

2341 农药残留量测定（刺五加）

1、适用范围

适用于药材及饮片（植物类）检测。（本实验样品采用刺五加）

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）
------	-------------



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

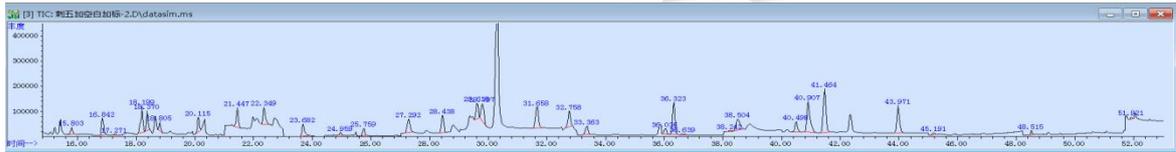


图 1. 空白基质后加标 1mg/L 图谱

峰号	物质	保留时间	峰宽	面积
1	内吸磷	15.803	0.077	1334655
2	灭线磷	16.842	0.083	3431237
3	杀虫脒	17.271	0.095	227362
4	甲拌磷	18.199	0.089	5642982
5	治螟磷	18.37	0.062	2982237
6	α -BHC	18.805	0.052	1111817
7	特丁硫磷	20.115	0.07	2449881
8	γ -BHC	21.447	0.083	3827630
9	β -BHC,久效磷	22.349	0.1	4052610
10	氟甲腈	23.682	0.104	3036464



11	δ-BHC	24.959	0.084	569002
12	艾氏剂	25.759	0.088	1613601
13	甲基对硫磷	27.292	0.106	3459342
14	2,4-三氯杀螨醇	28.438	0.089	3727190
15	氟虫腈,氟虫腈亚砷	29.618	0.074	2983661
16	对硫磷,三氯杀螨醇	29.797	0.107	4376233
17	甲基异硫磷	31.658	0.104	5528797
18	水胺硫磷	32.758	0.097	3697812
19	α-硫丹	33.363	0.106	2215253
20	氟虫腈砷	36.036	0.096	1262549
21	狄氏剂	36.323	0.093	7215175
22	4,4'-滴滴伊	36.639	0.139	447200
23	苯线磷	38.242	0.107	190597
24	甲基硫环磷	38.504	0.155	4183321
25	除草醚	40.498	0.101	2584268
26	β-硫丹,2,4'-滴滴涕	40.907	0.127	9510923
27	4,4'-滴滴滴	41.464	0.106	11080541
28	4,4'-滴滴涕	43.971	0.101	6667982
29	硫丹硫酸酯	45.191	0.096	433822
30	磷酸三苯酯	48.515	0.059	585397
31	蝇毒磷	51.921	0.051	270444



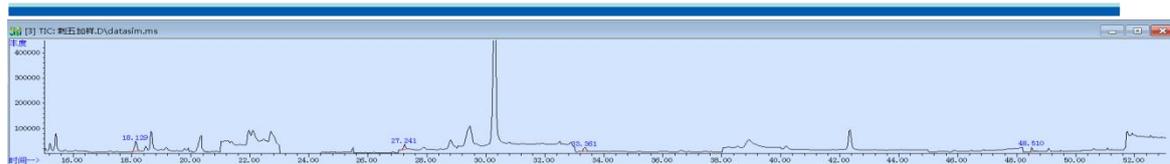


图 2.刺五加样品空白图谱

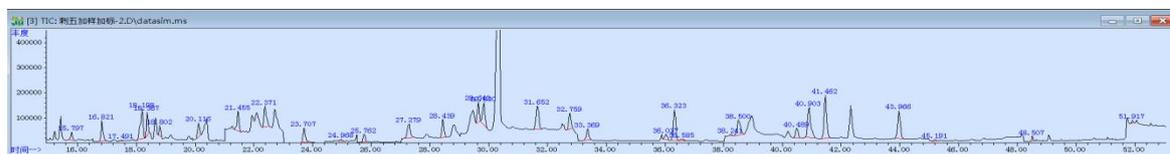


图 3. 刺五加样品加标 1mg/kg 图谱

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	97.34%	1.50%
2	灭线磷	103.84%	1.84%
3	杀虫脒	49.03%	1.79%
4	甲拌磷	122.41%	4.08%
5	治螟磷	106.90%	2.73%
6	α -BHC	107.88%	4.97%
7	特丁硫磷	100.91%	1.46%
8	γ -BHC	93.86%	1.30%
9	β -BHC,久效磷	122.09%	3.20%
10	氟甲腈	103.33%	0.66%
11	δ -BHC	79.56%	3.21%
12	艾氏剂	93.29%	1.59%
13	甲基对硫磷	112.62%	1.11%
14	2,4-三氯杀螨醇	101.09%	1.68%
15	氟虫腈,氟虫腈亚砷	106.43%	0.72%
16	对硫磷,三氯杀螨醇	116.79%	0.47%



17	甲基异硫磷	101.17%	2.07%
18	水胺硫磷	96.38%	1.05%
19	α -硫丹	116.02%	2.67%
20	氟虫腈砒	104.56%	3.12%
21	狄氏剂	95.17%	0.75%
22	4,4'-滴滴伊	109.20%	1.11%
23	苯线磷	106.63%	3.12%
24	甲基硫环磷	108.89%	0.71%
25	除草醚	88.54%	3.00%
26	β -硫丹,2,4'-滴滴涕	92.33%	0.20%
27	4,4'-滴滴滴	93.67%	0.71%
28	4,4'-滴滴涕	98.74%	0.92%
29	硫丹硫酸酯	71.69%	0.35%
30	蝇毒磷	93.85%	5.09%

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



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

