



桑枝、金银花、枸杞子及桑叶中的 488 种农药及相关化学品残留量的测定 LC-MS/MS 法及桑枝、金银花、枸杞子及桑叶中 413 种农药及相关化学品残留量的测定 LC-MS/MS 法

MF10005

参考标准

GB 23200.10-2016 桑枝、金银花、枸杞子和荷叶中488种农药及相关化学品残留量的测定 气相色谱-质谱法

GB/T 23201-2008 桑枝、金银花、枸杞子和荷叶中413种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

气相色谱质谱法测定

样品提取

分别称取金银花、枸杞子试样 5 g 或荷叶、桑枝试样2.5 g于 50 mL 离心管中，加入 15 mL 乙腈，(枸杞子试样需再加入 5 mL 水)，15000 r/min 匀浆提取1 min，加入 2 g 氯化钠，再匀浆提取 1 min，4200 r/min 离心5min，取全部上清液于 150 mL 鸡心瓶中，再在离心管中加入 15 mL 乙腈，重复匀浆提取 1 min，在 4200 r/min 离心5 min，取全部上清液与之前的提取液合并，提取液于 40℃水浴旋转蒸发至 1 mL ~ 2 mL，待净化。

净化方法

在 Cleanert® TPH 柱上加入约 2 cm 高无水硫酸钠，置于 Qdaura® 卓睿全自动固相萃取仪中，上述提取液全部转移至萃取仪上样管中。10 mL 正己烷+丙酮 (4+6) 活化，加样，用 25 mL 正己烷+丙酮 (4+6) 淋洗，同时收集上样液和洗脱液，取出收集管，于 40℃水浴旋转浓缩至近干，气质方法加入 1 mL 正己烷溶解残渣，加入 40 μL 内标溶液，混匀，0.22 μm 滤器过滤，供气相色谱-质谱测定。

液相色谱-串联质谱法测定

样品提取

分别称取金银花、枸杞子、荷叶和桑枝试样 2 g (精确至0.01 g)于 50 mL 离心管中，



加入 15 mL 乙腈 (枸杞子试样需再加入 5 mL 水), 15000 r/min 匀浆提取 1 min, 加入 2 g氯化钠, 再匀浆提取 1 min, 4200 r/min 离心 5 min, 取全部上清液于 150 mL 鸡心瓶中, 在离心管中再加入 15 mL乙腈, 重复匀浆提取 1 min, 4200 r/min 离心 5 min, 取全部上清液与之前的提取液合并, 于 40°C 水浴旋转蒸发至 1 mL ~ 2 mL, 待净化。

净化方法

在 Cleanert® TPH 柱上加入约 2 cm 高无水硫酸钠, 置于Qdaura® 卓睿全自动固相萃取仪中, 上述提取液全部转移至萃取仪上样管中。10 mL 正己烷+丙酮 (3+1) 活化, 加样, 用 25 mL 正己烷+丙酮 (4+6) 淋洗, 同时收集上样液和洗脱液, 取出收集管, 于 40°C 水浴中旋转浓缩至 1 mL ~ 2 mL, 将浓缩液置于氮气吹干仪上吹干, 加入 1 mL 的乙腈, 混匀, 0.22 μm 滤器过滤, 液相色谱-串联质谱测定。

订货信息

产品名称	规格包装	订货号
Qdaura®卓睿全自动固相萃取仪	4通道24位	SPE-40
Cleanert® TPH 固相萃取柱	2 g/12 mL, 20 支/pk	TPH200010
DA-1701 气相色谱柱	30 m × 0.25 mm × 0.25 μm	6125-3002
Venusil® ASB C18	3 μm, 2.1 mm × 100 mm	VS931002-0
针式过滤器 (Nylon)	0.22 μm, 直径13 mm, 200/pk	AS021320
一次性无针头注射器	5 mL, 100/pk	ZSQ-5ML
1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写32 × 11.6 mm, 100/pk	1109-0519
1.5 mL 样品瓶盖	9 mm中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色PTFE隔垫,45. Shore A	0915-1819