

## 2341 农药残留量测定（何首乌）

### 1、适用范围

适用于药材及饮片（植物类）检测。（本实验样品采用何首乌）

参考标准：《2341 农药残留量测定法 第五法 液相色谱-串联质谱法》

### 2、溶液的配制

- 1) 标准中间液 B：准确移取 0.1mL 标准贮备液 B，用乙腈稀释并定容至 10mL，得到 10 $\mu$ g/mL 标准中间液 B。
- 2) 混合标准工作液：准确移取 1mL 标准贮备液 A、1mL 标准中间液 B，用乙腈稀释并定容至 10mL，得到 1 $\mu$ g/mL 混合标准工作液。
- 3) 1%冰醋酸溶液：量取 5mL 冰醋酸，用水定容至 500mL。

### 3、提取步骤

取供试品粉末（过三号筛）3g，精密称定，置 50mL 聚苯乙烯具塞离心管中，加入 1%冰醋酸溶液 15mL，涡旋使药粉充分浸润，放置 30 分钟，精密加入乙腈 15mL，涡旋使混匀，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（每分钟 4000 转）5 分钟，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 分钟使净化完全，离心（每分钟 4000 转）5 分钟，精密吸取上清液 5mL，置氮吹仪上于 40 $^{\circ}$ C 水浴浓缩至约 0.4mL，加乙腈稀释至 1.0mL，涡旋混匀，滤过，取续滤液，即得。



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

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，准确加入水 0.3mL，混匀，过滤，取续滤液，待检测，按外标标准曲线法计算，即得。

#### 4、注意事项

加标水平：3.0g 样中加入 0.15mL 1 $\mu$ g/mL 混合标准工作液，因此加标水平为 0.05mg/kg，最终机度数为 50 $\mu$ g/L。

#### 5、色谱条件

##### 5.1 UPLC 条件

色谱柱：Boltimate C18, 2.7 $\mu$ m, 90 $\text{\AA}$ , 2.1 $\times$ 100mm

保护柱柱芯：Boltimate C18，核壳柱芯：2.7 $\mu$ m, 90 $\text{\AA}$ , 2.1 $\times$ 5mm

流动相：A: 0.1%甲酸水溶液（含 5mmol/L 甲酸铵）；B: 乙腈-0.1%甲酸水溶液（含 5mmol/L 甲酸铵）（95:5）

柱温：40 $^{\circ}$ C；流速：0.3mL/min；进样体积：2 $\mu$ L

梯度洗脱程序：见表 1。

表 1 梯度洗脱程序

| 时间/min | A 相/% | B 相/% |
|--------|-------|-------|
| 0.00   | 70    | 30    |
| 1.00   | 70    | 30    |
| 12.00  | 0     | 100   |
| 14.00  | 0     | 100   |



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

|       |    |    |
|-------|----|----|
| 14.01 | 70 | 30 |
| 16.00 | 70 | 30 |

## 5.2 质谱条件

离子源：电喷雾离子源（ESI）；

扫描方式：正离子扫描；

检测方式：多反应监测（MRM）模式；

离子喷雾电压：5500 V；离子源温度：500℃；

气帘气（CUR）35 psi；雾化气（GS1）55 psi；辅助气（GS2）50 psi。

其他质谱参数见表 2

液质仪器型号：AB Sciex TRIPLE QUAD 4500

表 2 多反应监测模式（MRM）参数

| 化合物   | 母离子(m/z) | 子离子(m/z) | 碰撞能 CE/V |
|-------|----------|----------|----------|
| 甲胺磷   | 142.1    | 94.1*    | 17       |
|       |          | 125.1    | 16       |
| 苯线磷   | 304.0    | 217.2*   | 31       |
|       |          | 234.3    | 28       |
| 苯线磷砒  | 336.0    | 266.2*   | 27       |
|       |          | 188.3    | 37       |
| 苯线磷亚砒 | 320.0    | 233.2*   | 31       |
|       |          | 171.3    | 31       |
| 地虫硫磷  | 247.0    | 109.1*   | 26       |
|       |          | 137.1    | 17       |
| 治螟磷   | 323.0    | 97.1*    | 51       |
|       |          | 171.2    | 22       |



