

人参中噻虫嗪残留量的测定-高效液相色谱法

Determination of thiamethoxam residue in ginseng - method of high performance liquid 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、许煊炜、陈丹、孟欣欣、张敏、陈颖、马浴缤。

人参中噻虫嗪残留量的测定-高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了液相色谱仪测定人参(*Panax ginseng* C. A. Mey.)中噻虫嗪残留量的方法。
本标准适用于鲜人参、生晒参、红参中噻虫嗪残留量的测定。
本标准方法的定量限为0.1 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

人参中噻虫嗪残留量的测定采用丙酮和石油醚提取，氟罗里硅土柱层析净化，高效液相色谱紫外检测器进行测定，外标法定量。

4 试剂与材料

除非另有说明，所有试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

- 4.1 丙酮(C₃H₈O)：用前重蒸。
- 4.2 石油醚(60℃~90℃)：用前重蒸。
- 4.3 丙酮+石油醚(v/v)=1+4。
- 4.4 丙酮+石油醚(v/v)=3+7。
- 4.5 乙腈(C₂H₅N)：色谱纯(HPLC)。
- 4.6 冰乙酸(C₂H₄O₂)：色谱纯(HPLC)。
- 4.7 无水硫酸钠(Na₂SO₄)：300℃干燥2h，冷却后装入磨口玻璃瓶中，干燥器内保存。
- 4.8 固相萃取小柱：氟罗里硅土柱(Florisorb) 1000 mg/6 mL。
- 4.9 滤膜：0.22 μm 滤膜。
- 4.10 噻虫嗪标准品见表1。

表1 噻虫嗪标准品

中文名	英文名	CAS 号	纯度
噻虫嗪	Thiamethoxam	153719-23-4	≥99.7

- 4.11 噻虫嗪标准溶液的配制：准确称取一定量（精确至0.1 mg）噻虫嗪标准品，用乙腈做溶剂，配成1000 μg/mL 噻虫嗪标准储备液，贮存在-18℃冰箱中。准确吸取适量的标准储备液，用乙腈稀释配制成0.1、0.2、0.5、1、2、5 μg/mL 的标准工作液，需现用现配。

5 仪器设备

- 5.1 液相色谱仪：配有紫外检测器。
- 5.2 旋转蒸发仪。
- 5.3 粉碎机。
- 5.4 全玻璃蒸馏装置。
- 5.5 恒温水浴锅。
- 5.6 氮吹仪。

6 试样的制备

6.1 试样制备

取不少于100 g的人参干样(鲜样组织搅碎机搅碎后60℃烘干)用粉碎机粉碎，过60目筛，充分混匀后装瓶密封，-18℃保存，备用。

7 分析步骤

7.1 提取

称取1 g(精确至0.0001 g)人参试样，用滤纸包裹，置于索氏提取器中。用丙酮+石油醚(见4.3)浸泡过夜，80℃恒温水浴锅回流提取8 h。将提取液转移至250 mL分液漏斗中，用15 mL石油醚分三次洗涤索氏提取器与残渣，合并滤液置分液漏斗中，待处理。

7.2 净化

7.2.1 浓缩

向分液漏斗中加入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层析柱转至250 mL梨形瓶中，并用15 mL石油醚分三次洗涤硫酸钠合并洗液至梨形瓶中，旋转蒸发仪减压浓缩至近干，2 mL丙酮+石油醚(见4.4)定容，盖上瓶塞，待净化。

7.2.2 净化

氟罗里硅土小柱先用5 mL石油醚预淋洗，当溶剂液面达上层筛板表面时，再倒入上述(见7.2.1)待净化溶液，用10 mL丙酮+石油醚(见4.4)分两次(5 mL、5 mL)冲洗梨形瓶，冲洗液淋洗氟罗里硅土小柱，接收淋洗液并弃去，再用10 mL乙腈洗脱小柱，收集洗脱液于刻度试管中。将刻度试管置于氮吹仪上，水浴温度80℃，氮吹蒸发至近干，用乙腈准确定容至2 mL，过0.22 μm滤膜，待测。

