

2341 农药残留量测定（山楂）

1、适用范围

适用于药材及饮片（植物类）检测。（本实验样品采用山楂）

参考标准：《2341 农药残留量测定法 第五法 液相色谱-串联质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 标准中间液 B：准确移取 0.1mL 标准贮备液 B，用乙腈稀释并定容至 10mL，得到 10 μ g/mL 标准中间液 B。
- 2) 混合标准工作液：准确移取 1mL 标准贮备液 A、1mL 标准中间液 B，用乙腈稀释并定容至 10mL，得到 1 μ g/mL 混合标准工作液。
- 3) 1%冰醋酸溶液：量取 5mL 冰醋酸，用水定容至 500mL。

3、提取步骤

取供试品粉末（过三号筛）3g，精密称定，置 50mL 聚苯乙烯具塞离心管中，加入 1%冰醋酸溶液 15mL，涡旋使药粉充分浸润，放置 30 分钟，精密加入乙腈 15mL，涡旋使混匀，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（每分钟 4000 转）5 分钟，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 分钟使净化完全，离心（每分钟 4000 转）5 分钟，精密吸取上清液 5mL，置氮吹仪上于 40 $^{\circ}$ C 水浴浓缩至约 0.4mL，加乙腈稀释至 1.0mL，涡旋混匀，滤过，取续滤液，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，准确加入水 0.3mL，混匀，过滤，取续滤液，待检测，按外标标准曲线法计算，即得。

4、注意事项

加标水平：3.0g 样中加入 0.15mL 1 μ g/mL 混合标准工作液，因此加标水平为 0.05mg/kg，最终机度数为 50 μ g/L。

5、色谱条件

5.1 UPLC 条件

色谱柱：Boltimate C18, 2.7 μ m,90 \AA , 2.1 \times 100mm

保护柱柱芯：Boltimate C18，核壳柱芯：2.7 μ m,90 \AA , 2.1 \times 5mm

流动相：A: 0.1%甲酸水溶液（含 5mmol/L 甲酸铵）；B: 乙腈-0.1%甲酸水溶液（含 5mmol/L 甲酸铵）（95:5）

柱温：40 $^{\circ}$ C；流速：0.3mL/min；进样体积：2 μ L

梯度洗脱程序：见表 1。

表 1 梯度洗脱程序

| 时间/min | A 相/% | B 相/% |
|--------|-------|-------|
| 0.00 | 70 | 30 |
| 1.00 | 70 | 30 |
| 12.00 | 0 | 100 |
| 14.00 | 0 | 100 |



| | | |
|-------|----|----|
| 14.01 | 70 | 30 |
| 16.00 | 70 | 30 |

5.2 质谱条件

离子源：电喷雾离子源（ESI）；

扫描方式：正离子扫描；

检测方式：多反应监测（MRM）模式；

离子喷雾电压：5500 V；离子源温度：500°C；

气帘气（CUR）35 psi；雾化气（GS1）55 psi；辅助气（GS2）50 psi。

其他质谱参数见表 2

液质仪器型号：AB Sciex TRIPLE QUAD 4500

表 2 多反应监测模式（MRM）参数

| 化合物 | 母离子(m/z) | 子离子(m/z) | 碰撞能 CE/V |
|-------|----------|----------|----------|
| 甲胺磷 | 142.1 | 94.1* | 17 |
| | | 125.1 | 16 |
| 苯线磷 | 304.0 | 217.2* | 31 |
| | | 234.3 | 28 |
| 苯线磷砒 | 336.0 | 266.2* | 27 |
| | | 188.3 | 37 |
| 苯线磷亚砒 | 320.0 | 233.2* | 31 |
| | | 171.3 | 31 |
| 地虫硫磷 | 247.0 | 109.1* | 26 |
| | | 137.1 | 17 |
| 治螟磷 | 323.0 | 97.1* | 51 |
| | | 171.2 | 22 |