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

|         |       |        |    |
|---------|-------|--------|----|
| 克百威     | 222.0 | 165.2* | 14 |
|         |       | 123.2  | 27 |
| 3-羟基克百威 | 238.1 | 181.1* | 18 |
|         |       | 163.2  | 21 |
| 胺苯磺隆    | 411.1 | 196.3* | 23 |
|         |       | 168.3  | 41 |
| 甲磺隆     | 382.0 | 167.3* | 22 |
|         |       | 199.2  | 29 |
| 氯磺隆     | 358.0 | 141.3* | 28 |
|         |       | 167.3  | 28 |
| 硫线磷     | 271.1 | 159.2* | 21 |
|         |       | 131.1  | 29 |
| 氯唑磷     | 314.0 | 120.2* | 41 |
|         |       | 162.3  | 25 |
| 甲拌磷     | 260.9 | 75.1*  | 15 |
|         |       | 47.0   | 44 |
| 甲拌磷亚砷   | 277.0 | 199.0* | 15 |
|         |       | 97.1   | 44 |
| 甲拌磷砷    | 293.0 | 115.1* | 33 |
|         |       | 171.0  | 28 |
| 蝇毒磷     | 363.0 | 307.1* | 28 |
|         |       | 227.2  | 37 |
| 硫环磷     | 256.0 | 140.1* | 30 |
|         |       | 168.1  | 24 |
| 磷胺      | 300.0 | 127.1* | 25 |
|         |       | 174.1  | 25 |
| 涕灭威     | 213.2 | 116.2* | 17 |
|         |       | 89.2   | 24 |
| 涕灭威砷    | 223.1 | 76.1*  | 15 |
|         |       | 86.2   | 18 |



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

|        |       |        |    |
|--------|-------|--------|----|
| 涕灭威亚砷  | 207.1 | 89.2*  | 18 |
|        |       | 132.4  | 9  |
| 久效磷    | 224.1 | 193.1* | 15 |
|        |       | 127.1  | 17 |
| 内吸磷    | 259.1 | 89.2*  | 19 |
|        |       | 61.1   | 46 |
| 灭线磷    | 243.2 | 97.0*  | 25 |
|        |       | 131.1  | 30 |
| 特丁硫磷砷  | 321.1 | 171.2* | 16 |
|        |       | 97.0   | 55 |
| 特丁硫磷亚砷 | 305.1 | 187.2* | 15 |
|        |       | 97.0   | 52 |
| 水胺硫磷   | 312.0 | 236.2* | 22 |
|        |       | 270.2  | 23 |
| 杀虫脒    | 197.2 | 46.2*  | 41 |
|        |       | 117.2  | 40 |
| 甲基异柳磷  | 332.2 | 231.2* | 30 |
|        |       | 273.1  | 30 |

