

人参中丙环唑残留量的测定-气相色谱法

Determination of propiconazole residues in ginseng by method of gas chromatography

2011 - 12 - 01 发布

2011 - 12 - 15 实施

吉林省质量技术监督局

发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由吉林省农业委员会提出并归口。

本标准起草单位：吉林农业大学（农业部参茸产品质量监督检验测试中心）。

本标准主要起草人：李月茹、孟欣欣、陈丹、许焯炜、张敏、陈颖、张燕超。

人参中丙环唑残留量的测定-气相色谱法

1 范围

本标准规定了人参(*Panax ginseng* C. A. Mey.)中丙环唑残留量的气相色谱-电子捕获检测器(GC-ECD)检测方法。

本标准适用于鲜人参、红参、生晒参中丙环唑农药残留量的测定。

本标准方法的定量限为0.02 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法。

《中华人民共和国药典》2010年版

3 原理

人参中残留的丙环唑农药采用丙酮石油醚提取,超声波萃取,采用弗罗里硅土柱固相萃取柱净化,正己烷定容,气相色谱-电子捕获检测器测定,外标法定量。

4 试剂与材料

除非另作说明,所有试剂均为分析纯,水为GB/T 6682所规定的二级水。

4.1 正己烷 C₆H₁₄。

4.2 石油醚 (60℃~90℃)。

4.3 丙酮 C₃H₆O。

4.4 无水硫酸钠 Na₂SO₄。

4.5 固相萃取小柱: florisil (1000 mg/6 mL)。

4.6 丙环唑标准溶液 C₁₅H₁₇Cl₂N₃O₂ : Propiconazole 纯度≥98% CAS 号 60207-90-1。

4.7 丙环唑标准工作液: 取上述标准溶液根据需要用正己烷配成 0.01、0.05、0.1、0.2、0.5 μg/mL 的标准系列工作液,需现用现配。

5 仪器设备

5.1 气相色谱仪: 配有电子捕获检测器(ECD)。

5.2 旋转蒸发仪。

5.3 超声波发生器。

5.4 电子天平(0.0001 g)。

5.5 高速粉碎机。

6 试样的制备

取不少于100 g的人参干样或鲜样（组织捣碎机捣碎后60 °C烘干），样品用高速粉碎机粉碎，通过60目筛，充分混匀后装瓶密封，-18 °C保存，待测。

7 分析步骤

7.1 提取

称量1 g（精确0.0001 g）人参试样，置50 mL具塞锥形瓶中，用石油醚+丙酮=4+1（V/V）的混合溶剂作为提取液，先用10 mL提取液浸泡2 h，然后在超声波发生器中提取三次（10 mL，5 mL和5 mL），每次30 min，将浸提液依次倒入漏斗过滤。用15 mL石油醚（见4.2）分三次洗涤锥形瓶与残渣，合并滤液置500 mL分液漏斗中，加入2%硫酸钠水溶液20 mL，振摇，静置分层后，弃去水层，有机层过无水硫酸钠（见4.4）层析柱转至烧瓶中，并用15 mL石油醚分三次洗涤硫酸钠合并洗液至烧瓶。

7.2 净化

7.2.1 浓缩

提取液用旋转蒸发仪浓缩。在40 °C水浴，40 rpm 和低于0.06 Mpa 条件下，浓缩试样少于1 mL，取下用氮气吹至近干，立即加入2 mL正己烷（见4.1），摇匀后待净化。

7.2.2 净化

用5 mL的丙酮+正己烷溶液[ψ （ $C_3H_6O+C_6H_{14}$ ）=1+9]、5 mL的正己烷预淋洗弗罗里硅土小柱，弃去流出液，当溶剂液面到达柱吸附层表面时，立即倒入待净化样品溶液，用100 mL烧杯接受洗脱液，用5 mL丙酮+正己烷溶液[ψ （ $C_3H_6O+C_6H_{14}$ ）=3+7]冲洗烧瓶后淋洗弗罗里硅土柱，并重复一次，取下用氮气吹干后，立即加入2 mL正己烷定溶，摇匀，上机测定。以试剂做空白，按照样品溶液的测定条件进行测定。

