2341 农药残留量测定（山药）

1、适用范围

适用于药材及饮片（植物类）检测。（本实验样品采用山药）

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、溶液的配置

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 10μg/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 1μg/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°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。

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 邮编：201600
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编：321000
Tel:400-810-6969 E-mail:lingyuyu @welchmat.com

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 1μg/mL 混合标准工作液，因此加标水平为 0.05mg/kg，最终机度数为 50μg/L。

5、色谱条件

5.1 UPLC 条件

色谱柱：Boltimate C18, 2.7μm,90Å, 2.1×100mm

保护柱柱芯：Boltimate C18，核壳柱芯：2.7μm,90Å, 2.1×5mm

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℃；流速：0.3mL/min；进样体积：2μL

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

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　邮编：201600
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号　邮编：321000
Tel:400-810-6969　E-mail:lingyuyu @welchmat.com

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℃；

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
苯线磷砜	336.0	266.2*	27
		188.3	37
苯线磷亚砜	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

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　邮编：201600
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号　邮编：321000
Tel:400-810-6969　E-mail:lingyuyu @welchmat.com

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
甲拌磷亚砜	277.0	199.0*	15
		97.1	44
甲拌磷砜	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
涕灭威砜	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 邮编：201600
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编：321000
Tel:400-810-6969 E-mail:lingyuyu @welchmat.com

涕灭威亚砜	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
特丁硫磷砜	321.1	171.2*	16
		97.0	55
特丁硫磷亚砜	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

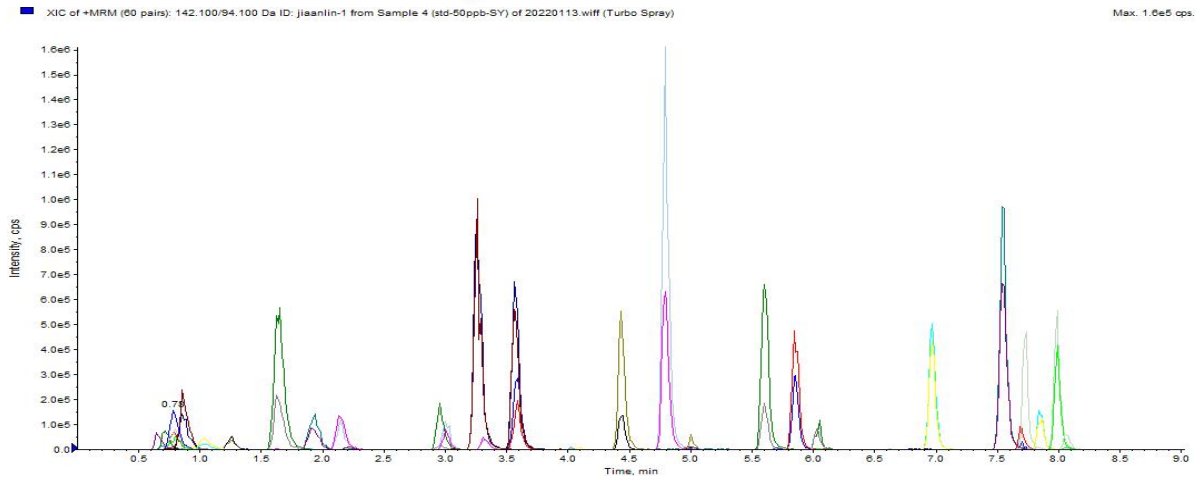

图 1. 基质混合对照溶液 50μg/L 图谱

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 邮编：201600
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编：321000
Tel:400-810-6969 E-mail:lingyuyu @welchmat.com

