

## 2341 农药残留量测定（枸杞）

### 1、适用范围

适用于药材及饮片（植物类）检测。（本实验样品采用枸杞）

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 $\mu$ 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 $\mu$ 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 $\mu$ g/mL，用乙腈稀释并定容至 10mL，得内标磷酸三苯酯溶液 1 $\mu$ 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	15.758	0.057	1359886
2	灭线磷	16.731	0.062	3362642
3	杀虫脒	17.256	0.073	2945562
4	甲拌磷	18.175	0.065	4103316
5	治螟磷	18.329	0.064	3505559
6	$\alpha$ -BHC	18.739	0.064	1628173
7	特丁硫磷	20.07	0.075	4192340
8	$\gamma$ -BHC	21.356	0.073	3462086
9	$\beta$ -BHC,久效磷	22.126	0.092	4181700
10	氟甲腈	23.488	0.081	3605341



11	δ-BHC	24.772	0.084	611565
12	艾氏剂	25.709	0.086	1667039
13	甲基对硫磷	27.188	0.09	4548419
14	2,4-三氯杀螨醇	28.339	0.086	3847529
15	氟虫腈,氟虫腈亚砷	29.263	0.062	1190378
16	对硫磷,三氯杀螨醇	29.415	0.131	31103126
17	甲基异硫磷	31.592	0.093	5386666
18	水胺硫磷	32.633	0.086	4147786
19	α-硫丹	33.281	0.095	1251482
20	氟虫腈砷	35.528	0.124	3903531
21	狄氏剂	35.957	0.086	1056453
22	4,4'-滴滴伊	36.241	0.093	7377795
23	苯线磷	38.201	0.117	4965912
24	甲基硫环磷	38.966	0.171	685677
25	除草醚	40.32	0.1	2014988
26	β-硫丹,2,4'-滴滴涕	40.821	0.103	9013576
27	4,4'-滴滴滴	41.329	0.111	12843661
28	4,4'-滴滴涕	43.862	0.1	5549052
29	硫丹硫酸酯	44.993	0.113	605054
30	磷酸三苯酯	48.443	0.048	805241
31	蝇毒磷	51.982	0.045	1093018



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

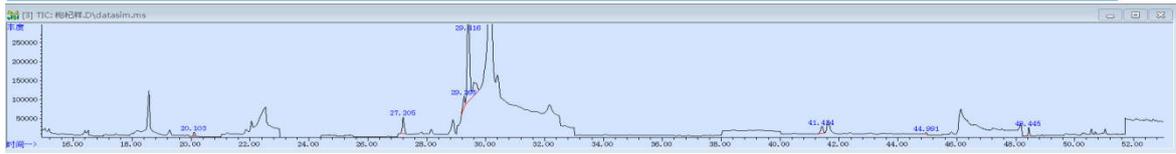


图 2.枸杞样品空白图谱

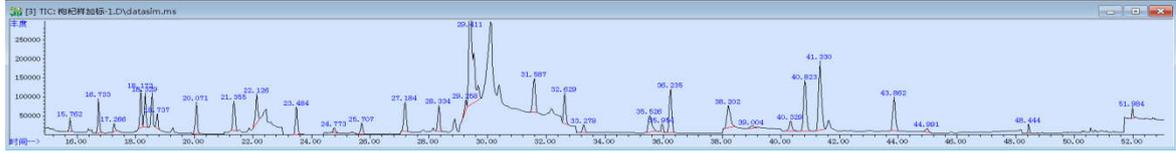


图 3. 枸杞样品加标 1mg/kg 图谱

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	97.66%	0.25%
2	灭线磷	103.67%	0.45%
3	杀虫脒	32.37%	1.07%
4	甲拌磷	96.26%	0.96%
5	治螟磷	96.67%	3.88%
6	$\alpha$ -BHC	91.57%	4.08%
7	特丁硫磷	91.54%	4.25%
8	$\gamma$ -BHC	97.38%	5.23%
9	$\beta$ -BHC,久效磷	98.47%	0.81%
10	氟甲腈	101.02%	0.52%
11	$\delta$ -BHC	108.91%	2.61%
12	艾氏剂	90.88%	3.37%
13	甲基对硫磷	91.94%	3.01%
14	2,4-三氯杀螨醇	89.40%	3.94%
15	氟虫腈,氟虫腈亚砷	115.05%	0.84%
16	对硫磷,三氯杀螨醇	98.38%	1.19%

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	99.44%	0.64%
18	水胺硫磷	101.04%	2.31%
19	$\alpha$ -硫丹	95.49%	3.01%
20	氟虫腈砒	96.78%	0.83%
21	狄氏剂	102.09%	4.25%
22	4,4'-滴滴伊	92.03%	3.25%
23	苯线磷	93.96%	2.67%
24	甲基硫环磷	93.72%	0.41%
25	除草醚	84.12%	4.48%
26	$\beta$ -硫丹,2,4'-滴滴涕	93.80%	5.02%
27	4,4'-滴滴滴	97.17%	1.70%
28	4,4'-滴滴涕	99.19%	0.10%
29	硫丹硫酸酯	107.93%	2.47%
30	蝇毒磷	75.59%	0.83%

## 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 <sub>4</sub> , 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

