

## 2341 农药残留量测定法

### 1、适用范围

适用于药材及饮片（植物类）检测。（本实验样品采用人参）

参考标准《药典 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 0.1mg/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 储备液。
- 3) 内标 0.1 $\mu$ g/mL 配制：分别准确移取 0.1mL 内标磷酸三苯酯溶液 10 $\mu$ g/mL，用乙腈稀释并定容至 10mL，得内标磷酸三苯酯溶液 0.1 $\mu$ g/mL
- 4) 乙腈-甲苯（3-1）：量取 300mL 乙腈，和 100mL 甲苯，超声混匀，备用。

### 3、提取步骤

称取样品 5g 样品，加氯化钠 1g，立即摇散，再加入 50mL 乙腈，匀浆处理，离心 5min（4000r/min），移取上清液；沉淀中再加入 50mL 乙腈，匀浆处理，离心 5min（4000r/min），移取上清液，合并两次上清液，40℃水浴浓缩至 3-5mL，再用乙腈稀释复溶至 10mL，摇匀，备用。

## 4、SPE 净化步骤

净化方法一：

Welchrom® QuEChERS 规格：无水硫酸镁 1200mg，N-丙基乙二胺（PSA）300mg，十八烷基硅烷键合硅胶（C18E）100mg

量取直接提取法制备的供试品溶液 3mL，置于离心管中，涡旋使充分混匀，离心 5min（4000r/min），移取上清液，即得。

净化方法二：

SPE 柱：月旭 Welchrom®BRP，规格：200mg/6mL。

上样：直接量取直接提取法制备的供试品溶液 3mL，通过小柱净化，收集全部净化液，混匀，即得。

净化方法三：

SPE 柱：月旭 Welchrom® Carb/NH<sub>2</sub>，规格：250mg/250mg/6mL。

活化：10mL 乙腈-甲苯（3-1），弃去；

上样：直接量取直接提取法制备的供试品溶液 2mL，收集于鸡心瓶中；

洗脱：20mL 乙腈-甲苯（3-1）洗脱，压干并收集于鸡心瓶中；

复溶：将收集液体于 40℃ 水浴旋蒸至干，用乙腈转移并稀释至 2mL，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 0.3mL，混匀，过滤，取续滤液，待检测，按内标标准曲线法计算。

## 5、注意事项

加标水平：5g 样中加入 1.0mL 10μg/mL 标准贮备液，因此加标水平为 2mg/kg，最终机度数为 1mg/L。

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

## 6、色谱条件

### 6.1 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

### 6.2 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℃
离子源温度	250℃
四极杆温度	150℃
监测方式	选择离子扫描（SIM）
溶剂延迟	10.0min

## 7、色谱图或者加标回收率结果

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

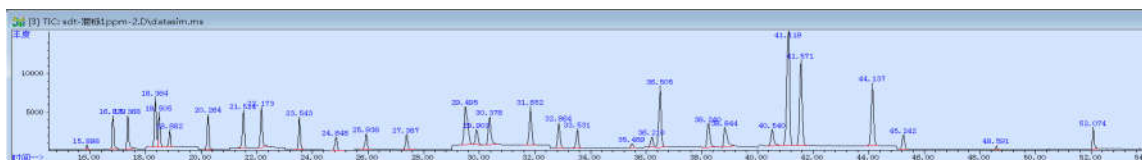


图 1. 混标 1mg/L 图谱

峰号	物质	保留时间	峰宽	面积
1	内吸磷	15.898	0.059	20910
2	灭线磷	16.829	0.064	166202
3	杀虫脒	17.368	0.072	192027
4	甲拌磷	18.364	0.071	277638
5	治螟磷	18.505	0.071	195443
6	$\alpha$ -BHC	18.882	0.072	94171
7	特丁硫磷	20.264	0.07	202674
8	$\gamma$ -BHC	21.524	0.075	226025
9	$\beta$ -BHC,久效磷	22.173	0.075	245592
10	氟甲腈	23.543	0.07	190761
11	$\delta$ -BHC	24.848	0.092	96251
12	艾氏剂	25.938	0.092	110050
13	甲基对硫磷	27.387	0.092	109916
14	氟虫腈,氟虫腈亚砷	29.495	0.13	449725
15	对硫磷	29.903	0.094	113680
16	三氯杀螨醇	30.378	0.105	243366
17	甲基异硫磷	31.852	0.092	284293
18	水胺硫磷	32.864	0.09	187624
19	$\alpha$ -硫丹	33.531	0.089	131592
20	氟虫腈砷	35.489	0.1	32297
21	狄氏剂	36.21	0.098	79588
22	4,4'-滴滴伊	36.505	0.095	464952
23	苯线磷	38.24	0.102	202521
24	甲基硫环磷	38.844	0.119	196792
25	除草醚	40.54	0.101	140363
26	$\beta$ -硫丹,2,4'-滴滴涕	41.119	0.101	996402

