

2341 农药残留量测定（金银花）

1、适用范围

适用于药材及饮片（植物类）检测。（本实验样品采用金银花）

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

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

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

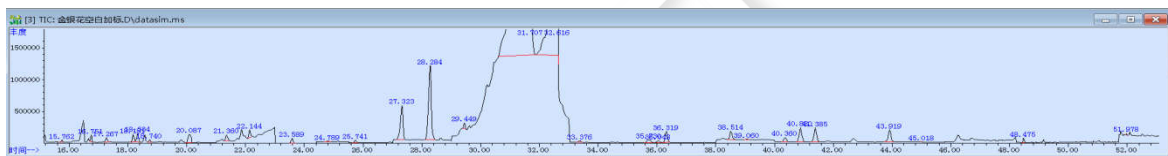


图 1. 空白基质后加标 1mg/L 图谱

峰号	物质	保留时间	峰宽	面积
1	内吸磷	15.762	0.06	1214828
2	灭线磷	16.751	0.049	3176996
3	杀虫脒	17.267	0.068	2859324
4	甲拌磷	18.181	0.065	4599339
5	治螟磷	18.334	0.061	5097706
6	α -BHC	18.74	0.064	1492823
7	特丁硫磷	20.087	0.108	8519166
8	γ -BHC	21.36	0.072	3975036
9	β -BHC,久效磷	22.144	0.069	4976756
10	氟甲腈	23.589	0.077	3554355



11	δ -BHC	24.789	0.113	322141
12	艾氏剂	25.741	0.079	1891277
13	甲基对硫磷	27.323	0.095	30806194
14	2,4-三氯杀螨醇	28.284	0.101	71523684
15	氟虫腈,氟虫腈亚砷	29.449	0.067	3872377
16	对硫磷,三氯杀螨醇、甲基异硫磷	31.707	0.567	633587057
17	水胺硫磷	32.616	0.159	294710666
18	α -硫丹	33.376	0.093	1521905
19	氟虫腈砷	35.73	0.149	3802598
20	狄氏剂	36.048	0.093	1474562
21	4,4'-滴滴伊	36.319	0.091	9360977
22	苯线磷	38.514	0.091	7040413
23	甲基硫环磷	39.06	0.107	545300
24	除草醚	40.36	0.095	3908283
25	β -硫丹,2,4'-滴滴涕	40.88	0.101	13543357
26	4,4'-滴滴滴	41.385	0.1	13129318
27	4,4'-滴滴涕	43.919	0.105	11867261
28	硫丹硫酸酯	45.018	0.032	49888
29	磷酸三苯酯	48.475	0.046	1867627
30	蝇毒磷	51.978	0.033	614466

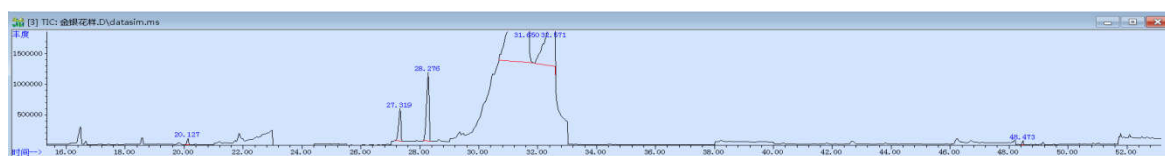


图 2.金银花样品空白图谱



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: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

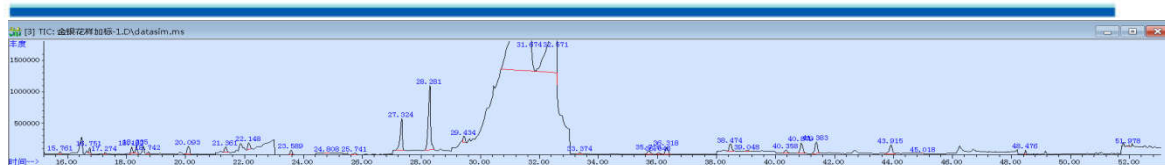


图 3. 金银花样品加标 1mg/kg 图谱

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	98.25%	3.23%
2	灭线磷	92.68%	3.38%
3	杀虫脒	23.88%	0.13%
4	甲拌磷	93.66%	4.39%
5	治螟磷	89.88%	5.00%
6	α -BHC	84.16%	2.78%
7	特丁硫磷	89.02%	4.64%
8	γ -BHC	97.57%	3.42%
9	β -BHC,久效磷	90.25%	4.67%
10	氟甲腈	95.60%	1.52%
11	δ -BHC	100.91%	5.05%
12	艾氏剂	74.49%	0.20%
13	甲基对硫磷	90.76%	5.48%
14	2,4-三氯杀螨醇	85.51%	5.62%
15	氟虫腈,氟虫腈亚砷	104.66%	2.53%
16	对硫磷,三氯杀螨醇、甲基异硫磷	80.76%	1.88%
17	水胺硫磷	76.01%	1.52%
18	α -硫丹	83.20%	3.90%
19	氟虫腈砷	101.46%	3.56%



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

20	狄氏剂	90.25%	0.07%
21	4,4'-滴滴伊	70.54%	4.82%
22	苯线磷	90.31%	4.25%
23	甲基硫环磷	92.96%	1.99%
24	除草醚	81.71%	2.92%
25	β -硫丹,2,4'-滴滴涕	76.60%	4.06%
26	4,4'-滴滴滴	83.15%	3.59%
27	4,4'-滴滴涕	77.53%	5.65%
28	硫丹硫酸酯	90.80%	1.07%
29	蝇毒磷	95.30%	3.31%

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 Carb
03916-22001	气相色谱柱	WM-17, 30m×0.25mm, 0.25 μ m
00826-MW067M01M	34 种农药残留混标	1000 μ g/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

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

ANVC	-A	
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



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