| | | | |
|---------|-------|--------|----|
| 克百威 | 222.0 | 165.2* | 14 |
| | | 123.2 | 27 |
| 3-羟基克百威 | 238.1 | 181.1* | 18 |
| | | 163.2 | 21 |
| 胺苯磺隆 | 411.1 | 196.3* | 23 |
| | | 168.3 | 41 |
| 甲磺隆 | 382.0 | 167.3* | 22 |
| | | 199.2 | 29 |
| 氯磺隆 | 358.0 | 141.3* | 28 |
| | | 167.3 | 28 |
| 硫线磷 | 271.1 | 159.2* | 21 |
| | | 131.1 | 29 |
| 氯唑磷 | 314.0 | 120.2* | 41 |
| | | 162.3 | 25 |
| 甲拌磷 | 260.9 | 75.1* | 15 |
| | | 47.0 | 44 |
| 甲拌磷亚砷 | 277.0 | 199.0* | 15 |
| | | 97.1 | 44 |
| 甲拌磷砷 | 293.0 | 115.1* | 33 |
| | | 171.0 | 28 |
| 蝇毒磷 | 363.0 | 307.1* | 28 |
| | | 227.2 | 37 |
| 硫环磷 | 256.0 | 140.1* | 30 |
| | | 168.1 | 24 |
| 磷胺 | 300.0 | 127.1* | 25 |
| | | 174.1 | 25 |
| 涕灭威 | 213.2 | 116.2* | 17 |
| | | 89.2 | 24 |
| 涕灭威砷 | 223.1 | 76.1* | 15 |
| | | 86.2 | 18 |



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

| | | | |
|--------|-------|--------|----|
| 涕灭威亚砷 | 207.1 | 89.2* | 18 |
| | | 132.4 | 9 |
| 久效磷 | 224.1 | 193.1* | 15 |
| | | 127.1 | 17 |
| 内吸磷 | 259.1 | 89.2* | 19 |
| | | 61.1 | 46 |
| 灭线磷 | 243.2 | 97.0* | 25 |
| | | 131.1 | 30 |
| 特丁硫磷砷 | 321.1 | 171.2* | 16 |
| | | 97.0 | 55 |
| 特丁硫磷亚砷 | 305.1 | 187.2* | 15 |
| | | 97.0 | 52 |
| 水胺硫磷 | 312.0 | 236.2* | 22 |
| | | 270.2 | 23 |
| 杀虫脒 | 197.2 | 46.2* | 41 |
| | | 117.2 | 40 |
| 甲基异柳磷 | 332.2 | 231.2* | 30 |
| | | 273.1 | 30 |