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

27	4,4'-滴滴滴	41.571	0.103	685473
28	4,4'-滴滴涕	44.137	0.095	486167
29	硫丹硫酸酯	45.242	0.102	115116
30	磷酸三苯酯	48.591	0.047	15657
31	蝇毒磷	52.074	0.055	93900

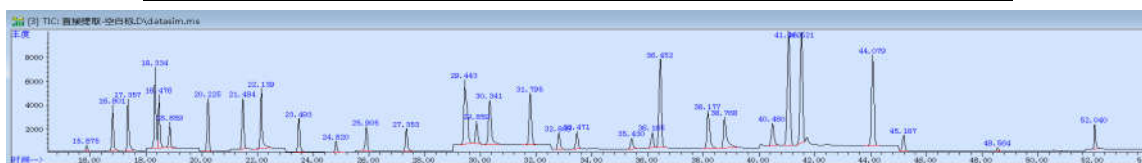


图 2.混标 1mg/L-直接提取法图谱

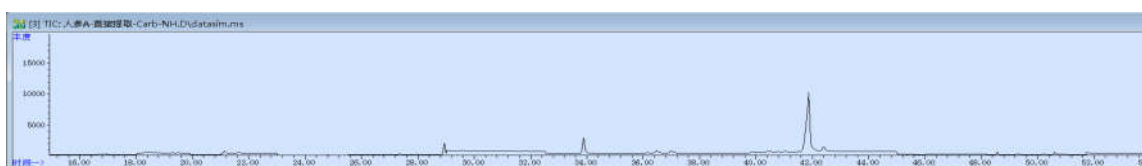


图 3.人参样品空白-直接提取图谱

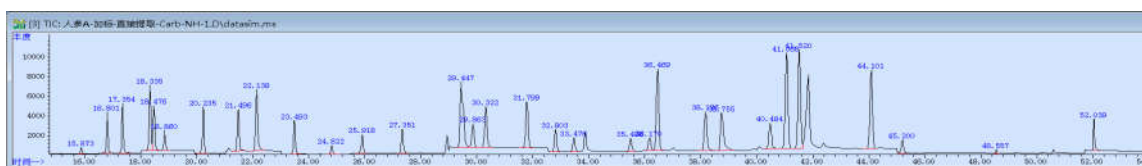


图 4.人参样品加标 2mg/kg-直接提取法图谱

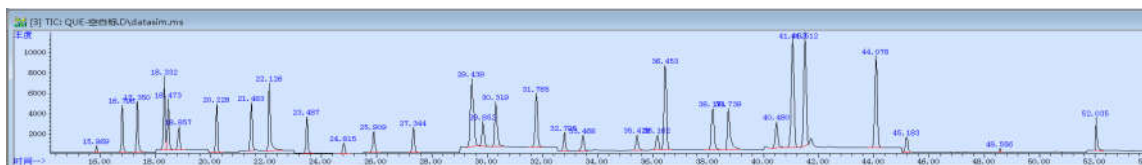


图 5.混标 1mg/L-直接提取法-QuE 图谱

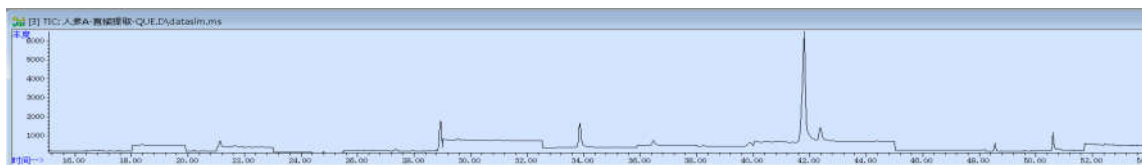


图 6.人参样品空白-QuE 图谱

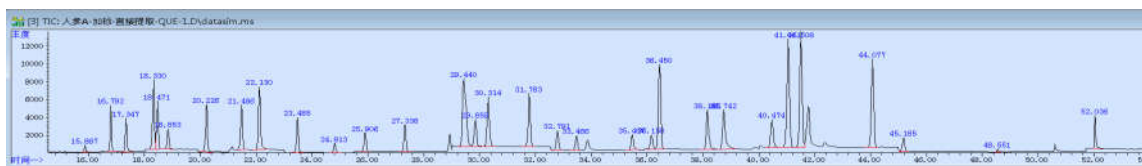


图 7.人参样品加标 2mg/kg-QuE 方法图谱

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

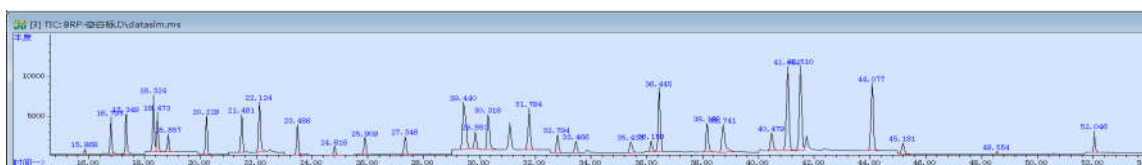


图 8.混标 1mg/L-直接提取法-BRP 图谱

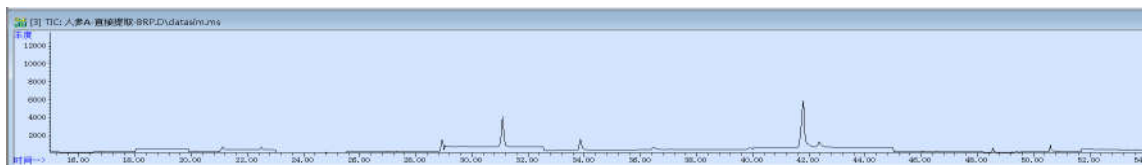


图 9.人参样品空白-BRP 图谱

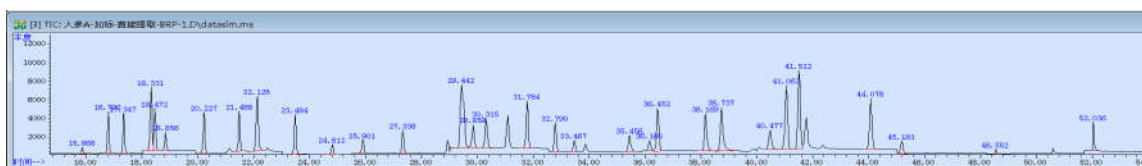


图 10.人参样品加标 2mg/kg 方法-BRP 图谱

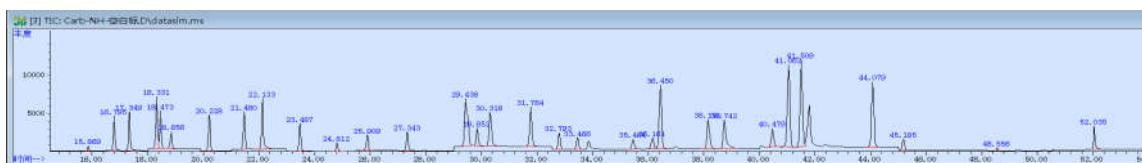


图 11.混标 1mg/L-直接提取法- Carb/NH<sub>2</sub> 图谱

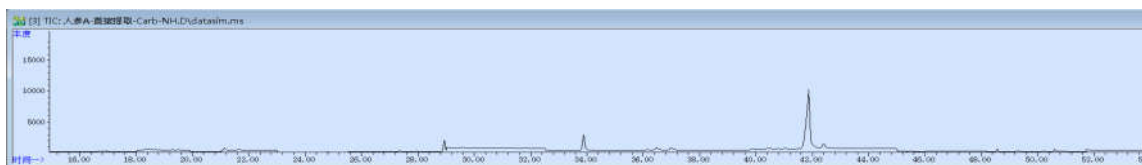


图 12.人参样品空白-Carb/NH<sub>2</sub> 法图谱

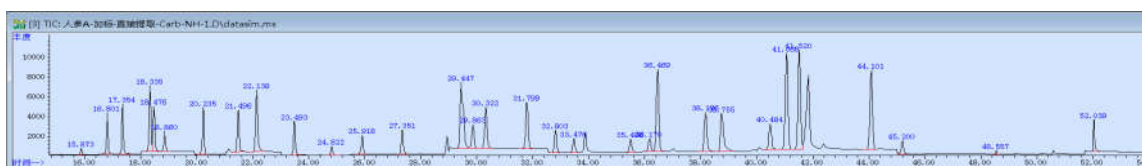


图 13.人参样品加标 2mg/kg-Carb/NH<sub>2</sub> 法图谱

表 1.内标法计算回收率表（加标水平为 2mg/kg）

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

物质	直接提取法-平均回收率	直接提取法-RSD 值	BRP-平均回收率	BRP-RSD 值	QuE-平均回收率	QuE-RSD 值	Carb/NH2-平均回收率	Carb/NH2-RSD 值
