

人参中菌核净残留量的测定-气相色谱法

Determination of dimetachlone 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、张敏、陈丹、许焯炜、孟欣欣、陈颖、庞佳莹。

人参中菌核净残留量的测定-气相色谱法

1 范围

本标准规定了人参 (*Panax ginseng* C. A. Mey.) 中菌核净残留量的气相色谱仪-电子捕获检测器 (GC-ECD) 检测方法。

本标准适用于鲜人参、生晒参、红参在菌核净农药残留量的测定。

本标准方法定量限是0.008 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

本标准规定了人参中菌核净的测定气相色谱方法。

4 试剂与材料

除非另有说明, 在分析中仅使用确认为分析纯试剂和GB/T 6682-2008中规定的至少二级用水。

4.1 正己烷, (C_6H_{14})。

4.2 乙腈, (CH_3CN)。

4.3 丙酮, (C_3H_6O)。

4.4 无水硫酸钠, (Na_2SO_4): 300 °C干燥 2 h, 冷却后装入磨口玻璃瓶中, 干燥器内保存。

4.5 固相萃取柱: florisil (1000 mg/6 mL) 市售。

4.6 铝箔。

4.7 菌核净农药标准品, $C_{10}H_7Cl_2NO_2$, Dimethachlon, 纯度为 96%, CAS 号: 24096-53-5。

4.8 菌核净农药标准工作液

准确称取一定量 (精确至0.1 mg) 农药标准品, 用正己烷稀释, 配制成100 mg/L保质期6个月) 单一农药标准储备液, 贮存在-18°C下冰箱中。使用时根据菌核净农药在电子捕获检测器上的响应值, 准确吸取适量的标准储备液, 用正己烷稀释配制成所需的标准工作液。稀释浓度为0.01、0.05、0.1、0.2、0.5 mg/L作标准工作液的标准曲线。计算时要把标准品的纯度计算在内。

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 氮吹仪。
- 5.4 涡漩混合器。
- 5.5 粉碎机。

6 试样的制备

6.1 试样制备

取不少于100 g人参干样（鲜样用组织碎机捣碎后60℃烘干）用粉碎机粉碎，过60目筛，充分混匀后装瓶密封，置于冷冻室内-18℃保存，待测。

7 分析步骤

7.1 提取

称量1 g（精确至0.0001 g）人参试样，置50 mL 具塞锥形瓶中，先用10 mL 乙腈（4.2）浸泡2 h，加入0.2 g 无水硫酸钠（见4.4）后在超声波发生器中提取一次30 min，滤过。然后用10 mL 乙腈（见4.2）在超声波发生器中分两次提取，滤过，每次 30 min；合并3次滤液，用15 mL乙腈（见4.2）分三次洗涤锥形瓶与残渣过滤到滤液里。

7.2 净化

7.2.1 浓缩

将上述滤液收集到100 mL 平底烧瓶中于40℃减压浓缩近干，氮气吹干，加入2 mL 正己烷（见4.1），盖上铝箔，备用。

7.2.2 净化

将弗罗里硅土小柱先依次用5 mL丙酮+正己烷（1+9）、5 mL正己烷（见4.1）预淋洗，条件化，当溶剂液面到达柱吸附层表面时，立即倒入上述备用液，用100 mL平底烧瓶接收洗脱液，用10 mL丙酮+正己烷（1+9）冲洗烧瓶后淋洗弗罗里硅土柱，并重复一次。将盛有淋洗液的100 mL平底烧瓶置于40℃下减压旋转浓缩至小于5 mL，氮气吹干，加入2 mL正己烷（见4.1），然后转移至2 mL螺口玻璃样品瓶中，密封，待测。

7.2.3 空白实验

除不加试样外采用完全相同的试剂、设备和分析步骤进行平行测定。

7.3 测定

7.3.1 色谱参考条件

7.3.1.1 色谱柱：石英毛细管柱 DB-17，30m×0.25mm×0.25 μm 或相当者。

7.3.1.2 温度：检测器温度：280℃。

7.3.1.3 进样口温度：260℃。

7.3.1.4 程序升温：90℃(1min) $\xrightarrow{10^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 200℃(15 min) $\xrightarrow{20^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 260℃(4 min)。

7.3.1.5 气体及流量：载气：高纯氮气，1.0 mL / min。

7.3.1.6 尾吹气：高纯氮气 流速 50 mL / min。

7.3.1.7 进样方式：不分流进样。

7.3.2 测定

分别吸取1.0 μL标准工作液（见4.8）和净化后的样品溶液（见7.2.2）、空白溶液（见7.2.3）注入色谱仪中，以保留时间定性，以获得的样品溶液峰面积与标准溶液峰面积比较定量，菌核净标准溶液谱图参见附录A。

8 分析结果计算

8.1 定性分析

测得的样品溶液（见7.2.2）中保留时间分别与标准工作液（见4.8）菌核净的保留时间相比较，如果样品溶液中保留时间与标准工作液菌核净的保留时间相差都在±0.05 min内均可认定为菌核净。对于有检出的样品用双柱双检或GC-MS定性，避免产生假阳性。

8.2 定量结果计算

样品以原样计，样品中菌核净残留量按式（1）计算：

$$\omega = \frac{\rho}{m} \times v \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ω ——人参中菌核净残留量，单位以毫克每千克（mg/kg）；

ρ ——从标准曲线中查得的样品菌核净浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

v ——样品上机前定容体积，单位为毫升（mL）；

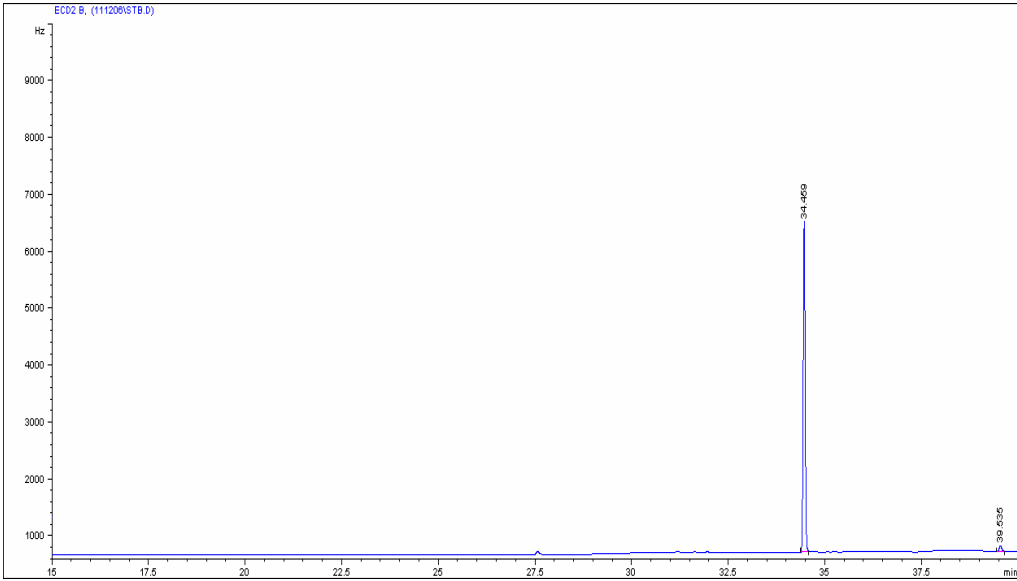
m ——试料的质量，单位为克（g）。

9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的15%。

附 录 A
(资料性附录)
菌核净农药标准溶液色谱图

A. 1 菌核净农药标准溶液色谱图



图A. 1 菌核净农药标准工作液（0.1mg/L）的色谱图