

2341 农药残留量测定（菊花）

1、适用范围

适用于药材及饮片（植物类）检测。（本实验样品采用菊花）

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 μ 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 μ 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 μ g/mL，用乙腈稀释并定容至 10mL，得内标磷酸三苯酯溶液 1 μ 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	高纯氮气（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

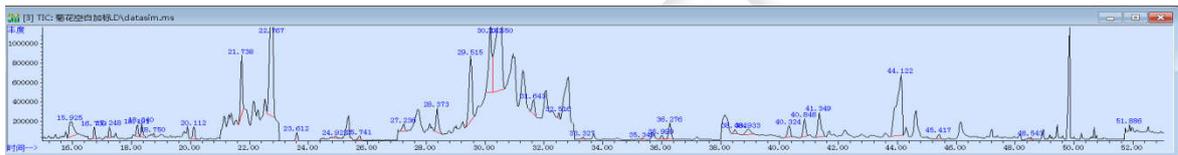


图 1. 空白基质后加标 1mg/L 图谱

峰号	物质	保留时间	峰宽	面积
1	内吸磷	15.925	0.167	15649493
2	灭线磷	16.739	0.053	3980101
3	杀虫脒	17.248	0.056	3652406
4	甲拌磷	18.191	0.065	4613083
5	治螟磷	18.34	0.067	5468111
6	α -BHC	18.75	0.044	810238
7	特丁硫磷	20.112	0.076	5806898
8	γ -BHC	21.738	0.076	27726953
9	β -BHC,久效磷	22.767	0.104	133787031
10	氟甲腈	23.612	0.073	3721729



11	δ-BHC	24.922	0.101	1132818
12	艾氏剂	25.741	0.095	2411866
13	甲基对硫磷	27.236	0.101	4357644
14	2,4-三氯杀螨醇	28.373	0.101	15155415
15	氟虫腈,氟虫腈亚砷	29.515	0.114	45536810
16	对硫磷	30.182	0.1	41770492
17	三氯杀螨醇	30.55	0.218	132336216
18	甲基异硫磷	31.643	0.087	8048499
19	水胺硫磷	32.516	0.045	1770246
20	α-硫丹	33.327	0.077	936712
21	氟虫腈砷	35.349	0.088	635341
22	狄氏剂	35.999	0.096	2204496
23	4,4'-滴滴伊	36.276	0.099	10107052
24	苯线磷	38.484	0.094	2604191
25	甲基硫环磷	38.933	0.202	6639714
26	除草醚	40.324	0.108	7622862
27	β-硫丹,2,4'-滴滴涕	40.848	0.093	10527818
28	4,4'-滴滴滴	41.349	0.126	19214631
29	4,4'-滴滴涕	44.122	0.214	80537301
30	硫丹硫酸酯	45.417	0.093	2790029
31	磷酸三苯酯	48.543	0.042	641480
32	蝇毒磷	51.886	0.035	1355163



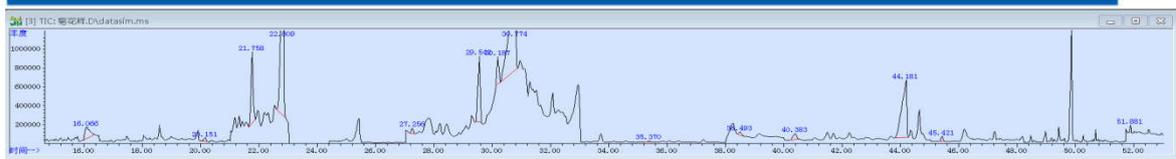


图 2.菊花样品空白图谱

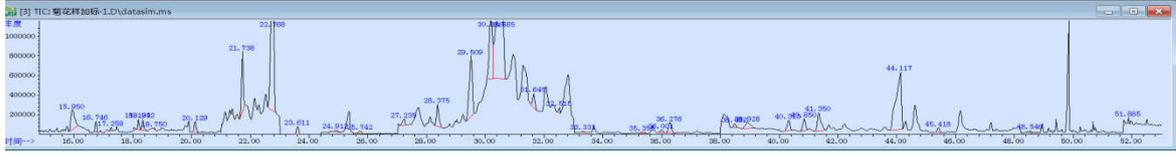


图 3. 菊花样品加标 1mg/kg 图谱

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	114.08%	3.88%
2	灭线磷	81.38%	0.47%
3	杀虫脒	33.63%	2.58%
4	甲拌磷	82.72%	3.62%
5	治螟磷	74.30%	3.83%
6	α -BHC	77.46%	5.05%
7	特丁硫磷	89.77%	1.08%
8	γ -BHC	93.54%	4.17%
9	β -BHC,久效磷	88.85%	0.98%
10	氟甲腈	90.21%	1.20%
11	δ -BHC	83.99%	4.96%
12	艾氏剂	74.08%	5.55%
13	甲基对硫磷	87.43%	4.25%
14	2,4-三氯杀螨醇	86.80%	0.46%
15	氟虫腈,氟虫腈亚砷	84.19%	2.46%
16	对硫磷	100.42%	5.36%



17	三氯杀螨醇	116.94%	5.11%
18	甲基异硫磷	88.37%	1.98%
19	水胺硫磷	92.44%	3.23%
20	α -硫丹	74.35%	0.34%
21	氟虫腈砒	103.31%	5.04%
22	狄氏剂	77.72%	0.90%
23	4,4'-滴滴伊	64.19%	0.64%
24	苯线磷	82.27%	4.29%
25	甲基硫环磷	112.27%	4.94%
26	除草醚	89.27%	1.53%
27	β -硫丹,2,4'-滴滴涕	70.39%	2.36%
28	4,4'-滴滴滴	74.17%	1.57%
29	4,4'-滴滴涕	86.55%	0.43%
30	硫丹硫酸酯	94.18%	3.84%
31	蝇毒磷	90.41%	4.64%

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 ₄ , 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	33 种农药残留混标 -A	1000μg/mL 于乙腈 1.1mL
00826-MW143M01M ANVC	33 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