6、色谱图或者加标回收率结果

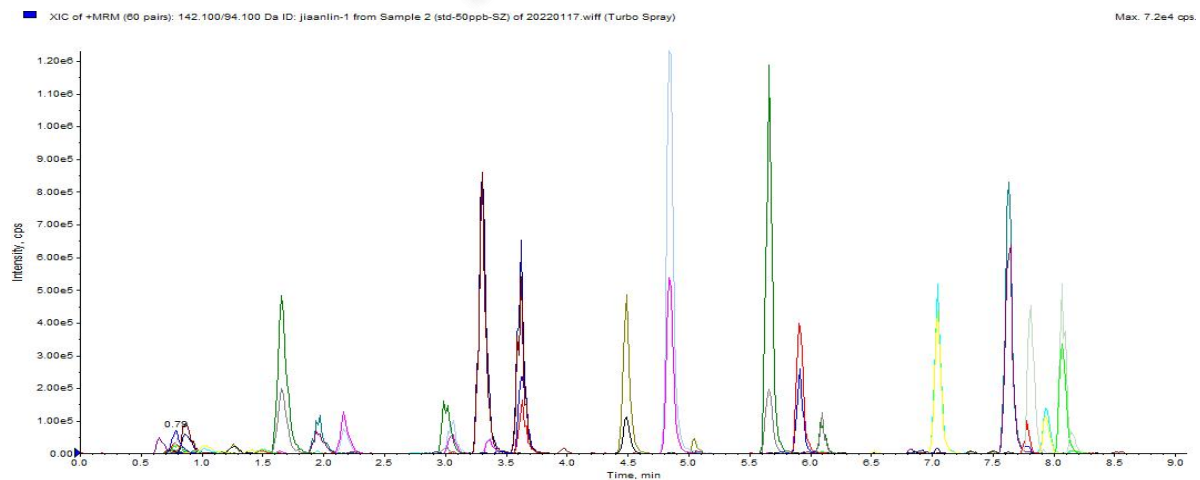


图 1. 基质混合对照溶液 50 μ g/L 图谱

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



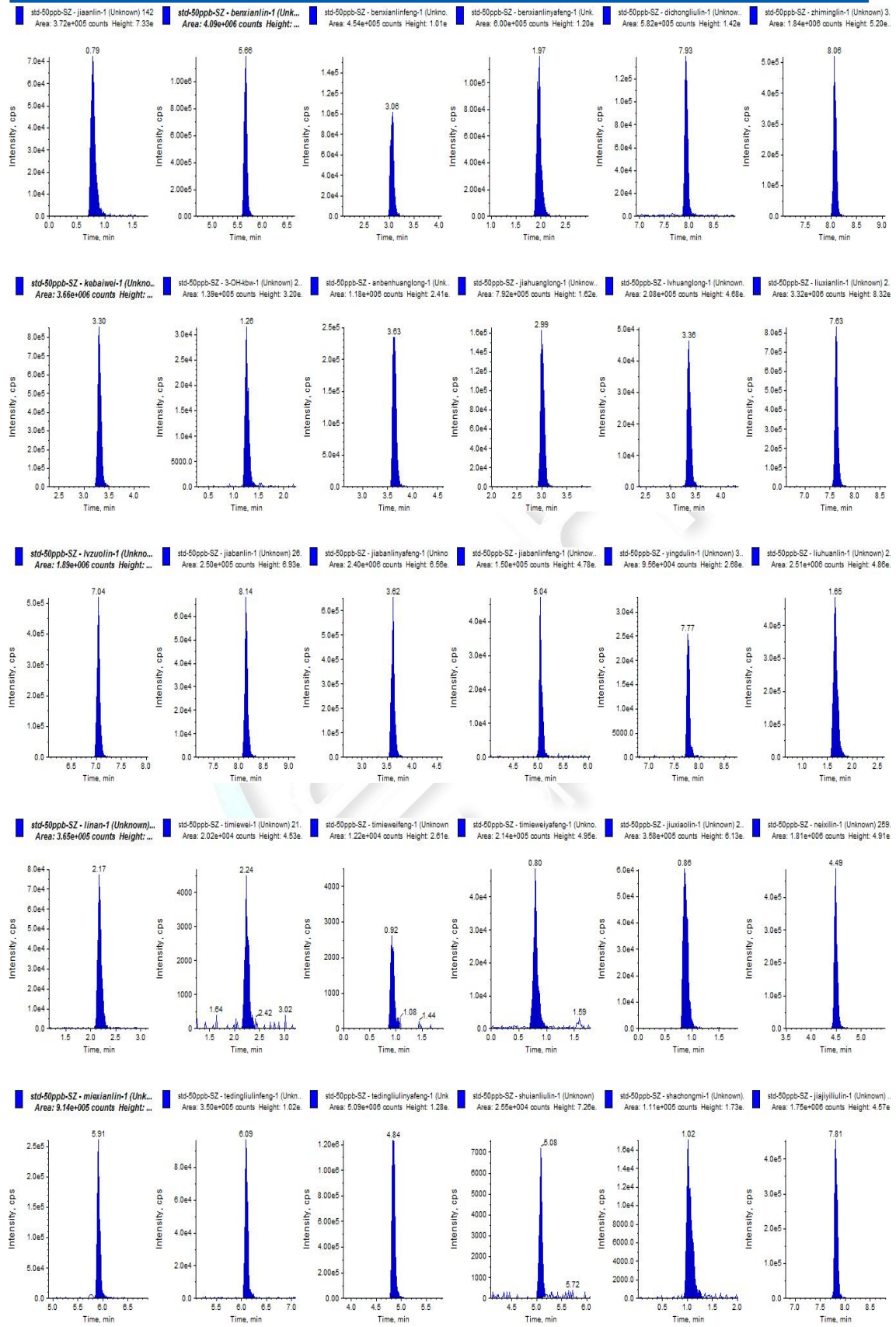


图 2. 基质混合对照溶液 50μg/L 各目标物图谱



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号启道漕河泾(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