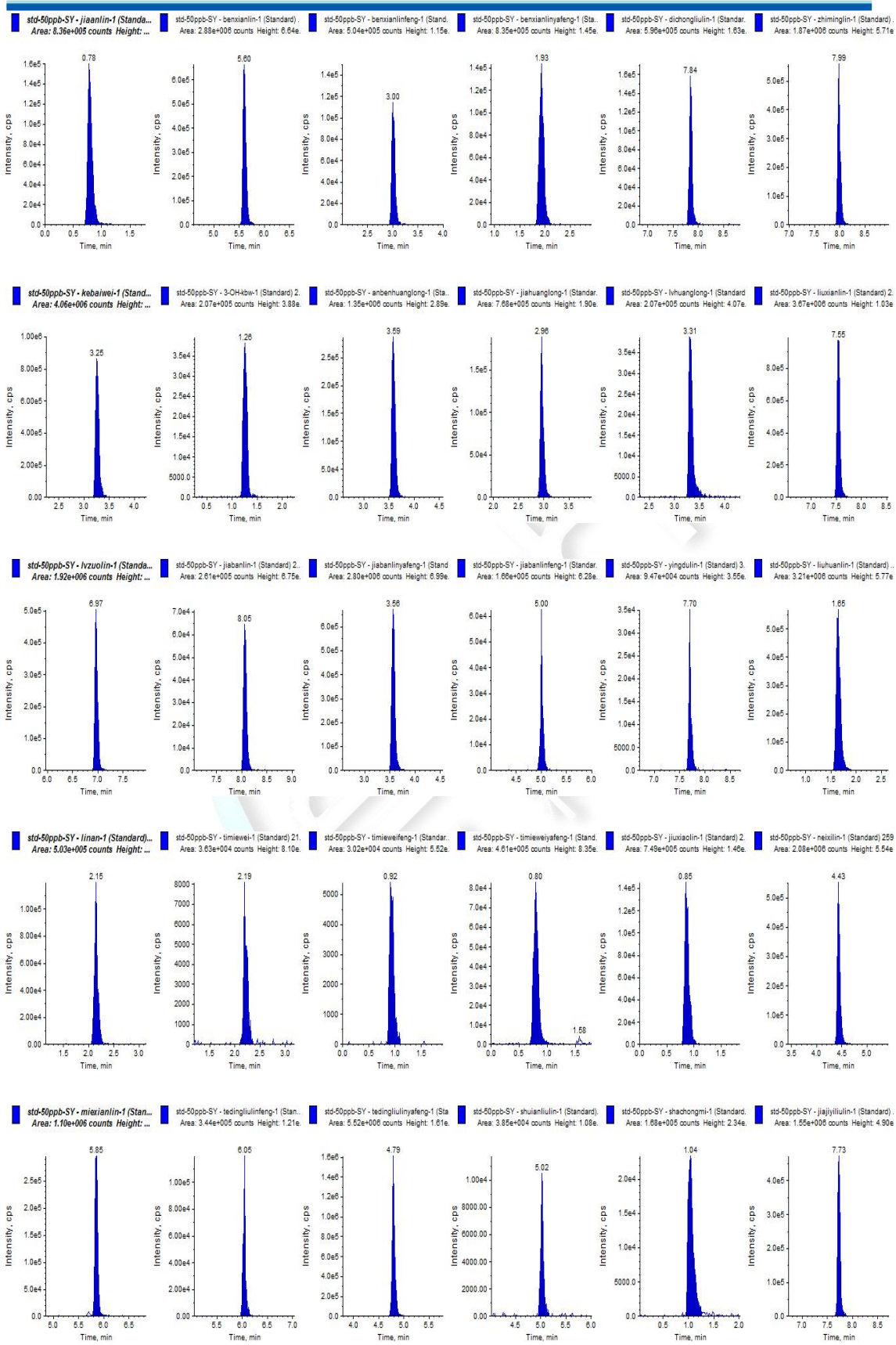

图 2. 基质混合对照溶液 50μg/L 各目标物图谱

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 号启迪漕河泾（中山）科技园.紫荆园 10 号楼 邮编：201600
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编：321000
Tel:400-810-6969 **E-mail:lingyuyu @welchmat.com**

