

附一：银杏叶中 33 种农药的 QuChers 快速前处理和 LC-MS-MS 检测方法

A. 样品提取与净化

准确称取 3.0 g 经粉碎的供试品于 50 mL 离心管中，加入 1%冰乙酸溶液 15 mL，涡旋 30 秒使药粉充分浸润，静置 30 min，精密加入 15 mL 乙腈，2500 rpm 涡旋 5 min，加入盐包 6 g 无水硫酸镁，1.5 g 醋酸钠（货号：NSO-9911）立即打散，2500 rpm 涡旋 3 min，5000 r/min 离心 5 min，上层乙腈层待净化。

取 9 mL 待净化液加入至 15 mL QuEChERS 净化管（货号：NSO-6640-H），涡旋 5 min，5000 r/min 离心 5 min，准确吸取 5 mL 上清液于另一干净 15 mL 离心管中，40℃水浴氮吹至近干，用 1 mL 乙腈重新溶解，过 0.22 μm PTFE 高级有机系针头滤器，供液质测试。

B. 标曲配制

称取对应的中药空白样品 3.0 g 按照上述一、二步骤至氮吹近干，然后分别精密量取含 0, 10, 20, 40, 80, 100 ng 的混合标准液加入到上述样品中，用乙腈分别定容至 1 mL，配制成浓度为 0, 10, 20, 40, 80, 100 ng/mL 的基质混合标准工作溶液。

C. 样品检测与结果

仪器：UPLC-MS/MS (Thermo Fisher TQS)

色谱柱：Titank C18 3u 100*2.1mm(FMD-5559-BONU)

流速：0.4ml/min

柱温：35℃

进样量：5 μL

时间/min	A/(H ₂ O, 0.1%FA)	B/(MeOH, 0.1%FA)
0	98	2
1.0	95	5
4.0	70	30
8.0	30	70
9.0	30	70
10.0	2	98
13.5	2	98
14.0	98	2
15.0	98	2

回收率

目标物	银杏叶			
	0.025 mg/kg		0.05 mg/kg	
	回收率%	RSD% (n=4)	回收率%	RSD% (n=4)
甲胺磷	86.6	4.3	87.5	5.2
乙酰甲胺磷	96.4	3.2	95.2	8.8
氧乐果	110.1	9.5	91.9	10.7
涕灭威亚砷	79.6	4.9	87.8	4.3
甲基硫环磷	90.6	5.9	93.3	0.8
吡虫啉	83.4	2.8	91.3	4.8
乐果	91.2	4.7	97.5	5.5
啶虫脒	95.7	4.9	84.0	0.3
硫环磷	89.0	2.8	91.2	0.8
磷胺	92.0	1.4	91.7	4.4

克百威	88.1	5.5	88.5	3.4
甲磺隆	81.8	2.4	81.2	4.3
氯磺隆	80.2	7.8	77.4	4.5
胺苯磺隆	89.7	3.2	86.2	2.8
硫双威	86.4	7.7	89.8	6.1
啶菌胺	78.3	5.0	71.5	5.2
莠去津	86.8	4.0	84.8	0.5
水胺硫磷	69.5	9.4	69.0	2.7
啶菌酯	93.8	2.0	93.1	2.1
马拉硫磷	95.4	7.3	92.9	1.5
啶菌环胺	53.0	1.2	55.5	7.2
氯唑磷	95.0	7.1	88.7	3.5
灭线磷	91.3	2.8	91.1	6.4

苯线磷	70.7	3.4	71.0	4.0
除虫脲	87.7	4.4	101.1	5.3
甲基异硫磷	87.7	6.2	89.5	6.8
治螟磷	78.6	8.6	78.4	8.2
蝇毒磷	85.3	4.8	80.0	3.1
伏杀硫磷	99.2	5.3	83.7	8.0
倍硫磷	80.5	7.9	81.3	9.3
地虫硫磷	75.0	6.1	87.7	8.4
肟菌酯	87.3	4.7	88.9	6.0
丁草胺	117.5	3.7	101.0	9.1
毒死蜱	84.2	6.9	85.4	8.3

保留时间表

序号	名称	保留时间/min
1	甲胺磷	0.98
2	乙酰甲胺磷	2.95
3	甲基硫环磷	5.35
4	硫环磷	7.11
5	磷胺	7.46
6	水胺硫磷	8.8
7	马拉硫磷	9.79
8	氯唑磷	10.7
9	灭线磷	10.16
10	苯线磷	10.29
11	甲基异硫磷	10.53
12	治螟磷	10.63

13	蝇毒磷	10.68
14	伏杀硫磷	10.72
15	倍硫磷	10.73
16	地虫硫磷	10.75
17	乐果	6.22
18	氧乐果	3.55
19	啶虫脒	6.29
20	吡虫啉	5.82
21	硫双威	8.46
22	涕灭威亚砷	3.90
23	克百威	7.89
24	甲磺隆	8.02

25	氯磺隆	8.29
26	胺苯磺隆	8.42
27	莠去津	8.69
28	啞菌酯	8.02
29	啞菌环胺	9.86
30	肟菌酯	10.89
31	除虫脲	10.38
32	啞霉胺	8.67
33	丁草胺	11.09
34	毒死蜱	11.22

总结

1. 本实验依据 2020 版《中国药典·2341 农药残留量测定法》第五法中快速处理法（QuEChERS 法）进行前处理，采用基质标曲，外标法定量，整体回收率在 70-110%之间，RSD 小于 10%。
2. 2020 版《中国药典·2341 农药残留量测定法》第五法除快速处理法（QuEChERS 法）外，还可选择固相萃取法对样本进行前处理，客户根据供试品基质特点可选择一种最适宜的供试品溶液制备方案。
3. 以上方法，可参考用于其它中药药品的农药残留提取和检测。

此方法对应货品

货号	货品描述	规格
NSO-9911	6 g Mg2SO4、1.5 g 无水醋酸钠，50 mL 离心管	50 支/盒
NSO-6640-H	900 mg Mg2SO4、300 mg PSA、300 mg C18、90 mg GCB、300 mg Silica，15 mL 离心管	25 支/盒
FM-SYPT1322	PTFE 有机系针头滤器（PH=1-14，消除色谱进样干扰峰）	100 个/盒
FMD-5559-BONU	Titank C18 3u 100*2.1mm	1 支/盒