

ICS 67.050

X 04

备案号:

# DB22

## 吉 林 省 地 方 标 准

DB 22/T 1669—2012

---

### 人参中辛硫磷农药残留量的测定 气相色谱法

Determination of phoxim pesticide residues in ginseng——

Gas chromatography

2012 - 12 - 17 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/T1.1-2009和GB/T 20001.4-2001给出的规则起草。

本标准由吉林省卫生厅提出并归口。

本标准起草单位：吉林省卫生监测检验中心。

本标准起草人：白梅、方赤光、李青、石矛、张博。



# 人参中辛硫磷农药残留量的测定 气相色谱法

## 1 范围

本标准规定了人参中辛硫磷农药残留量的气相色谱测定方法。  
本标准适用于人参中辛硫磷农药残留量的测定。

## 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

含有机磷的样品在富氢焰上燃烧，以氢磷氧（ $\text{HPO}$ ）碎片的形式，放射出波长526nm的特征光，这种特征光通过滤光片选择后，由光电倍增管接收，转换成电信号，经微电流放大器放大后，分别记录标准和样品的峰高，以外标法定量样品的含量。

## 4 试剂与材料

除另有规定外，所用试剂均为分析纯，实验用水符合GB/T 6682规定的一级水要求。

- 4.1 丙酮。
- 4.2 石油醚。
- 4.3 无水硫酸钠。
- 4.4 活性炭：用3 mol/L 盐酸浸泡过夜，抽滤，用水洗至中性，在120℃下烘干备用。
- 4.5 辛硫磷标准品（phoxim,  $\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{N}_2\text{O}_3\text{PS}$ , CAS号：14816-18-3）：纯度 $\geq 99\%$ 。
- 4.6 标准储备液：准确称取辛硫磷标准品，精确至0.0001 g，用二氯甲烷溶解，配成1 mg/mL 标准储备液，用棕色瓶避光保存。
- 4.7 标准工作液：使用时将标准储备液用二氯甲烷稀释成浓度为0.2、1.0、5.0、10、20  $\mu\text{g/mL}$  的标准使用液，标准工作液需棕色瓶配制，现用现配。

## 5 仪器

- 5.1 气相色谱仪：附火焰光度检测器。
- 5.2 分析天平：感量为0.0001 g。
- 5.3 分析天平：感量为0.001 g。
- 5.4 电动振荡器。
- 5.5 旋转浓缩器。

5.6 具塞锥形瓶：250 mL。

5.7 分液漏斗：250 mL。

## 6 试样制备

取人参实验样品，经粉碎机粉碎，过20目筛后，制成人参试料。试样制备和提取过程要避光操作。

## 7 分析步骤

### 7.1 提取

称取人参试料20 g，精确至0.001 g，置于具塞锥形瓶中，加入50 mL石油醚，避光超声10 min，静止5 h，抽滤，残渣用100 mL石油醚分三次洗涤，用无水硫酸钠脱水，于旋转浓缩器上浓缩，定容至1.0 mL，待气相色谱分析。

### 7.2 测定

#### 7.2.1 色谱参考条件

色谱参考条件如下：

- a) 色谱柱：OV-1701 石英毛细柱 (30 m×0.32 mm×0.25 μm)；
- b) 气流速度：载气 (N<sub>2</sub>) 80 mL/min，空气 90 mL/min，氢气 60 mL/min；
- c) 温度：柱温 150 °C，进样口 180 °C，检测器 200 °C。

#### 7.2.2 色谱分析

分别吸取不同浓度标准液1 μL及试样净化液注入气相色谱仪，记录色谱图，以保留时间定性，得到标准曲线，并从标准曲线中计算出待测样品中的辛硫磷残留量。色谱图参见附录A。辛硫磷出峰时间为 4.94 min。

### 7.3 空白试验

除不加试料外，按7.1~7.2操作步骤进行测定。

## 8 结果计算

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

式中：

- X—试料中辛硫磷残留量，单位为毫克每公斤，(mg/kg)；
- C—从标准曲线上查到的辛硫磷的浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；
- m—试料质量，单位为克(g)；
- V—试料定容体积，单位为毫升(mL)。

## 9 精密度

### 9.1 重复性

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10%。

### 9.2 再现性

在再现性条件下，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10%。

## 10 线性范围和定量限

本方法的线性范围为0.2  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~20  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，定量限为 0.01 mg/kg。

附录 A  
(资料性附录)  
标准溶液的色谱图

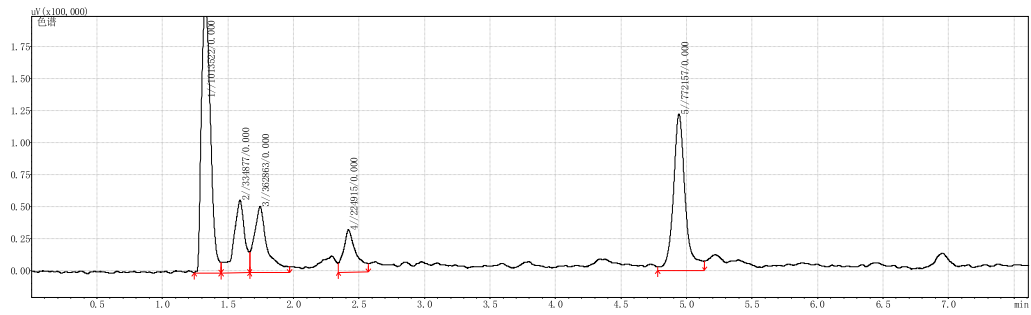


图 A 1 标准溶液的色谱图  
(标准溶液浓度为 4  $\mu\text{g}/\text{mL}$ , 出峰时间为 4.94 min)