## 6、色谱图或者加标回收率结果

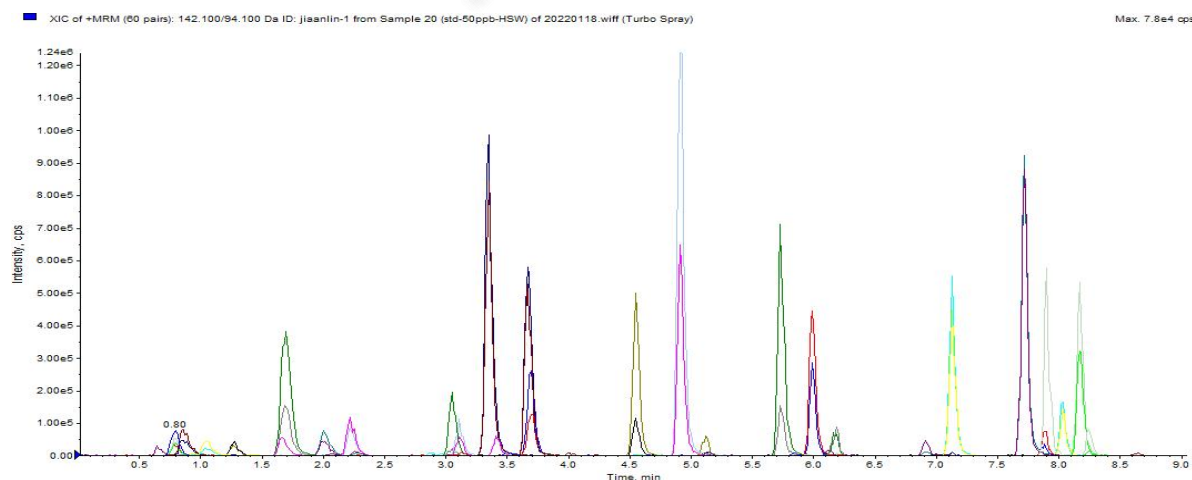


图 1. 基质混合对照溶液 50 $\mu$ g/L 图谱

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



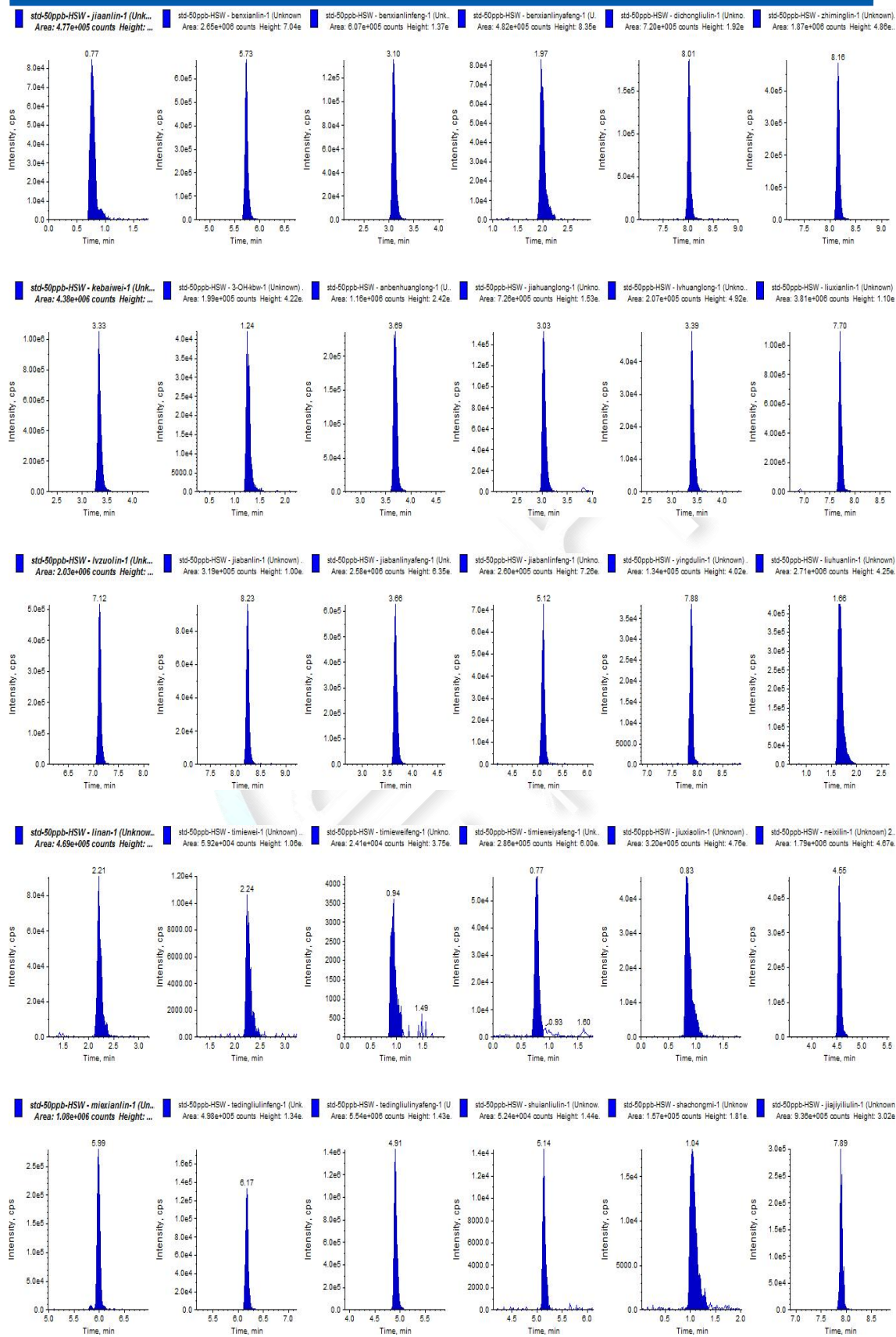


图 2. 基质混合对照溶液 50µg/L 各目标物图谱

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



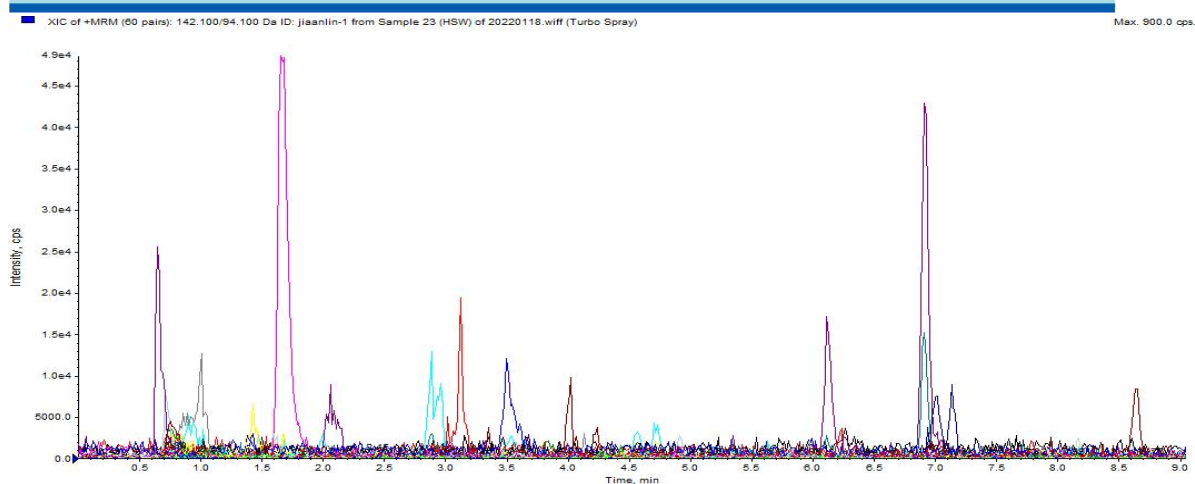


图 3.何首乌样品空白图谱

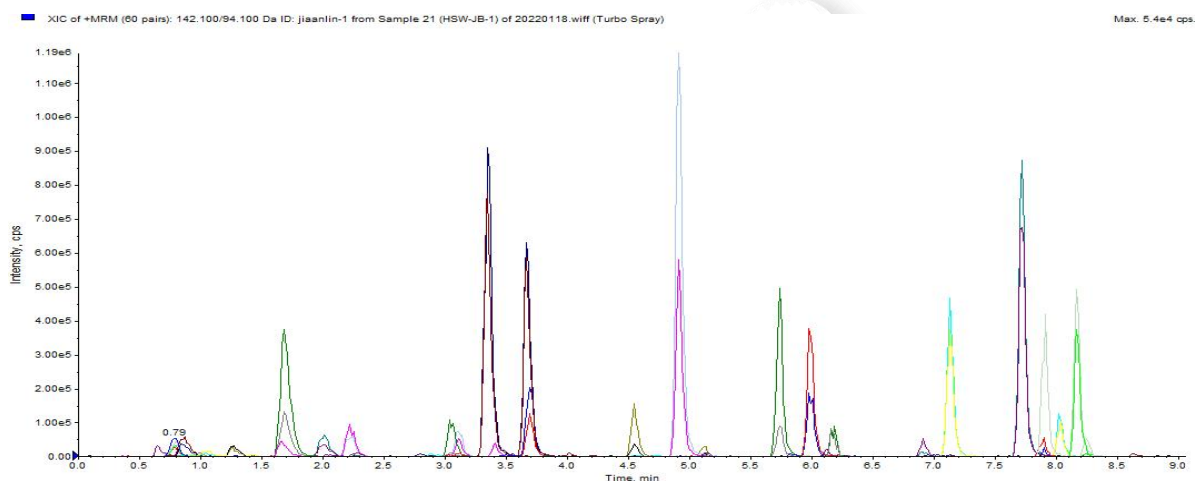


图 4. 何首乌样品加标 0.05mg/kg 图谱

表 3. 加标回收率表（加标水平为 0.05mg/kg）

| 峰号 | 物质    | 平均回收率  | RSD 值 |
|----|-------|--------|-------|
| 1  | 甲胺磷   | 72.01% | 1.60% |
| 2  | 苯线磷   | 77.17% | 1.22% |
| 3  | 苯线磷砒  | 84.35% | 5.08% |
| 4  | 苯线磷亚砒 | 71.47% | 4.50% |
| 5  | 地虫硫磷  | 84.03% | 1.65% |
| 6  | 治螟磷   | 91.98% | 1.16% |
| 7  | 克百威   | 97.03% | 0.24% |



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

|    |         |        |       |
|----|---------|--------|-------|
