

2341 农药残留量测定（牡丹皮）

1、适用范围

适用于药材及饮片（植物类）检测。（本实验样品采用牡丹皮）

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 μ 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 μ 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 μ g/mL，用乙腈稀释并定容至 10mL，得内标磷酸三苯酯溶液 1 μ 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）
------	-------------



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

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

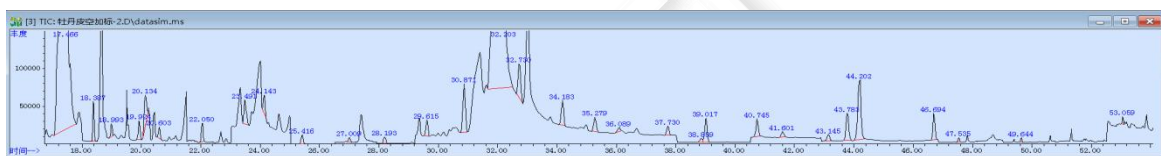


图 1. 空白基质后加标 1mg/L 图谱

峰号	物质	保留时间	峰宽	面积
1	内吸磷	17.466	0.209	98671465
2	灭线磷	18.387	0.042	1388122
3	杀虫脒	18.993	0.057	579704
4	甲拌磷	19.924	0.065	1016246
5	治螟磷	20.134	0.091	2137784
6	α -BHC	20.603	0.064	597348
7	特丁硫磷	22.05	0.063	976878
8	γ -BHC	23.491	0.082	1633111
9	β -BHC,久效磷	24.143	0.073	1096244
10	氟甲腈	25.416	0.072	501825



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	27.009	0.075	262030
12	艾氏剂	28.193	0.086	445298
13	甲基对硫磷	29.615	0.078	976667
14	2,4-三氯杀螨醇	30.871	0.089	3437593
15	氟虫腈,氟虫腈亚砷	32.203	0.283	163783216
16	对硫磷,三氯杀螨醇	32.73	0.087	2523898
17	甲基异硫磷	34.183	0.089	1743969
18	水胺硫磷	35.279	0.087	993716
19	α-硫丹	36.089	0.102	346740
20	氟虫腈砷	37.73	0.09	654971
21	狄氏剂	38.859	0.114	365070
22	4,4'-滴滴伊	39.017	0.094	1846415
23	苯线磷	40.745	0.089	1235877
24	甲基硫环磷	41.601	0.104	446627
25	除草醚	43.145	0.1	496707
26	β-硫丹,2,4'-滴滴涕	43.783	0.103	2262386
27	4,4'-滴滴滴	44.202	0.122	6110881
28	4,4'-滴滴涕	46.694	0.077	1649859
29	硫丹硫酸酯	47.535	0.059	214128
30	磷酸三苯酯	49.644	0.038	135281
31	蝇毒磷	53.059	0.042	259013



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

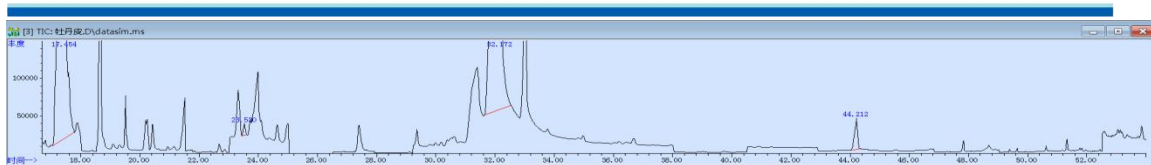


图 2. 牡丹皮样品空白图谱

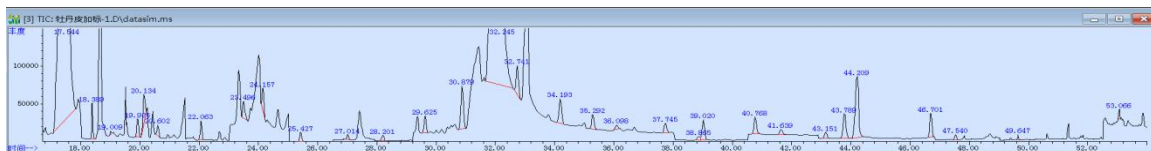


图 3. 牡丹皮样品加标 1mg/kg 图谱

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	124.42%	1.59%
2	灭线磷	91.72%	2.59%
3	杀虫脒	34.52%	5.37%
4	甲拌磷	95.14%	2.80%
5	治螟磷	88.54%	3.67%
6	α -BHC	87.79%	0.71%
7	特丁硫磷	96.59%	3.62%
8	γ -BHC	74.19%	3.90%
9	β -BHC,久效磷	113.79%	1.40%
10	氟甲腈	100.12%	1.16%
11	δ -BHC	102.53%	2.08%
12	艾氏剂	84.50%	2.47%
13	甲基对硫磷	101.40%	1.37%
14	2,4-三氯杀螨醇	88.22%	3.96%
15	氟虫腈,氟虫腈亚砷	108.82%	1.46%
16	对硫磷,三氯杀螨醇	78.84%	3.22%



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

17	甲基异硫磷	99.82%	3.85%
18	水胺硫磷	106.85%	0.13%
19	α -硫丹	83.37%	1.06%
20	氟虫腈砒	103.87%	1.41%
21	狄氏剂	82.79%	4.51%
22	4,4'-滴滴伊	83.76%	5.02%
23	苯线磷	96.17%	0.36%
24	甲基硫环磷	105.91%	4.30%
25	除草醚	93.52%	3.65%
26	β -硫丹,2,4'-滴滴涕	91.26%	2.55%
27	4,4'-滴滴滴	103.34%	4.48%
28	4,4'-滴滴涕	94.47%	2.23%
29	硫丹硫酸酯	109.27%	1.39%
30	蝇毒磷	131.13%	3.64%

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
00528-20000	盐析包	QuEChERS 萃取盐包, AOAC 方法, 6g 硫酸镁, 1.5g 乙酸钠, 50/pk



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

00581-20021	QuEChERS 净化管	QuEChERS 萃取净化管-15mL, 900mg MgSO ₄ , 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