7.2.3 参考色谱条件

- 7.2.3.1 检测器：紫外检测器。
- 7.2.3.2 检测波长：254 nm。
- 7.2.3.3 色谱柱：XDB-C₁₈ 250 mm×4.6 mm×5 μm或相当者。
- 7.2.3.4 流动相：乙腈+水(0.2%乙酸)=20+80。
- 7.2.3.5 流速：1.0 mL/min。
- 7.2.3.6 柱温箱：30℃。

7.2.3.7 进样体积：10 μL。

7.2.4 测定

分别吸取10 μL标准工作液和净化后样品溶液（见7.2.2）注入液相色谱仪中，外标法定量，噻虫嗪标准溶液谱图参见附录A。

7.2.5 空白试验

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。

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（RT）分别与标准溶液噻虫嗪的保留时间（RT）相比较，如果样品溶液中保留时间与标准溶液噻虫嗪的保留时间相差都在±5%内均可认定为噻虫嗪。对于有检出的样品用第二根极性不同色谱柱或LC-MS-MS定性，避免产生假阳性。

8.2 定量结果计算

人参样品中噻虫嗪残留量（以原样计）计算如(1)式：

$$\omega = \frac{c \times A_1 \times V_1 \times V}{m \times A_2 \times V_2} \times 2 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

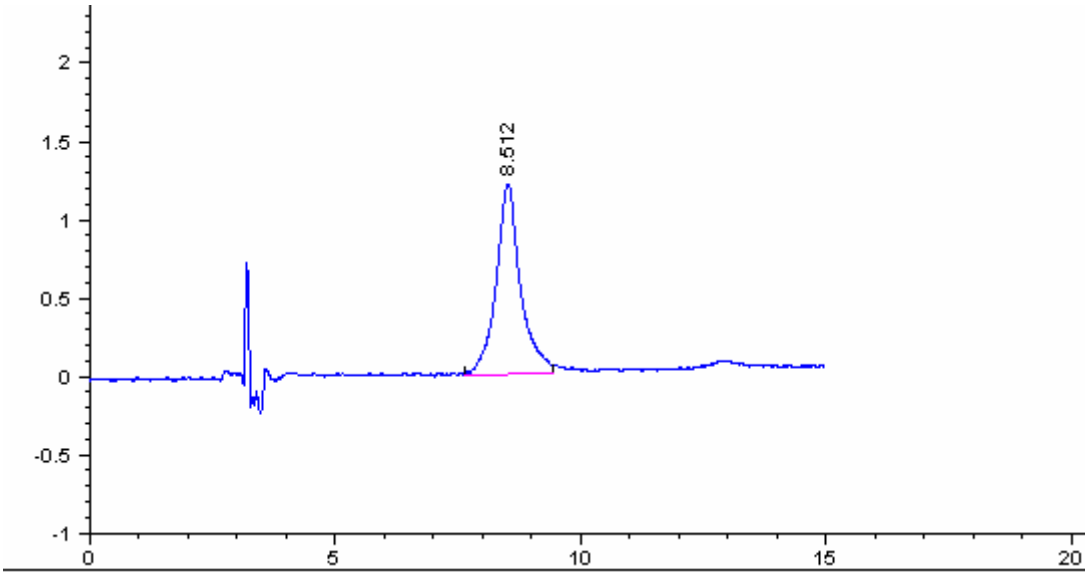
- ω——人参样品的噻虫嗪残留量, 单位为毫克每千克（mg/kg）；
- c——标准溶液中噻虫嗪的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；
- A₁——样品测定液中噻虫嗪的峰面积；
- A₂——标准溶液中噻虫嗪的峰面积；
- V——样品提取液的体积，单位为毫升（mL）；
- V₁——标准溶液的进样体积，单位为微升（μL）；
- V₂——样品溶液的进样体积，单位为微升（μL）；
- m——试料的质量，单位为克（g）。

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)
噻虫嗪标准溶液色谱图

A. 1 噻虫嗪标准溶液色谱图



图A. 1 噻虫嗪标准溶液色谱图