

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》

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） |
|------|-------------|



| | |
|-------|-------------|
| 电离能量 | 70eV |
| 传输线温度 | 280°C |
| 离子源温度 | 230°C |
| 四极杆温度 | 150°C |
| 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

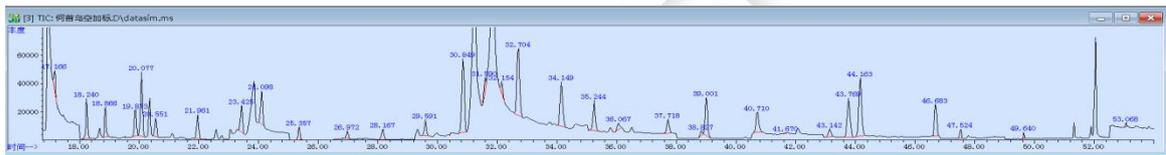


图 1. 空白基质后加标 1mg/L 图谱

| 峰号 | 物质 | 保留时间 | 峰宽 | 面积 |
|----|------------------|--------|-------|---------|
| 1 | 内吸磷 | 17.166 | 0.054 | 473378 |
| 2 | 灭线磷 | 18.24 | 0.064 | 1083494 |
| 3 | 杀虫脒 | 18.866 | 0.066 | 831538 |
| 4 | 甲拌磷 | 19.873 | 0.074 | 869888 |
| 5 | 治螟磷 | 20.077 | 0.073 | 1986181 |
| 6 | α -BHC | 20.551 | 0.071 | 558790 |
| 7 | 特丁硫磷 | 21.961 | 0.078 | 801542 |
| 8 | γ -BHC | 23.425 | 0.077 | 895525 |
| 9 | β -BHC,久效磷 | 24.098 | 0.073 | 1043979 |
| 10 | 氟甲腈 | 25.357 | 0.076 | 415410 |



| | | | | |
|----|---------------|--------|-------|---------|
| 11 | δ-BHC | 26.972 | 0.08 | 260114 |
| 12 | 艾氏剂 | 28.167 | 0.096 | 428815 |
| 13 | 甲基对硫磷 | 29.591 | 0.085 | 582020 |
| 14 | 2,4-三氯杀螨醇 | 30.849 | 0.093 | 3014926 |
| 15 | 氟虫腈,氟虫腈亚砷 | 31.59 | 0.072 | 380816 |
| 16 | 对硫磷 | 32.154 | 0.071 | 389767 |
| 17 | 三氯杀螨醇 | 32.704 | 0.1 | 2981773 |
| 18 | 甲基异硫磷 | 34.149 | 0.095 | 1787014 |
| 19 | 水胺硫磷 | 35.244 | 0.089 | 1135068 |
| 20 | α-硫丹 | 36.067 | 0.087 | 233248 |
| 21 | 氟虫腈砷 | 37.718 | 0.101 | 607430 |
| 22 | 狄氏剂 | 38.827 | 0.079 | 165806 |
| 23 | 4,4'-滴滴伊 | 39.001 | 0.088 | 1449806 |
| 24 | 苯线磷 | 40.71 | 0.107 | 921708 |
| 25 | 甲基硫环磷 | 41.67 | 0.113 | 36413 |
| 26 | 除草醚 | 43.142 | 0.098 | 318551 |
| 27 | β-硫丹,2,4'-滴滴涕 | 43.769 | 0.108 | 1808927 |
| 28 | 4,4'-滴滴滴 | 44.163 | 0.11 | 2765002 |
| 29 | 4,4'-滴滴涕 | 46.683 | 0.079 | 1112665 |
| 30 | 硫丹硫酸酯 | 47.524 | 0.061 | 240206 |
| 31 | 磷酸三苯酯 | 49.64 | 0.039 | 108257 |
| 32 | 蝇毒磷 | 53.068 | 0.042 | 69367 |



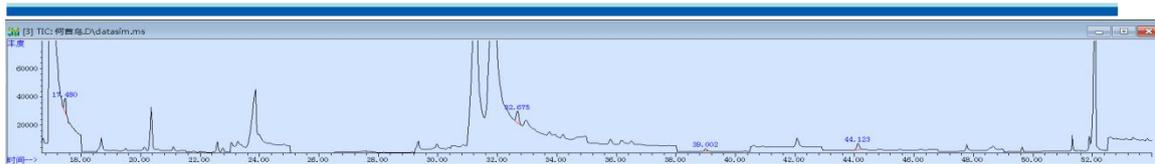


图 2. 何首乌样品空白图谱

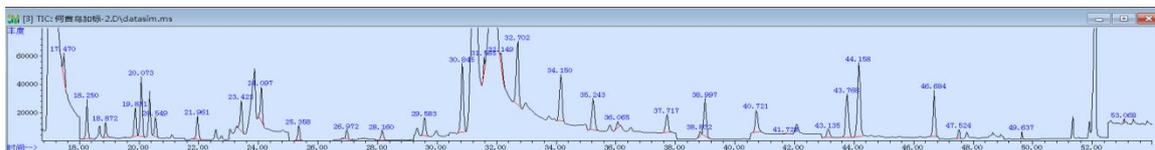


图 3. 何首乌样品加标 1mg/kg 图谱

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 | 110.39% | 3.52% |
| 2 | 灭线磷 | 88.46% | 0.21% |
| 3 | 杀虫脒 | 42.98% | 0.23% |
| 4 | 甲拌磷 | 85.86% | 4.92% |
| 5 | 治螟磷 | 83.88% | 3.54% |
| 6 | α -BHC | 84.97% | 1.02% |
| 7 | 特丁硫磷 | 81.57% | 1.62% |
| 8 | γ -BHC | 90.33% | 3.37% |
| 9 | β -BHC,久效磷 | 86.37% | 0.03% |
| 10 | 氟甲腈 | 97.92% | 4.02% |
| 11 | δ -BHC | 95.21% | 3.56% |
| 12 | 艾氏剂 | 73.29% | 3.64% |
| 13 | 甲基对硫磷 | 93.21% | 1.41% |
| 14 | 2,4-三氯杀螨醇 | 79.50% | 2.48% |
| 15 | 氟虫腈,氟虫腈亚砷 | 75.59% | 3.31% |
| 16 | 对硫磷 | 65.57% | 2.79% |



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 | 78.38% | 2.92% |
| 18 | 甲基异硫磷 | 84.21% | 5.41% |
| 19 | 水胺硫磷 | 91.97% | 3.10% |
| 20 | α -硫丹 | 73.25% | 1.84% |
| 21 | 氟虫腈砒 | 104.97% | 1.60% |
| 22 | 狄氏剂 | 77.56% | 3.44% |
| 23 | 4,4'-滴滴伊 | 83.05% | 2.15% |
| 24 | 苯线磷 | 83.87% | 3.63% |
| 25 | 甲基硫环磷 | 68.47% | 3.43% |
| 26 | 除草醚 | 98.28% | 2.06% |
| 27 | β -硫丹,2,4'-滴滴涕 | 89.28% | 4.85% |
| 28 | 4,4'-滴滴滴 | 99.14% | 4.49% |
| 29 | 4,4'-滴滴涕 | 107.55% | 3.15% |
| 30 | 硫丹硫酸酯 | 88.99% | 0.89% |
| 31 | 蝇毒磷 | 83.05% | 3.77% |

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 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 |

