

DB22

吉 林 省 地 方 标 准

DB 22/T 1612—2012

人参中敌稗残留量的测定 气相色谱法

Determination of propanil residues in ginseng——

GC method

2012 - 12 - 01 发布

2013 - 01 - 01 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和GB/T 20001.4-2001给出的规则起草。

本标准由吉林出入境检验检疫局提出并归口。

本标准起草单位：吉林出入境检验检疫局检验检疫技术中心、吉林出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：胡婷婷、康明芹、张勋、杨帆、孟日增、王文哲、李玲。

人参中敌稗残留量的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了人参中敌稗残留量的气相色谱测定方法。

本标准适用于人参中敌稗残留量的测定。

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，仅所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。

3 原理

试样中的敌稗（3，4-二氯丙酰替苯胺）用丙酮提取，经弗罗里硅土净化后，用气相色谱进行色谱分离，电子捕获检测器检测，外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外，所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

4.1 敌稗标准物质（3，4-二氯丙酰替苯胺，CAS 号：709-98-8）：纯度 $\geq 98.0\%$ 。

4.2 丙酮（ C_3H_6O ）：色谱纯。

4.3 二氯甲烷（ CH_2Cl_2 ）：色谱纯。

4.4 丙酮—二氯甲烷溶液：分别量取 300 mL 丙酮和 200 mL 二氯甲烷，混匀。

4.5 敌稗标准储备溶液：准确称取 100 mg（精确至 0.1 mg）敌稗标准物质，用丙酮溶解并定容于 100 mL 棕色容量瓶中，配制成为 1000 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备液。0 $^{\circ}\text{C}$ ～4 $^{\circ}\text{C}$ 条件下保存 6 个月。

4.6 标准工作液：准确移取一定体积的标准储备溶液，配制成为适用浓度的标准工作液。

4.7 标准系列工作液：根据需要用丙酮稀释成敌稗浓度为 0.01 $\mu\text{g/mL}$ 、0.025 $\mu\text{g/mL}$ 、0.05 $\mu\text{g/mL}$ 、0.1 $\mu\text{g/mL}$ 、0.25 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 的系列标准工作液。该溶液须配制于棕色容量瓶中，现用现配。

4.8 弗罗里西固相萃取柱：1 g/6 mL。

4.9 有机相微孔滤膜：0.45 μm 。

5 仪器与设备

5.1 气相色谱仪：配电子捕获检测器（ECD）。

5.2 天平：感量为 0.01 g 和 0.0001 g。

5.3 涡旋振荡器。

5.4 旋转蒸发器。

5.5 固相萃取装置。

5.6 离心机：转速 ≥ 4000 r/min。

6 试样制备

取有代表性样品，粉碎，过 0.28 mm 筛，混匀备用。

7 分析步骤

7.1 提取

称取 5.0 g（精确到 0.01 g）试样置于 250 mL 锥形瓶中，加入 50 mL 丙酮，振荡提取 40 min 后，用定性滤纸过滤至浓缩瓶中，滤渣用 20 mL 丙酮重复提取两次，合并滤液。将滤液在 35 °C 水浴条件下旋转蒸发至近干，用 5 mL 二氯甲烷溶解，待净化。

7.2 净化

弗罗里西固相萃取柱（4.8）经 10 mL 丙酮-二氯甲烷溶液（4.4）活化后，加入 7.1 步骤的提取液，用 20 mL 二氯甲烷溶液-丙酮溶液进行洗脱，收集全部洗脱液，于 35 °C 旋转浓缩至近干，用丙酮定容至 1 mL，供气相色谱测定。

7.3 空白试验

除不称取试样外，均按 7.1 及 7.2 进行。

7.4 测定

7.4.1 气相色谱参考条件

气相色谱参考条件如下：

a) 色谱柱：HP-FFAP 弹性石英毛细管柱 30 m $\times$ 0.25 mm；

b) 升温程序：150°C（1.5min） $\xrightarrow{10^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 180°C（1 min） $\xrightarrow{2^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 220°C（20 min）；

c) 载气：氮气，纯度 $\geq 99.999\%$ ，流速 0.6 mL/min；

d) 进样口温度：250 °C；

e) 检测器温度：270 °C；

f) 进样方式：无分流；

g) 进样量：1.0 μL 。

7.4.2 测定

分别取敌稗标准工作液1 μL进样，测量保留时间和峰面积，以保留时间定性，以试样和标准的峰高或峰面积比较定量。在上述色谱条件下，敌稗的保留时间为33.87 min，气相色谱图参见附录A。

