| 23 | 4,4'-滴滴伊             | 92.21%  | 0.52% |
| 24 | 苯线磷                  | 99.49%  | 4.07% |
| 25 | 甲基硫环磷                | 90.62%  | 5.87% |
| 26 | 除草醚                  | 84.99%  | 1.57% |
| 27 | $\beta$ -硫丹,2,4'-滴滴涕 | 97.11%  | 0.63% |
| 28 | 4,4'-滴滴滴             | 98.18%  | 0.13% |
| 29 | 4,4'-滴滴涕             | 91.91%  | 1.81% |
| 30 | 硫丹硫酸酯                | 97.12%  | 2.41% |
| 31 | 蝇毒磷                  | 62.32%  | 2.06% |

## 7、相关产品信息

| 货号          | 名称           | 规格                                                   |
|-------------|--------------|------------------------------------------------------|
| 00837-05006 | 50mL 螺口尖底离心管 | 离心管 一次性离心管, 平盖, 锥形底, RCF12000xg, 袋装, 未灭菌, 50mL, 50/包 |
| 00837-05002 | 15mL 螺口尖底离心管 | 离心管 一次性离心管, 平盖, 锥形底, RCF12000xg, 袋装, 未灭菌, 15mL, 50/包 |
| 00821-32291 | 盖子+垫片        | 预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm 100pk          |
| 00821-40927 | 样品瓶          | 2mL 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk           |



声明: 除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾 (中山) 科技园·紫荆园 10 号楼

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel: 400-810-6969

邮编: 201600

邮编: 321000

E-mail: lingyuyu @welchmat.com

|                      |               |                                                                                                     |
|----------------------|---------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 00528-20000          | 盐析包           | QuEChERS 萃取盐包, AOAC 方法, 6g 硫酸镁, 1.5g 乙酸钠, 50/pk                                                     |
| 00581-20021          | QuEChERS 净化管  | QuEChERS 萃取净化管-15mL, 900mg MgSO <sub>4</sub> , 300mg PSA, 300mg C18E, 300mg Silica, 90mg GCB, 50/pk |
| 03916-22001          | 气相色谱柱         | WM-17,30m×0.25mm, 0.25μm                                                                            |
| 00826-MW067M01M ANVC | 34 种农药残留混标 -A | 1000μg/mL 于乙腈 1.1mL                                                                                 |
| 00826-MW143M01M ANVC | 34 种农药残留混标 -B | 1000μg/mL 于乙腈 1.1mL                                                                                 |
| 00826-T186S01MAN AF  | 磷酸三苯酯         | CAS 号;115-86-6,1000μg/mL 于乙腈 1.1mL                                                                  |