7.3 测定

7.3.1 色谱参考条件

7.3.1.1 检测器温度：280 °C。

7.3.1.2 进样口温度：280 °C。

7.3.1.3 色谱柱：石英毛细管柱 DB17，0.25 mm（内径）×0.25 μ m（内膜）×30 m（或相当者）。

7.3.1.4 程序升温：100°C(1min) $\xrightarrow{25^\circ\text{C}/\text{min}}$ 200°C(20min) $\xrightarrow{5^\circ\text{C}/\text{min}}$ 240°C(10min)

7.3.1.5 进样体积：1 μ L。

7.3.1.6 进样方式：不分流进样。

7.3.2 测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，不间断地连续注入数针标准溶液，计算各针相对响应值的重复性，待相邻两针的相对响应值变化小于5%，每一平行试样按照标准溶液、样本溶液、样本溶液、标准溶液的顺序分别进行测定，丙环唑标准谱图参见附录A。

8 分析结果计算

8.1 定性分析

测得的样品溶液中保留时间分别与丙环唑标准溶液的保留时间比较,如果样品溶液中保留时间与标准溶液的保留时间相差在±1%内均可认定为丙环唑。对于有检出的样品用另外极性不同的色谱柱或GC-MS定性。

8.2 定量计算结果

样品中丙环唑残留量以原样计,单位以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$\omega = \frac{c \times A_1 \times V_1 \times V}{m \times A_2 \times V_2} \times f \dots\dots\dots (1)$$

式中:

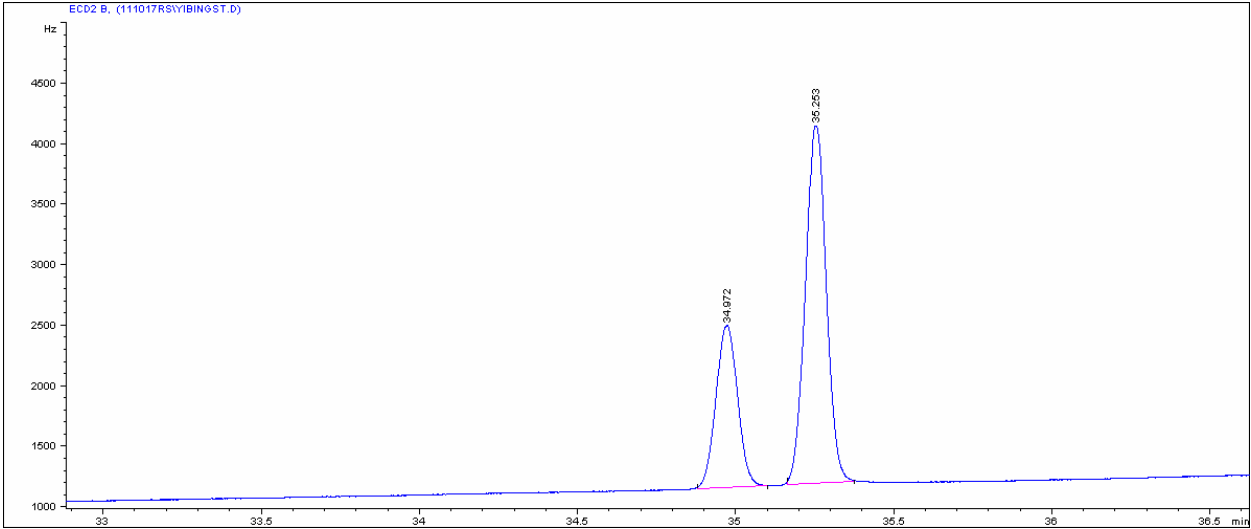
- ω ——丙环唑残留量
- c ——标准溶液中各丙环唑的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- A_1 ——样品测定液中丙环唑的峰面积;
- A_2 ——标准溶液中丙环唑的峰面积;
- V ——样品提取液的体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——标准溶液的进样体积,单位为微升(μL);
- V_2 ——样品溶液的进样体积,单位为微升(μL);
- m ——试料的质量,单位为克(g);
- f ——稀释倍数。

9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定结果的算术平均值的15%。

附 录 A
(资料性附录)
丙环唑标准溶液色谱图 (0.02 ug/mL)

A.1 丙环唑标准溶液色谱图



图A.1 丙环唑标准溶液色谱图