

2020 版药典| 桔梗中禁用农药多残留测定

1、适用范围

适用于《中国药典》2020 版一部桔梗中禁用农药多残留的气质法检测。

参考标准：《中国药典》2020 版 通则 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 33 种农残混标组分 A、组分 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 储备液。
- 3) 内标 1 μ g/mL 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) 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 2.5g 样品，加氯化钠 0.5g，立即摇散，再加入 25mL 乙腈，匀浆处理，离心 5min（4000r/min），移取上清液；沉淀中再加入 25mL 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

SPE 柱：月旭 Welchrom® Carb/NH₂，规格：250mg/250mg/6mL。

活化：10mL 乙腈-甲苯（3:1），弃去；

上样：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 30μL，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：2.5g 样中加入 1.0mL 10μg/mL 标准贮备液，因此加标水平为 4mg/kg，最终机度数为 1mg/L。

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

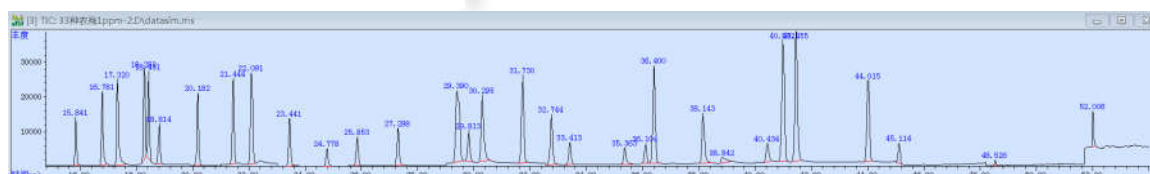


图 1.33 种农残混标 1mg/L 图谱

表 1、出峰情况

峰号	物质	保留时间	峰宽	面积
1	内吸磷	15.841	0.058	479496



2	灭线磷	16.781	0.065	866888
3	杀虫脒	17.32	0.076	1138037
4	甲拌磷	18.282	0.066	1067984
5	治螟磷	18.431	0.065	987280
6	α -BHC	18.814	0.07	500326
7	特丁硫磷	20.182	0.073	926045
8	γ -BHC	21.444	0.077	1166071
9	β -BHC,久效磷	22.091	0.077	1250256
10	氟甲腈	23.441	0.078	645796
11	δ -BHC	24.778	0.084	256475
12	艾氏剂	25.853	0.089	446000
13	甲基对硫磷	27.298	0.088	574699
14	氟虫腈,氟虫腈亚砷	29.39	0.162	2004169
15	对硫磷	29.813	0.089	472269
16	三氯杀螨醇	30.295	0.107	1230378
17	甲基异硫磷	31.73	0.09	1362720
18	水胺硫磷	32.744	0.097	838279
19	α -硫丹	33.413	0.098	384764
20	氟虫腈砷	35.363	0.108	317656
21	狄氏剂	36.104	0.098	331304
22	4,4'-滴滴伊	36.4	0.098	1695258
23	苯线磷	38.143	0.108	934523
24	甲基硫环磷	38.842	0.192	175451
25	除草醚	40.434	0.105	334494
26	β -硫丹,2,4'-滴滴涕	40.992	0.105	2228036
27	4,4'-滴滴滴	41.455	0.1	2436583
28	4,4'-滴滴涕	44.015	0.1	1487490



29	硫丹硫酸酯	45.114	0.093	326185
30	磷酸三苯酯	48.526	0.054	51495
31	蝇毒磷	52.006	0.05	322123