内吸磷	88.86%	5.62%	79.20%	4.10%	90.64%	1.03%	87.10%	2.74%
灭线磷	86.86%	2.56%	77.16%	4.10%	87.66%	1.80%	93.05%	0.06%
杀虫脒	90.55%	0.86%	69.33%	2.18%	64.51%	1.64%	89.49%	4.32%
甲拌磷-治螟磷	91.78%	4.12%	83.50%	0.91%	89.57%	2.11%	89.11%	0.53%
$\alpha$ -BHC	87.22%	4.91%	73.59%	4.37%	90.59%	0.96%	88.93%	1.20%
特丁硫磷	86.00%	0.62%	72.92%	3.93%	84.20%	0.49%	84.80%	0.98%
$\gamma$ -BHC	89.13%	1.34%	76.10%	1.54%	89.15%	1.96%	90.92%	1.42%
$\beta$ -BHC-久效磷	86.71%	0.51%	75.03%	4.91%	91.81%	5.25%	88.92%	3.54%
氟甲腈	105.50%	2.64%	83.86%	4.09%	84.60%	0.58%	99.41%	7.79%
$\delta$ -BHC	98.56%	4.88%	91.09%	3.98%	87.07%	2.55%	98.21%	6.04%
艾氏剂	88.79%	5.66%	76.62%	6.56%	79.59%	1.55%	81.35%	6.95%
甲基对硫磷	84.65%	3.46%	56.40%	5.77%	82.34%	1.65%	87.82%	1.86%
氟虫腈-氟虫腈亚砷	107.99%	4.21%	88.62%	5.21%	97.44%	2.43%	102.89%	3.65%
对硫磷	111.52%	4.17%	96.90%	5.84%	100.64%	3.56%	108.23%	1.11%
三氯杀螨醇	92.26%	1.93%	101.83%	5.33%	101.36%	5.51%	103.49%	5.58%
甲基异硫磷	88.39%	10.74%	54.22%	3.49%	91.77%	0.70%	90.67%	0.55%
水胺硫磷	88.16%	3.93%	80.36%	4.50%	89.39%	1.55%	93.80%	1.43%
$\alpha$ -硫丹	89.29%	3.81%	109.78%	1.72%	97.01%	0.72%	115.04%	3.07%
氟虫腈砷	78.88%	5.28%	71.11%	2.08%	82.30%	3.14%	89.44%	0.25%
狄氏剂	106.37%	2.71%	94.63%	4.15%	94.29%	2.35%	99.08%	3.64%
4,4'-滴滴伊	87.13%	3.87%	67.73%	4.62%	86.53%	3.57%	91.52%	2.76%
