

## 2341 农药残留量测定（地黄）

### 1、适用范围

适用于药材及饮片（植物类）检测。（本实验样品采用地黄）

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

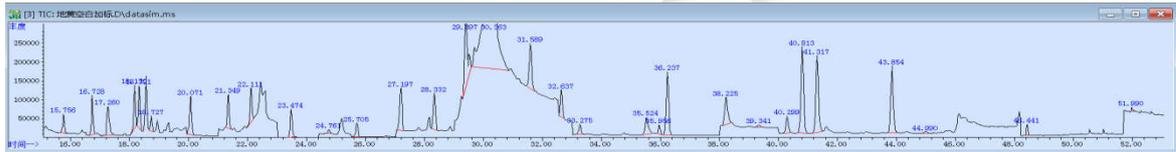


图 1. 空白基质后加标 1mg/L 图谱

峰号	物质	保留时间	峰宽	面积
1	内吸磷	15.756	0.064	1934311
2	灭线磷	16.728	0.063	3943714
3	杀虫脒	17.26	0.094	4312936
4	甲拌磷	18.17	0.061	4143701
5	治螟磷	18.321	0.066	4715677
6	$\alpha$ -BHC	18.727	0.062	1493606
7	特丁硫磷	20.071	0.08	4933943
8	$\gamma$ -BHC	21.349	0.071	3981648
9	$\beta$ -BHC,久效磷	22.111	0.078	4381307
10	氟甲腈	23.474	0.083	3682448



11	δ-BHC	24.761	0.078	448957
12	艾氏剂	25.705	0.089	1929475
13	甲基对硫磷	27.197	0.095	6514882
14	2,4-三氯杀螨醇	28.332	0.084	4793492
15	氟虫腈,氟虫腈亚砷	29.397	0.09	12026749
16	对硫磷,三氯杀螨醇	30.363	0.303	129465722
17	甲基异硫磷	31.589	0.096	7015417
18	水胺硫磷	32.637	0.083	3689517
19	α-硫丹	33.275	0.093	1527039
20	氟虫腈砷	35.524	0.129	3536540
21	狄氏剂	35.956	0.078	1137965
22	4,4'-滴滴伊	36.237	0.094	9484793
23	苯线磷	38.225	0.122	5377746
24	甲基硫环磷	39.341	0.094	340837
25	除草醚	40.299	0.099	2717148
26	β-硫丹,2,4'-滴滴涕	40.813	0.102	14152061
27	4,4'-滴滴滴	41.317	0.105	12770194
28	4,4'-滴滴涕	43.854	0.098	10452243
29	硫丹硫酸酯	44.99	0.119	276130
30	磷酸三苯酯	48.441	0.048	864699
31	蝇毒磷	51.99	0.053	353577



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

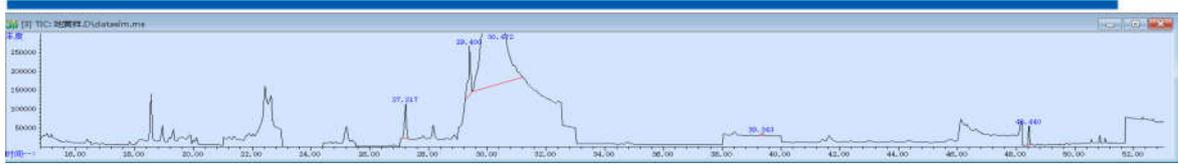


图 2.地黄样品空白图谱

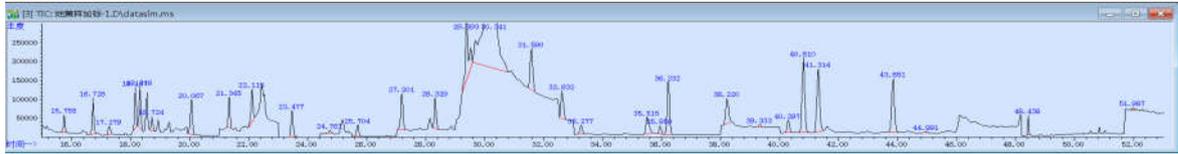


图 3. 地黄样品加标 1mg/kg 图谱

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	87.96%	1.80%
2	灭线磷	91.91%	2.43%
3	杀虫脒	26.31%	4.53%
4	甲拌磷	96.43%	1.12%
5	治螟磷	89.00%	3.55%
6	$\alpha$ -BHC	90.95%	1.24%
7	特丁硫磷	89.33%	3.01%
8	$\gamma$ -BHC	88.34%	2.03%
9	$\beta$ -BHC,久效磷	86.28%	4.73%
10	氟甲腈	92.70%	1.71%
11	$\delta$ -BHC	82.66%	2.63%
12	艾氏剂	80.11%	1.11%
13	甲基对硫磷	82.35%	4.29%
14	2,4-三氯杀螨醇	82.81%	1.83%
15	氟虫腈,氟虫腈亚砷	92.10%	2.61%
16	对硫磷,三氯杀螨醇	80.84%	2.07%



17	甲基异硫磷	85.92%	3.92%
18	水胺硫磷	96.61%	1.78%
19	$\alpha$ -硫丹	82.96%	0.01%
20	氟虫腈砒	94.86%	2.86%
21	狄氏剂	95.03%	2.16%
22	4,4'-滴滴伊	83.99%	2.44%
23	苯线磷	83.18%	2.30%
24	甲基硫环磷	102.82%	2.27%
25	除草醚	70.60%	3.02%
26	$\beta$ -硫丹,2,4'-滴滴涕	83.27%	2.99%
27	4,4'-滴滴滴	86.65%	2.93%
28	4,4'-滴滴涕	84.17%	3.00%
29	硫丹硫酸酯	87.64%	5.62%
30	蝇毒磷	74.72%	2.13%

## 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

