2341 农药残留量测定（麦冬）

1、适用范围

适用于药材及饮片（植物类）检测。（本实验样品采用麦冬）

参考标准：《2341 农药残留量测定法 第五法》

2、溶液的配置

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 100μg/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 10μg/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 100μg/mL，用乙腈稀释并定容至 10mL，得内标磷酸三苯酯溶液 1μg/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 邮编：201600
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编：321000
Tel:400-810-6969 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，按内标标准曲线法计算。

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 邮编：201600
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编：321000
Tel:400-810-6969 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

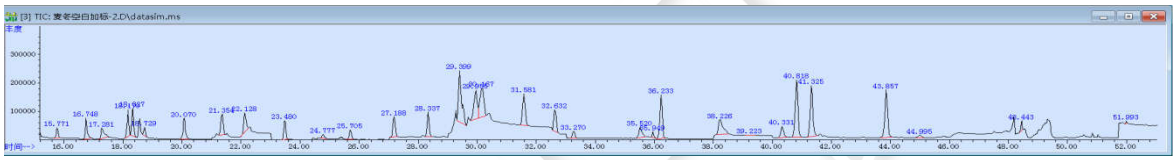

图 1. 空白基质后加标 1mg/L 图谱

峰号	物质	保留时间	峰宽	面积
1	内吸磷	15.771	0.069	1479001
2	灭线磷	16.748	0.075	3269181
3	杀虫脒	17.281	0.124	2729928
4	甲拌磷	18.17	0.065	3662191
5	治螟磷	18.327	0.07	4248626
6	α-BHC	18.729	0.061	1070419
7	特丁硫磷	20.07	0.088	3870739
8	γ-BHC	21.354	0.082	3645821
9	β-BHC,久效磷	22.128	0.086	3502764
10	氟甲腈	23.48	0.082	3294159

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 邮编：201600
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编：321000
Tel:400-810-6969 E-mail:lingyuyu @welchmat.com

11	δ-BHC	24.777	0.089	689484
12	艾氏剂	25.705	0.087	1723620
13	甲基对硫磷	27.188	0.089	3827167
14	2,4-三氯杀螨醇	28.337	0.089	4663035
15	氟虫腈,氟虫腈亚砜	29.399	0.119	12839340
16	对硫磷	29.955	0.114	6923679
17	三氯杀螨醇	30.167	0.145	9069947
18	甲基异硫磷	31.581	0.098	6480314
19	水胺硫磷	32.632	0.086	3926549
20	α-硫丹	33.27	0.097	1392102
21	氟虫腈砜	35.52	0.131	2900933
22	狄氏剂	35.949	0.068	927952
23	4,4'-滴滴伊	36.233	0.093	8655052
24	苯线磷	38.226	0.183	5664530
25	甲基硫环磷	39.223	0.222	167959
26	除草醚	40.331	0.107	2568991
27	β-硫丹,2,4'-滴滴涕	40.818	0.106	13182602
28	4,4'-滴滴滴	41.325	0.11	11870065
29	4,4'-滴滴涕	43.857	0.105	10514749
30	硫丹硫酸酯	44.995	0.123	570429
31	磷酸三苯酯	48.443	0.047	1011737
32	蝇毒磷	51.993	0.042	218802

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 邮编：201600
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编：321000
Tel:400-810-6969 **E-mail:lingyuyu @welchmat.com**

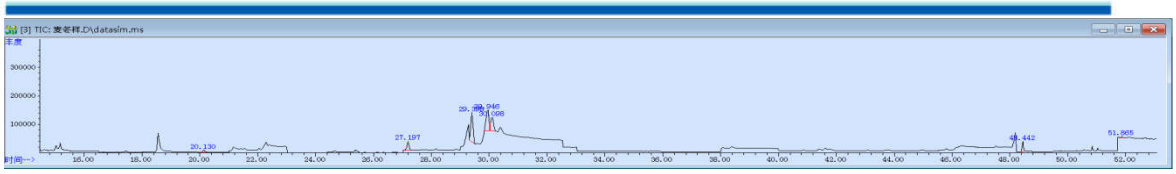

图 2.麦冬样品空白图谱

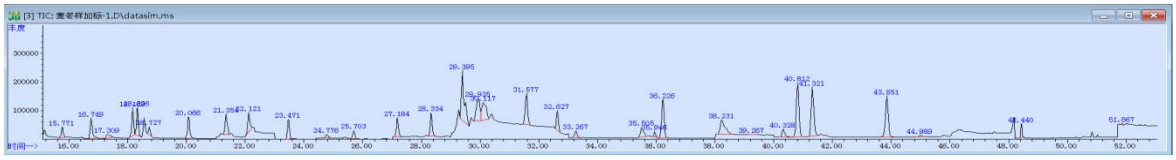

图 3. 麦冬样品加标 1mg/kg 图谱

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	104.16%	2.21%
2	灭线磷	107.15%	1.07%
3	杀虫脒	45.73%	2.59%
4	甲拌磷	104.43%	3.47%
5	治螟磷	101.00%	0.85%
6	α-BHC	97.08%	1.82%
7	特丁硫磷	102.35%	1.48%
8	γ-BHC	97.96%	0.60%
9	β-BHC,久效磷	98.61%	0.32%
10	氟甲腈	101.77%	2.13%
11	δ-BHC	98.72%	4.79%
12	艾氏剂	95.90%	0.25%
13	甲基对硫磷	90.64%	0.66%
14	2,4-三氯杀螨醇	93.39%	1.59%
15	氟虫腈,氟虫腈亚砜	93.32%	1.69%
16	对硫磷	85.58%	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 邮编：201600
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编：321000
Tel:400-810-6969 E-mail:lingyuyu @welchmat.com

17	三氯杀螨醇	70.02%	2.38%
18	甲基异硫磷	100.39%	1.66%
19	水胺硫磷	85.70%	0.66%
20	α-硫丹	96.89%	1.87%
21	氟虫腈砜	96.78%	2.66%
22	狄氏剂	91.62%	1.33%
23	4,4'-滴滴伊	94.53%	0.32%
24	苯线磷	98.84%	2.91%
25	甲基硫环磷	72.47%	2.34%
26	除草醚	75.54%	0.80%
27	β-硫丹,2,4'-滴滴涕	91.68%	0.34%
28	4,4'-滴滴滴	94.39%	0.46%
29	4,4'-滴滴涕	90.57%	1.02%
30	硫丹硫酸酯	79.73%	0.85%
31	蝇毒磷	82.60%	4.88%

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 邮编：201600
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编：321000
Tel:400-810-6969 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 MgSO4，300mg PSA，300mg C18E，300mg Silica，90mg GCB, 50/pk
03916-22001	气相色谱柱	WM-17,30m×0.25mm，0.25μm
00826-MW067M01MANVC	34 种农药残留混标-A	1000μg/mL 于乙腈 1.1mL
00826-MW143M01MANVC	34 种农药残留混标-B	1000μg/mL 于乙腈 1.1mL
00826-T186S01MANAF	磷酸三苯酯	CAS 号;115-86-6,1000μg/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 邮编：201600
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编：321000
Tel:400-810-6969 E-mail:lingyuyu @welchmat.com