

2341 农药残留量测定（板蓝根）

1、适用范围

适用于药材及饮片（植物类）检测。（本实验样品采用板蓝根）

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

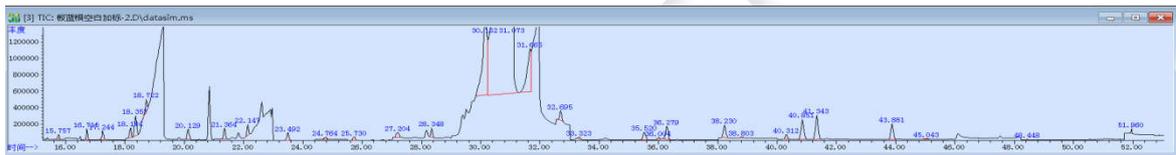


图 1. 空白基质后加标 1mg/L 图谱

峰号	物质	保留时间	峰宽	面积
1	内吸磷	15.757	0.055	1978699
2	灭线磷	16.715	0.053	4184552
3	杀虫脒	17.244	0.065	4229163
4	甲拌磷	18.184	0.062	4759285
5	治螟磷	18.357	0.081	12203627
6	α -BHC	18.722	0.063	5395775
7	特丁硫磷	20.129	0.08	5989811
8	γ -BHC	21.364	0.07	5483489
9	β -BHC,久效磷	22.147	0.064	5160288
10	氟甲腈	23.492	0.075	4207896



11	δ-BHC	24.764	0.11	1665542
12	艾氏剂	25.73	0.083	2055336
13	甲基对硫磷	27.204	0.115	4126903
14	2,4-三氯杀螨醇	28.348	0.076	5321944
15	氟虫腈,氟虫腈亚砷	30.152	0.182	115404784
16	对硫磷,三氯杀螨醇	31.073	0.598	628333222
17	甲基异硫磷	31.665	0.165	53018827
18	水胺硫磷	32.695	0.084	5918739
19	α-硫丹	33.323	0.068	867522
20	氟虫腈砷	35.52	0.105	5879875
21	狄氏剂	36.004	0.085	1205732
22	4,4'-滴滴伊	36.279	0.089	8542693
23	苯线磷	38.23	0.09	8411162
24	甲基硫环磷	38.803	0.09	612692
25	除草醚	40.312	0.095	3223735
26	β-硫丹,2,4'-滴滴涕	40.851	0.1	15007759
27	4,4'-滴滴滴	41.343	0.097	17602459
28	4,4'-滴滴涕	43.881	0.096	11018950
29	硫丹硫酸酯	45.043	0.095	542404
30	磷酸三苯酯	48.448	0.042	308504
31	蝇毒磷	51.96	0.034	1168893



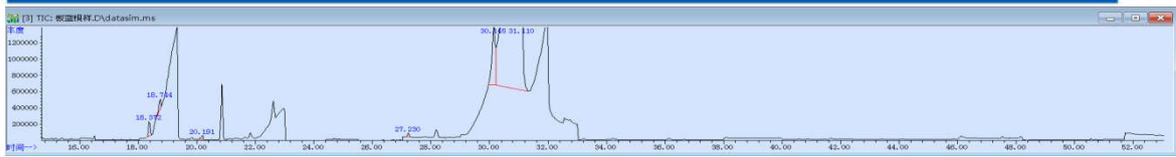


图 2.板蓝根样品空白图谱

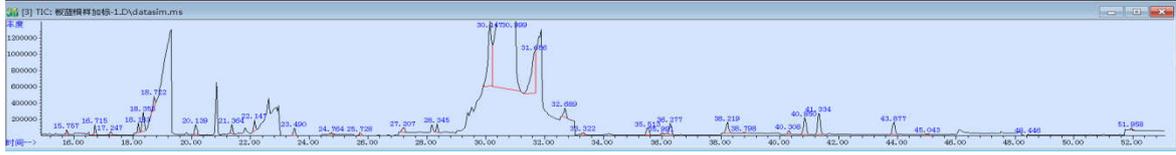


图 3. 板蓝根样品加标 1mg/kg 图谱

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	109.54%	4.21%
2	灭线磷	106.98%	0.59%
3	杀虫脒	42.09%	0.59%
4	甲拌磷	104.89%	0.78%
5	治螟磷	99.63%	1.28%
6	α -BHC	101.15%	0.79%
7	特丁硫磷	111.04%	2.97%
8	γ -BHC	99.42%	0.23%
9	β -BHC,久效磷	107.51%	3.15%
10	氟甲腈	105.02%	0.67%
11	δ -BHC	71.43%	1.48%
12	艾氏剂	88.42%	1.50%
13	甲基对硫磷	96.42%	2.04%
14	2,4-三氯杀螨醇	100.55%	2.26%
15	氟虫腈,氟虫腈亚砷	87.15%	4.88%
16	对硫磷,三氯杀螨醇	78.51%	5.29%



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	83.61%	1.83%
18	水胺硫磷	106.02%	0.83%
19	α -硫丹	113.30%	1.99%
20	氟虫腈砒	99.71%	1.71%
21	狄氏剂	114.81%	2.43%
22	4,4'-滴滴伊	91.73%	1.51%
23	苯线磷	94.92%	2.30%
24	甲基硫环磷	87.14%	5.51%
25	除草醚	81.94%	4.07%
26	β -硫丹,2,4'-滴滴涕	90.40%	0.73%
27	4,4'-滴滴滴	98.91%	1.02%
28	4,4'-滴滴涕	87.10%	0.19%
29	硫丹硫酸酯	76.01%	1.60%
30	蝇毒磷	64.80%	3.35%

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 Carb
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

