

## 黄芪中拟除虫菊酯类农药残留量测定

### 1、适用范围

适用于药材中 3 种拟除虫菊酯（氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯）的测定（基质为黄芪）

参考标准：《2341 农药残留量测定法 第三法》

### 2、溶液的配制

标准储备液（固体标品）：分别准确称取 1mg 氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯标准品，用石油醚（60-90℃）溶解并定容至 10ml，浓度为 0.1mg/mL。

标准工作液：分别准确量取 2mL 氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯标准储备液，用石油醚（60-90℃）定容至 10mL，浓度为 20mg/L。

### 3、提取步骤

称取黄芪粉末（过三号筛）1.0g，置于 100mL 锥形瓶中，加石油醚（60-90℃）-丙酮（4:1）混合溶液 30mL，超声处理 15min，滤过，药渣再重复上述操作 2 次后，合并滤液，滤液用适量无水硫酸钠脱水后，于 40-45℃减压浓缩至近干，用少量石油醚（60-90℃）反复操作至丙酮除净，残渣用适量石油醚（60-90℃）溶解，待净化

### 4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® 农残专用柱，规格：10g/30mL

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 TeL:400-810-6969

邮编: 321000

E-maiL:Lingyuyu@weLchmat.com

活化：20mL 石油醚（60-90℃）-乙醚（4:1），弃去；

上样：待净化液全部上样，收集流出液；

洗脱：90mL 石油醚（60-90℃）-乙醚（4:1），收集流出液；

浓缩：将上述步骤中收集到的液体于 40-45℃ 减压浓缩至近干，再用石油醚（60-90℃）3-4mL 重复操作至乙醚除净，用石油醚（60-90℃）溶解并转移至 5mL 容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀后供气相色谱测定。

## 5、注意事项

1) 加标水平：

1g 样中，添加 0.025mL 20mg/L 标准使用液，得到加标水平为 0.5mg/kg。最终定容到 5mL，

机读数为 0.1mg/L。

## 6、色谱条件

|            |   |
|------------|---|
| 仪器型号       | Panna A91   |
| 色谱柱        | WM-5, 30.0m×0.32mm×0.25μm   |
| 进样口温度      | 270℃  |
| 检测器（ECD）温度 | 330℃  |
| 载气         | N <sub>2</sub>  |
| 进样方式       | 不分流进样   |
| 载气流量       | 1.0 mL/min  |
| 进样量        | 1μL   |
| 升温程序       | 初始 160℃，保持 1min, 10℃/min 升到 278℃，保持 0.5min, 1℃/min 升到 290℃，保持 5min； |

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 TeL:400-810-6969

邮编: 321000

E-maiL:Lingyuyu@weLchmat.com

## 7、色谱图或者加标回收率结果

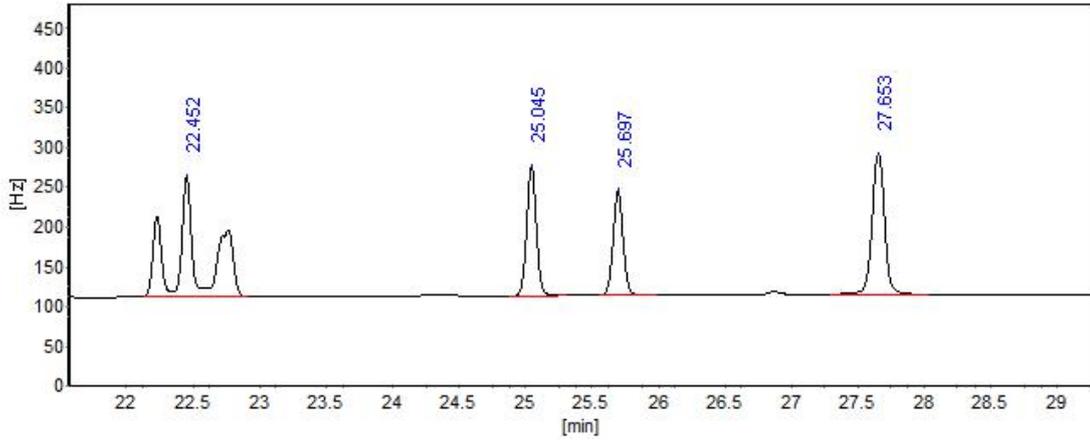


图 1. 拟除虫菊酯类农药标准品 0.1mg/L 图谱

| 峰名称  | 保留时间<br>min | 峰高<br>Hz | 峰面积<br>Hz*s | 相对峰面积<br>% | 拖尾因子  | 塔板数<br>(EP) |
|------|-------------|----------|-------------|------------|-------|-------------|
| 氯氰菊酯 | 22.452      | 151.46   | 1885.41     | 41.2003    | 1.178 | 589085      |
| 氰戊菊酯 | 25.045      | 162.64   | 824.99      | 18.0278    | 1.014 | 590032      |
|      | 25.697      | 131.79   | 686.95      | 15.0113    | 1.005 | 580672      |
| 溴氰菊酯 | 27.653      | 177.19   | 1178.86     | 25.7606    | 1.032 | 439966      |