8 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按公式（1）计算试样中敌稗残留含量，计算结果需扣除空白值。

$$X = \frac{c \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X —— 试样中敌稗残留量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c —— 从标准曲线读出的敌稗溶液浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V —— 样液最终定容体积，单位为毫升（mL）；

m ——样液所代表的最终试样的质量，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后两位。

9 定量限、回收率和精密度

9.1 定量限

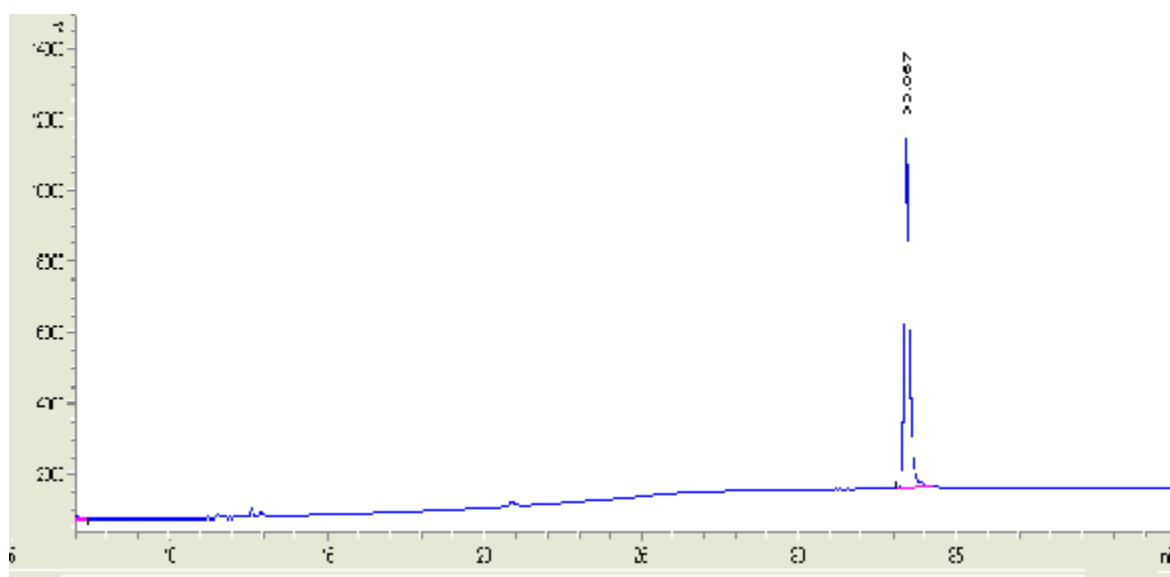
本方法的定量限为0.01 mg/kg。

9.2 添加浓度范围、回收率和精密度

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%。

样品中敌稗的添加浓度及其回收率、精密度实验数据参见附录B。

附 录 A
(资料性附录)
敌稗标准物质气相色谱图



图A.1 敌稗气相色谱图 (0.5mg/L)

附 录 B
(资料性附录)

不同添加水平平均回收率及精密度

表B.1 敌稗添加回收率及精密度 (n=10)

样品	添加浓度 mg/kg	回收率范围 %	相对标准偏差 %
红参	0.01	79.2~95.2	7.00
	0.02	80.4~98.6	3.29
	0.10	87.2~98.8	4.25
野山参	0.01	82.4~101.2	7.05
	0.02	82.0~104.2	8.66
	0.10	89.6~104.8	6.22
生晒参	0.01	78.8~98.4	7.58
	0.02	85.0~108.2	9.58
	0.10	84.0~100.0	5.89
西洋参	0.01	78.0~102.4	10.47
	0.02	80.8~101.2	8.44
	0.10	86.0~103.6	7.62