2341 农药残留量测定（枇杷叶）

1、适用范围

适用于药材及饮片（植物类）检测。（本实验样品采用枇杷叶）

参考标准：《2341 农药残留量测定法 第五法》

2、溶液的配置

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 100μg/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 10μg/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 100μg/mL，用乙腈稀释并定容至 10mL，得内标磷酸三苯酯溶液 1μg/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 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

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）

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

电离能量	70eV
传输线温度	280℃
离子源温度	230℃
四极杆温度	150℃
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

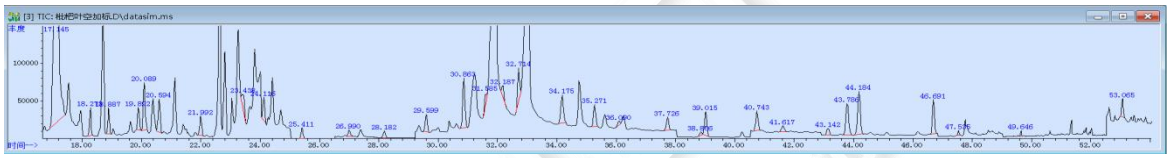

图 1. 空白基质后加标 1mg/L 图谱

峰号	物质	保留时间	峰宽	面积
1	内吸磷	17.145	0.174	35640586
2	灭线磷	18.273	0.062	1383537
3	杀虫脒	18.887	0.061	1268259
4	甲拌磷	19.892	0.068	1232420
5	治螟磷	20.089	0.075	2972132
6	α-BHC	20.594	0.077	2100253
7	特丁硫磷	21.992	0.077	1192622
8	γ-BHC	23.438	0.085	1081697
9	β-BHC,久效磷	24.116	0.063	1161240
10	氟甲腈	25.411	0.074	634240

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

11	δ-BHC	26.99	0.084	433301
12	艾氏剂	28.182	0.089	493339
13	甲基对硫磷	29.599	0.08	1124354
14	2,4-三氯杀螨醇	30.863	0.087	3488933
15	氟虫腈,氟虫腈亚砜	31.585	0.081	675864
16	对硫磷	32.187	0.08	775871
17	三氯杀螨醇	32.714	0.072	1886481
18	甲基异硫磷	34.175	0.093	2130699
19	水胺硫磷	35.271	0.086	1506567
20	α-硫丹	36.09	0.084	259185
21	氟虫腈砜	37.726	0.088	922323
22	狄氏剂	38.856	0.079	209338
23	4,4'-滴滴伊	39.015	0.088	1725916
24	苯线磷	40.743	0.092	1448648
25	甲基硫环磷	41.617	0.107	518614
26	除草醚	43.142	0.092	495262
27	β-硫丹,2,4'-滴滴涕	43.786	0.109	2791623
28	4,4'-滴滴滴	44.184	0.104	3564427
29	4,4'-滴滴涕	46.691	0.077	2110598
30	硫丹硫酸酯	47.535	0.059	242548
31	磷酸三苯酯	49.646	0.035	159180
32	蝇毒磷	53.065	0.064	970800

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**

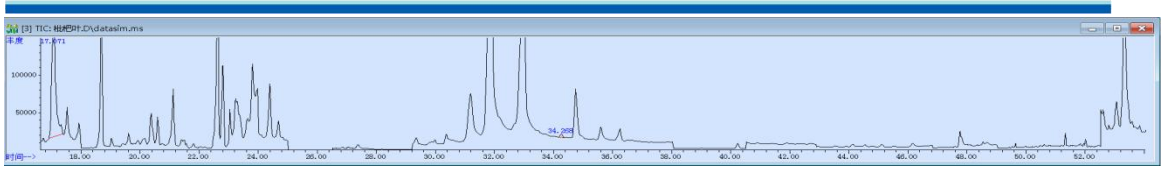

图 2. 枇杷叶样品空白图谱

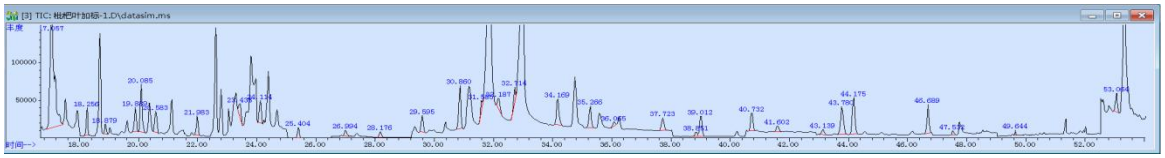

图 3. 枇杷叶样品加标 1mg/kg 图谱

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	44.14%	2.03%
2	灭线磷	90.56%	3.04%
3	杀虫脒	40.58%	5.22%
4	甲拌磷	105.14%	2.07%
5	治螟磷	95.16%	2.19%
6	α-BHC	64.54%	1.66%
7	特丁硫磷	91.17%	1.19%
8	γ-BHC	81.40%	2.65%
9	β-BHC,久效磷	105.55%	0.05%
10	氟甲腈	91.03%	1.45%
11	δ-BHC	89.43%	4.54%
12	艾氏剂	81.05%	4.13%
13	甲基对硫磷	86.72%	5.16%
14	2,4-三氯杀螨醇	85.01%	0.32%
15	氟虫腈,氟虫腈亚砜	66.31%	1.68%
16	对硫磷	95.69%	3.78%

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

17	三氯杀螨醇	69.55%	0.58%
18	甲基异硫磷	98.43%	0.01%
19	水胺硫磷	107.44%	0.13%
20	α-硫丹	102.41%	0.91%
21	氟虫腈砜	93.75%	0.90%
22	狄氏剂	133.10%	2.07%
23	4,4'-滴滴伊	88.63%	4.98%
24	苯线磷	91.44%	2.61%
25	甲基硫环磷	98.75%	1.35%
26	除草醚	80.31%	0.57%
27	β-硫丹,2,4'-滴滴涕	84.12%	0.48%
28	4,4'-滴滴滴	81.55%	3.54%
29	4,4'-滴滴涕	82.47%	1.16%
30	硫丹硫酸酯	79.54%	2.55%
31	蝇毒磷	112.01%	2.25%

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

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

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 GCB, 50/pk
03916-22001	气相色谱柱	WM-17,30m×0.25mm，0.25μm
00826-MW067M01MANVC	34 种农药残留混标-A	1000μg/mL 于乙腈 1.1mL
00826-MW143M01MANVC	34 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: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