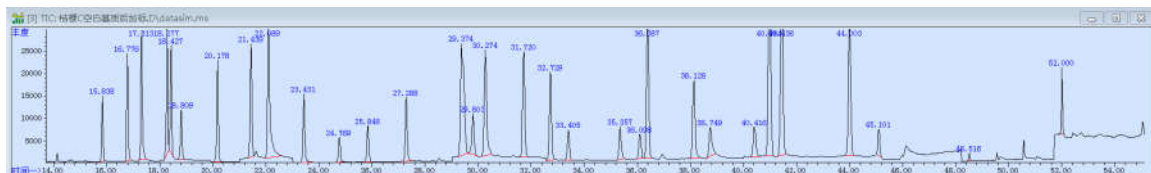


图 2. 桔梗空白基质加标 1mg/L 图谱

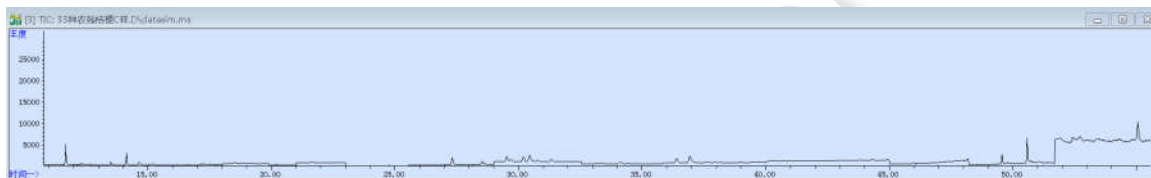


图 3. 桔梗样品空白图谱

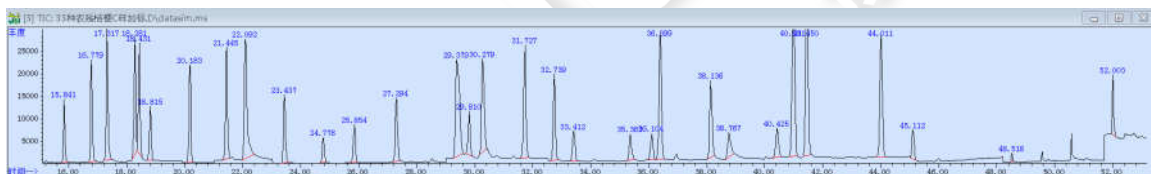


图 4. 桔梗样品加标 4mg/kg 图谱

表 2、内标法计算回收率表（加标水平为 4mg/kg）

物质	平均回收率	RSD 值
内吸磷	92.30%	2.74%
灭线磷	96.32%	0.06%
杀虫脒	92.38%	4.32%
甲拌磷-治螟磷	95.47%	0.53%
α -BHC	90.25%	1.20%



特丁硫磷	95.06%	0.98%
γ -BHC	96.50%	1.42%
β -BHC-久效磷	94.32%	3.54%
氟甲腈	79.77%	7.79%
δ -BHC	87.56%	6.04%
艾氏剂	90.05%	6.95%
甲基对硫磷	93.16%	1.86%
氟虫腈-氟虫腈亚砷	94.24%	3.65%
对硫磷	84.83%	1.11%
三氯杀螨醇	89.49%	5.58%
甲基异硫磷	78.03%	0.55%
水胺硫磷	94.99%	1.43%
α -硫丹	88.57%	3.07%
氟虫腈砷	92.80%	0.25%
狄氏剂	78.48%	3.64%
4,4'-滴滴伊	93.84%	2.76%
苯线磷	89.12%	3.29%
甲基硫环磷	86.31%	1.00%
除草醚	75.39%	3.56%
β -硫丹	87.20%	0.13%
2,4'-滴滴涕	89.12%	0.58%
4,4'-滴滴滴	85.22%	4.02%
4,4'-滴滴涕	87.79%	2.27%
硫丹硫酸酯	105.68%	3.86%
蝇毒磷	96.22%	1.02%



8、相关产品信息

货号	名称	规格
00527-20010	SPE 小柱	Welchrom® Carb/NH ₂ ,250mg/250mg/6mL,30pk
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	Welchrom® 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	Welchrom® 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	固相萃取装置	Welch 固相萃取装置, 12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	Welchrom® 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	Welchrom® 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-MW067M01M ANVC	中药材 33 种农残混标-组分 A	A2S, 均 1000μg/mL 于乙腈 1.1mL
00826-MW143M01M ANVC	中药材 33 种农残混标-组分 B	A2S, 均 1000μg/mL 于乙腈 1.1mL
00826-T186S01MAN VC	磷酸三苯酯标准品	A2S, CAS 号;115-86-6,1000μg/mL 于乙腈 1.1mL