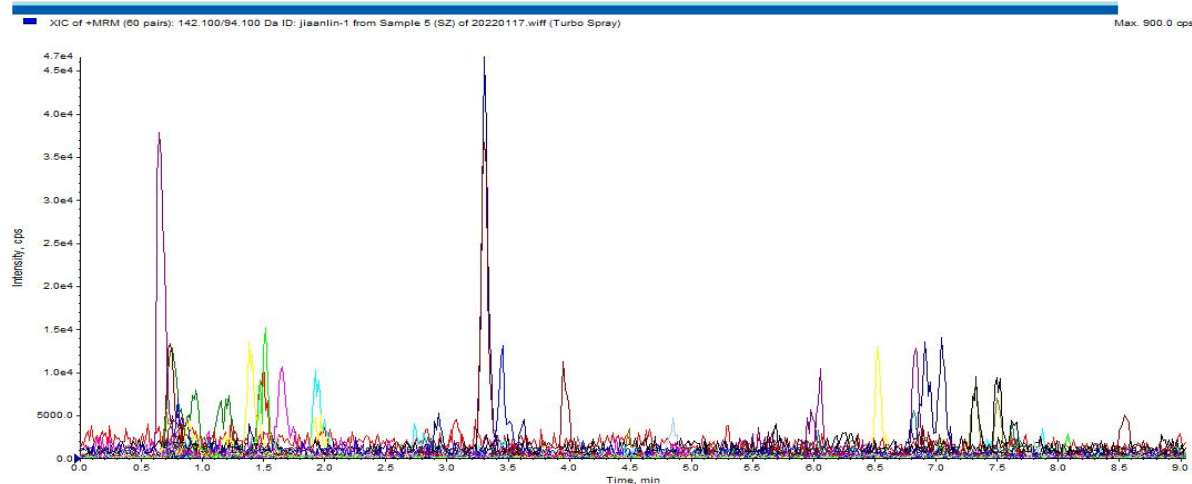


图 3.山楂样品空白图谱

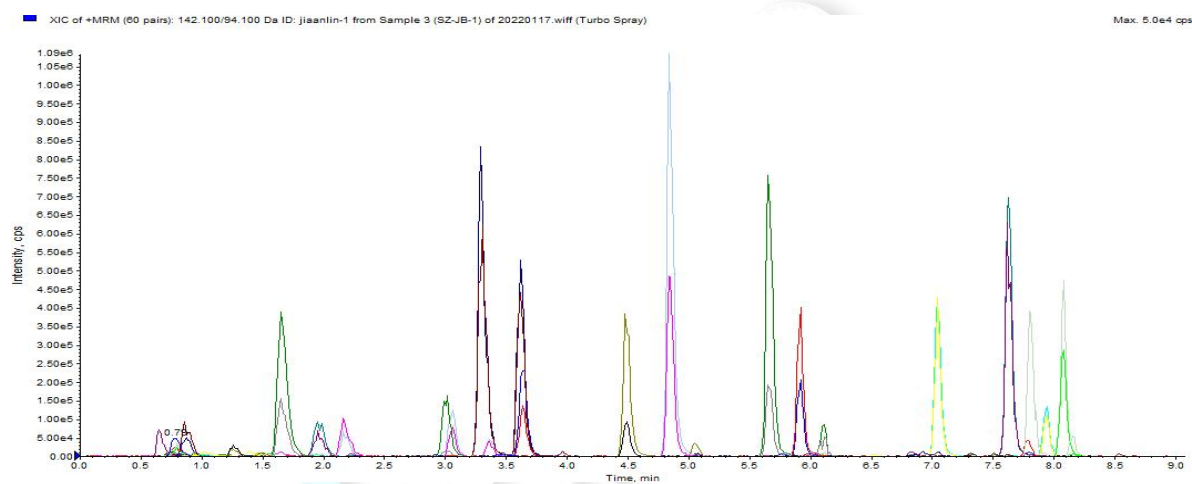


图 4. 山楂样品加标 0.05mg/kg 图谱

表 3. 加标回收率表（加标水平为 0.05mg/kg）

| 峰号 | 物质 | 平均回收率 | RSD 值 |
|----|-------|---------|-------|
| 1 | 甲胺磷 | 78.23% | 0.69% |
| 2 | 苯线磷 | 78.73% | 2.80% |
| 3 | 苯线磷砒 | 118.28% | 2.98% |
| 4 | 苯线磷亚砒 | 100.17% | 0.00% |
| 5 | 地虫硫磷 | 87.89% | 0.10% |
| 6 | 治螟磷 | 86.96% | 7.50% |
| 7 | 克百威 | 91.39% | 0.75% |



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

| | | | |
|----|---------|---------|-------|
| 8 | 3-羟基克百威 | 80.94% | 2.22% |
| 9 | 胺苯磺隆 | 97.03% | 1.31% |
| 10 | 甲磺隆 | 99.12% | 1.66% |
| 11 | 氯磺隆 | 97.12% | 0.50% |
| 12 | 硫线磷 | 88.55% | 2.38% |
| 13 | 氯唑磷 | 86.77% | 1.83% |
| 14 | 甲拌磷 | 88.40% | 0.90% |
| 15 | 甲拌磷亚砷 | 91.46% | 0.23% |
| 16 | 甲拌磷砷 | 99.67% | 3.68% |
| 17 | 蝇毒磷 | 68.35% | 3.16% |