| 8  | 3-羟基克百威 | 81.41% | 0.62% |
| 9  | 胺苯磺隆    | 75.43% | 0.69% |
| 10 | 甲磺隆     | 61.57% | 0.22% |
| 11 | 氯磺隆     | 60.39% | 3.20% |
| 12 | 硫线磷     | 78.35% | 4.19% |
| 13 | 氯唑磷     | 87.93% | 4.20% |
| 14 | 甲拌磷     | 83.70% | 8.99% |
| 15 | 甲拌磷亚砷   | 87.21% | 4.89% |
| 16 | 甲拌磷砷    | 87.12% | 5.52% |
| 17 | 蝇毒磷     | 88.81% | 5.88% |
| 18 | 硫环磷     | 80.07% | 2.30% |
| 19 | 磷胺      | 81.56% | 0.13% |
| 20 | 涕灭威     | 98.40% | 2.15% |
| 21 | 涕灭威砷    | 95.44% | 6.09% |
| 22 | 涕灭威亚砷   | 74.65% | 0.23% |
| 23 | 久效磷     | 82.66% | 0.19% |
| 24 | 内吸磷     | 77.65% | 0.00% |
| 25 | 灭线磷     | 87.59% | 5.29% |
| 26 | 特丁硫磷砷   | 93.07% | 1.40% |
| 27 | 特丁硫磷亚砷  | 88.63% | 0.81% |
| 28 | 水胺硫磷    | 96.56% | 0.79% |
| 29 | 杀虫脒     | 37.45% | 7.31% |
| 30 | 甲基异柳磷   | 92.79% | 9.04% |

## 7、相关产品信息



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

| 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<br>11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk                                                 |
| 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 Carb |
| 960-04012            | 核壳色谱柱             | Boltimate C18, 2.7μm, 90Å, 2.1×100mm                                                          |
| U808-960-25          | 保护柱柱芯             | Boltimate C18, 核壳柱芯: 2.7μm, 90Å, 2.1×5mm                                                      |
| 00826-MW069M010 ANVC | 中药材 30 种农残混标-组分 A | 胺苯磺隆, 97780-06-8; 甲磺隆, 74223-64-6; 氯磺隆, 64902-72-3; 浓度为 10 μg/mL 于乙腈, 1.1mL                   |
| 00826-MW220M01M ANVC | 中药材 30 种农残混标-组分 B | 除胺苯磺隆, 甲磺隆, 氯磺隆的其他组分, 浓度均为 1000μg/mL 于乙腈, 1.1mL                                               |



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