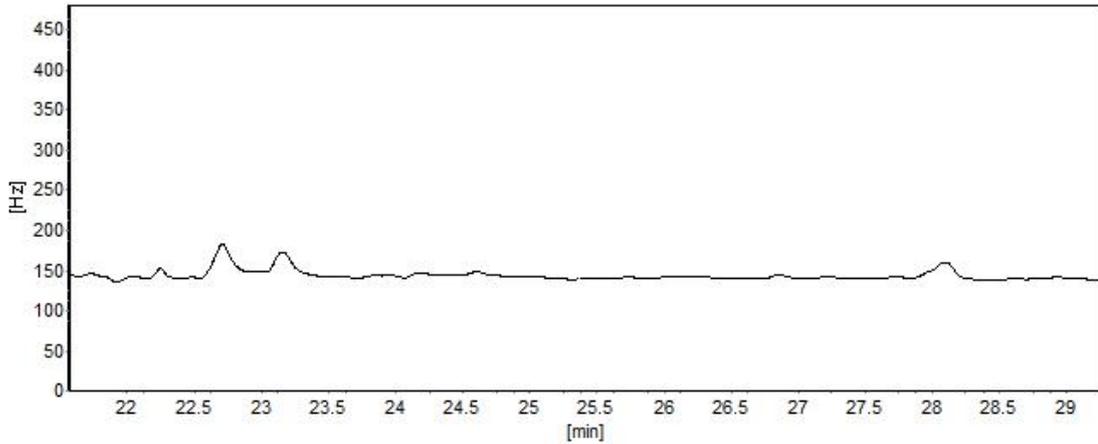


图 2. 黄芪样品空白图谱

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 TeL:400-810-6969

邮编: 321000

E-maiL:Lingyuyu@weLchmat.com

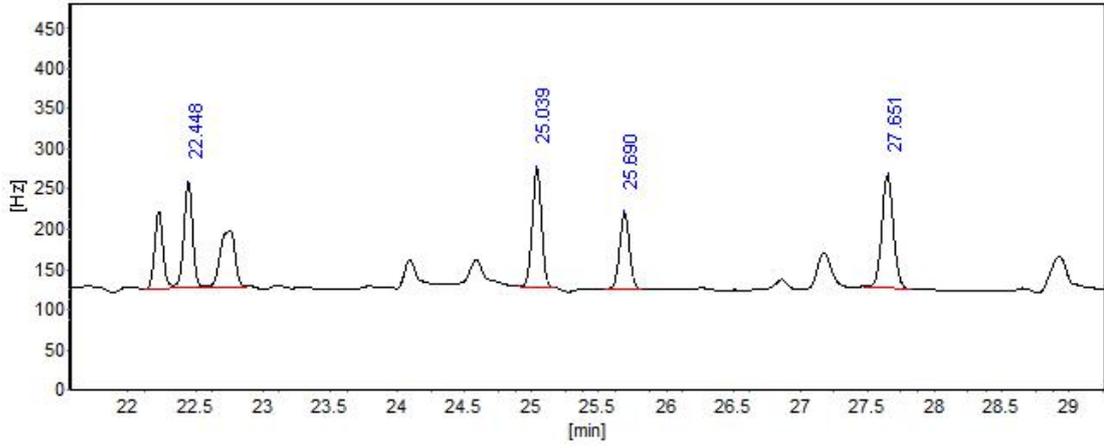


图 3. 黄芪样品加标 0.5mg/kg 图谱

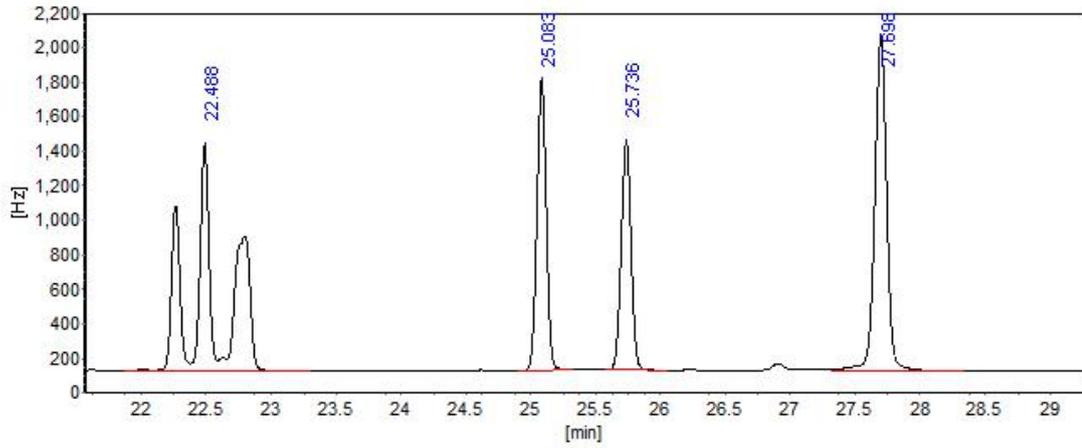


图 4. 拟除虫菊酯类农药标准品 1.0mg/L 图谱

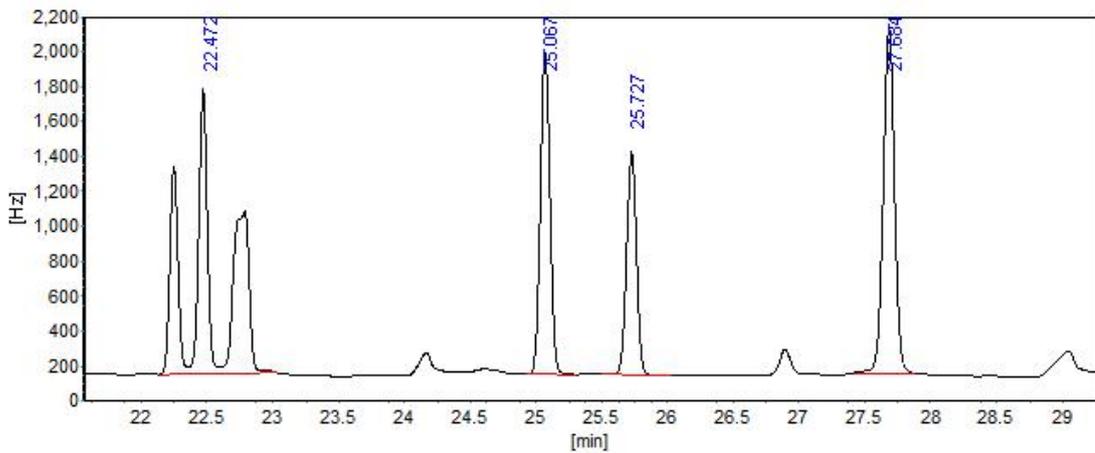


图 5. 黄芪样品加标 5mg/kg 图谱

### 表 1.加标回收率表

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 TeL:400-810-6969

邮编: 321000

E-maiL:Lingyuyu@weLchmat.com

| 分类   | 加标水平 mg/kg | 平均回收率%  | RSD % |
|------|------------|---------|-------|
| 氯氰菊酯 | 0.5        | 82.70%  | 0.56% |
| 氰戊菊酯 |            | 86.56%  | 4.22% |
|      |            | 70.54%  | 1.22% |
| 溴氰菊酯 |            | 71.17%  | 3.50% |
| 氯氰菊酯 | 5          | 112.96% | 3.45% |
| 氰戊菊酯 |            | 105.79% | 2.27% |
|      |            | 97.14%  | 2.49% |
| 溴氰菊酯 |            | 99.67%  | 4.47% |

## 8、相关产品信息

| 货号          | 名称           | 规格  |
|-------------|--------------|---|
| 00549-20080 | SPE 小柱       | Welchrom® 农残专用柱,10g/30mL,10/pk                |
| 00824-31001 | Welch 固相萃取装置 | 12 位方缸  |
| 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<br>11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk |
| 03902-32001 | 气相色谱柱        | WM-5, 30.0m×0.32mm×0.25μm                     |
|             | 溴氰菊酯标准品      | CAS No.:52820-00-5, 250mg                     |
|             | 氰戊菊酯标准品      | CAS No.:51630-58-1, 250mg                     |
|             | 氯氰菊酯标准品      | CAS No.:52315-07-8, 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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 TeL:400-810-6969

邮编: 321000

E-maiL:Lingyuyu@weLchmat.com