| 18 | 硫环磷 | 86.85% | 0.00% |
| 19 | 磷胺 | 94.93% | 5.63% |
| 20 | 涕灭威 | 106.19% | 4.43% |
| 21 | 涕灭威砷 | 96.56% | 3.20% |
| 22 | 涕灭威亚砷 | 79.38% | 1.57% |
| 23 | 久效磷 | 82.54% | 1.52% |
| 24 | 内吸磷 | 83.43% | 5.30% |
| 25 | 灭线磷 | 87.96% | 0.25% |
| 26 | 特丁硫磷砷 | 84.00% | 7.82% |
| 27 | 特丁硫磷亚砷 | 86.35% | 2.39% |
| 28 | 水胺硫磷 | 99.02% | 2.18% |
| 29 | 杀虫脒 | 40.23% | 2.80% |
| 30 | 甲基异柳磷 | 83.71% | 1.71% |

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 |
| 960-04012 | 核壳色谱柱 | Boltimate C18, 2.7 μ m, 90 \AA , 2.1 \times 100mm |
| U808-960-25 | 保护柱柱芯 | Boltimate C18, 核壳柱芯: 2.7 μ m, 90 \AA , 2.1 \times 5mm |
| 00826-MW069M010 ANVC | 中药材 30 种农残混标-组分 A | 胺苯磺隆, 97780-06-8; 甲磺隆, 74223-64-6; 氯磺隆, 64902-72-3; 浓度为 10 μ g/mL 于乙腈, 1.1mL |
| 00826-MW220M01M ANVC | 中药材 30 种农残混标-组分 B | 除胺苯磺隆, 甲磺隆, 氯磺隆的其他组分, 浓度均为 1000 μ g/mL 于乙腈, 1.1mL |