苯线磷	89.28%	6.09%	47.04%	7.27%	90.44%	3.62%	96.87%	3.29%
甲基硫环磷	103.15%	6.25%	86.62%	2.62%	87.40%	3.35%	99.27%	1.00%
除草醚	97.30%	5.23%	93.44%	4.31%	86.79%	1.34%	108.21%	3.56%
$\beta$ -硫丹	106.58%	2.66%	73.97%	2.78%	102.93%	4.38%	107.89%	0.13%
2,4'-滴滴涕	85.08%	3.66%	57.09%	5.26%	85.78%	2.04%	92.86%	0.58%
4,4'-滴滴涕	83.99%	2.85%	62.15%	6.43%	90.26%	3.83%	94.28%	4.02%
4,4'-滴滴涕	94.99%	3.28%	51.84%	2.50%	87.98%	4.45%	94.30%	2.27%
硫丹硫酸酯	82.31%	6.26%	78.32%	1.59%	82.70%	5.37%	91.08%	3.86%
蝇毒磷	110.42%	2.48%	85.44%	1.69%	92.00%	0.67%	99.99%	1.02%

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

## 8、相关耗材

货号	名称	规格
00522-20014	SPE 小柱	Welchrom® BRP,200mg/6mL,30pk
00527-20010	SPE 小柱	Welchrom® Carb/NH <sub>2</sub> ,250mg/250mg/6mL,30pk
005PM-077-50	QuEChERS	QuEChERS 萃取净化管-15ml, 1200mg MgSO <sub>4</sub> , 300mg PSA, 100mg C18E, 50 支/盒
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
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 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
03916-22001	气相色谱柱	WM-17,30m×0.25mm, 0.25μm
00826-MW067M01MANAF	33 种农药残留混标-A	1000μg/mL 于乙腈 1.1mL
00826-MW085M01MANAF	33 种农药残留混标-B	1000μg/mL 于乙腈 1.1mL
00826-T186S01MANAF	磷酸三苯酯	CAS 号;115-86-6,1000μg/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