

## 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》

### 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

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

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

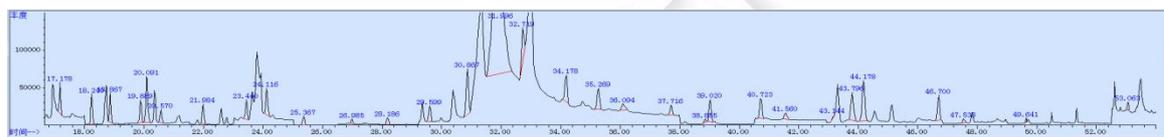


图 1. 空白基质后加标 1mg/L 图谱

峰号	物质	保留时间	峰宽	面积
1	内吸磷	17.178	0.054	1353742
2	灭线磷	18.24	0.058	1381070
3	杀虫脒	18.867	0.058	1346804
4	甲拌磷	19.889	0.07	1269917
5	治螟磷	20.091	0.076	2985922
6	α-BHC	20.57	0.068	740439
7	特丁硫磷	21.984	0.071	1148446
8	γ-BHC	23.44	0.075	1159143
9	β-BHC,久效磷	24.116	0.082	1740808
10	氟甲腈	25.367	0.074	535208



11	δ-BHC	26.985	0.079	297591
12	艾氏剂	28.186	0.086	468255
13	甲基对硫磷	29.599	0.079	977106
14	2,4-三氯杀螨醇	30.867	0.08	2957553
15	氟虫腈,氟虫腈亚砷	31.996	0.227	64585257
16	对硫磷,三氯杀螨醇	32.719	0.072	1939261
17	甲基异硫磷	34.178	0.086	1880311
18	水胺硫磷	35.269	0.085	1489209
19	α-硫丹	36.094	0.123	655291
20	氟虫腈砷	37.716	0.087	721470
21	狄氏剂	38.855	0.076	199903
22	4,4'-滴滴伊	39.02	0.089	1581534
23	苯线磷	40.723	0.091	1457164
24	甲基硫环磷	41.56	0.1	527050
25	除草醚	43.144	0.14	193117
26	β-硫丹,2,4'-滴滴涕	43.796	0.103	2295929
27	4,4'-滴滴滴	44.178	0.105	3406135
28	4,4'-滴滴涕	46.7	0.072	1445103
29	硫丹硫酸酯	47.536	0.091	303253
30	磷酸三苯酯	49.641	0.037	132636
31	蝇毒磷	53.063	0.046	313949



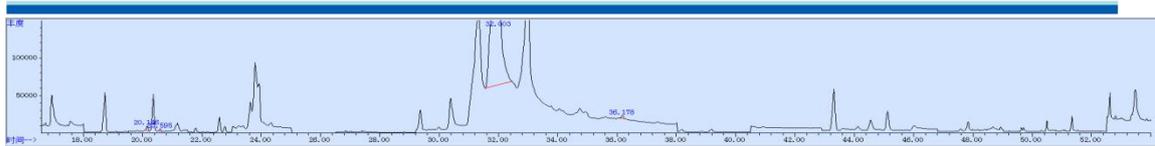


图 2. 山楂样品空白图谱

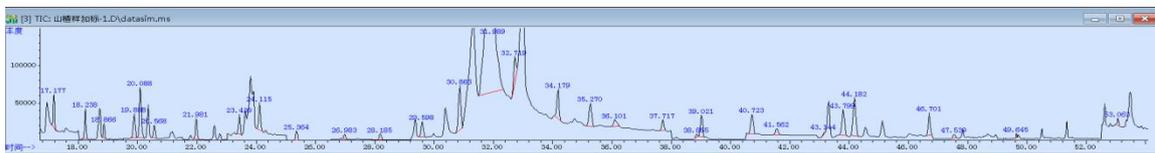


图 3. 山楂样品加标 1mg/kg 图谱

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	102.65%	0.03%
2	灭线磷	101.82%	2.34%
3	杀虫脒	50.53%	4.95%
4	甲拌磷	103.83%	0.79%
5	治螟磷	103.71%	0.58%
6	$\alpha$ -BHC	106.15%	3.77%
7	特丁硫磷	103.33%	0.51%
8	$\gamma$ -BHC	101.33%	4.24%
9	$\beta$ -BHC, 久效磷	96.14%	2.60%
10	氟甲腈	107.67%	0.47%
11	$\delta$ -BHC	101.89%	1.67%
12	艾氏剂	93.34%	0.57%
13	甲基对硫磷	103.78%	4.54%
14	2,4-三氯杀螨醇	102.92%	1.96%
15	氟虫腈, 氟虫腈亚砷	90.43%	1.00%
16	对硫磷, 三氯杀螨醇	75.86%	2.53%



17	甲基异硫磷	109.68%	1.92%
18	水胺硫磷	116.58%	0.30%
19	$\alpha$ -硫丹	102.32%	1.09%
20	氟虫腈砒	109.74%	4.31%
21	狄氏剂	88.41%	1.10%
22	4,4'-滴滴伊	96.60%	0.18%
23	苯线磷	102.63%	2.88%
24	甲基硫环磷	96.42%	3.83%
25	除草醚	100.48%	3.64%
26	$\beta$ -硫丹,2,4'-滴滴涕	96.04%	3.43%
27	4,4'-滴滴滴	96.30%	2.31%
28	4,4'-滴滴涕	90.05%	2.49%
29	硫丹硫酸酯	91.14%	2.73%
30	蝇毒磷	93.19%	2.43%

## 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