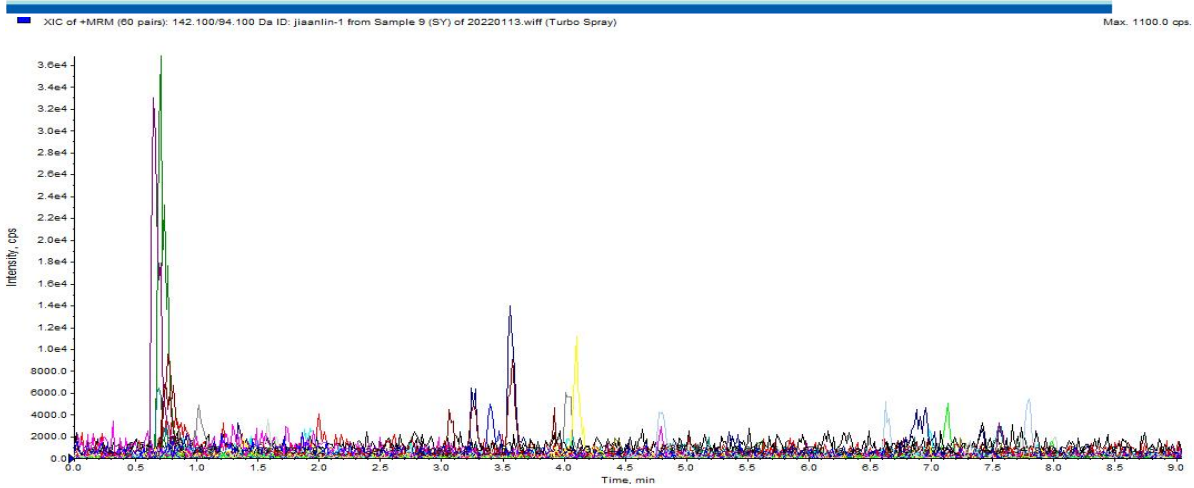

图 3.山药样品空白图谱

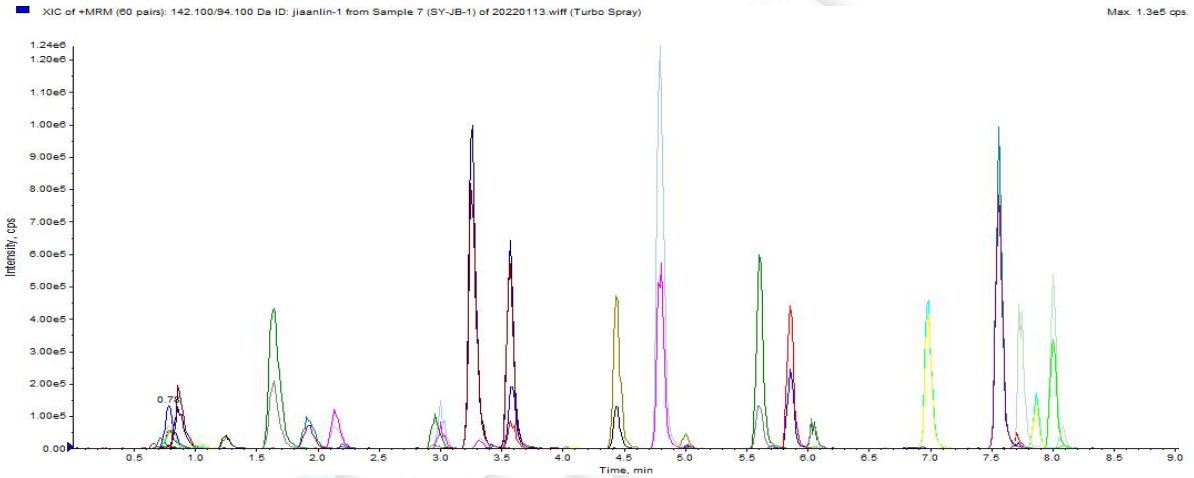

图 4. 山药样品加标 0.05mg/kg 图谱

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	79.55%	4.66%
2	苯线磷	83.85%	1.86%
3	苯线磷砜	104.66%	3.13%
4	苯线磷亚砜	77.19%	3.96%
5	地虫硫磷	93.54%	5.47%
6	治螟磷	102.14%	1.05%
7	克百威	100.86%	3.05%

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 邮编：201600
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编：321000
Tel:400-810-6969 E-mail:lingyuyu @welchmat.com

8	3-羟基克百威	91.79%	3.16%
9	胺苯磺隆	62.81%	0.59%
10	甲磺隆	64.71%	3.62%
11	氯磺隆	68.84%	2.46%
12	硫线磷	94.69%	4.46%
13	氯唑磷	92.45%	1.97%
14	甲拌磷	97.32%	1.97%
15	甲拌磷亚砜	93.21%	2.30%
16	甲拌磷砜	114.76%	3.41%
17	蝇毒磷	63.89%	8.60%
18	硫环磷	85.36%	1.46%
19	磷胺	85.88%	0.46%
20	涕灭威	81.68%	8.94%
21	涕灭威砜	88.08%	3.38%
22	涕灭威亚砜	88.94%	3.66%
23	久效磷	90.85%	2.57%
24	内吸磷	92.55%	1.30%
25	灭线磷	85.95%	3.12%
26	特丁硫磷砜	79.80%	8.93%
27	特丁硫磷亚砜	92.12%	0.88%
28	水胺硫磷	99.22%	1.05%
29	杀虫脒	39.38%	3.40%
30	甲基异柳磷	98.71%	5.88%

7、相关产品信息

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 邮编：201600
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编：321000
Tel:400-810-6969 E-mail:lingyuyu @welchmat.com

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 MgSO4，300mg PSA，300mg C18E，300mg Silica，90mg Carb
960-04012	核壳色谱柱	Boltimate C18, 2.7μm, 90Å, 2.1×100mm
U808-960-25	保护柱柱芯	Boltimate C18，核壳柱芯: 2.7μm,90Å, 2.1×5mm
00826-MW069M010ANVC	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 μg/mL 于乙腈, 1.1mL
00826-MW220M01MANVC	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 1000μg/mL 于乙腈，1.1mL

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 邮编：201600
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编：321000
Tel:400-810-6969 E-mail:lingyuyu @welchmat.com