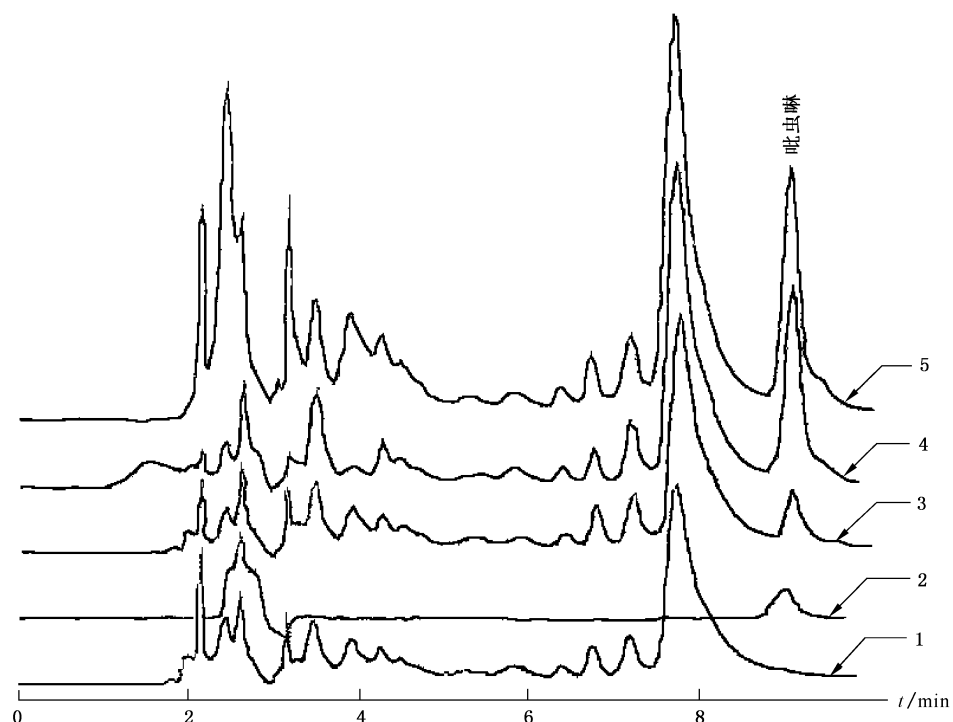


附录 A
(资料性附录)
色谱图示例



- 1——不含吡虫啉烟草样品；
- 2——1.25 µg/mL 标准溶液；
- 3——不含吡虫啉烟草样品+1.65 µg 吡虫啉；
- 4——不含吡虫啉烟草样品+5.55 µg 吡虫啉；
- 5——不含吡虫啉烟草样品+8.25 µg 吡虫啉。

图 A.1 吡虫啉色谱图

YC/T 182—2004

ICS 65.160
X 87
备案号:14400—2004

YC

中华人民共和国烟草行业标准

YC/T 182—2004

烟草及烟草制品 吡虫啉农药残留量的测定 高效液相色谱法

Tobacco and tobacco products—Determination of imidacloprid residue—
High performance liquid chromatographic method



YC/T 182—2004

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-15995

定价: 8.00 元

2004-10-19 发布

2005-03-01 实施

国家烟草专卖局 发布

式中：

c ——由标准曲线得出的吡虫啉浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)；

3 ——溶液最终定容的体积，单位为毫升(mL)；

m ——试料质量，单位为克(g)；

w ——样品的水分质量分数，%。

9 重复性、回收率和检出限

本方法的精密度试验研究结果见表1。

表1 方法的精密度试验研究结果

农药	F_1		F_2		F_3		变异系数 / (%)	检出限 / ($\mu\text{g}/\text{g}$)
	加入量 / ($\mu\text{g}/\text{g}$)	回收率 / (%)	加入量 / ($\mu\text{g}/\text{g}$)	回收率 / (%)	加入量 / ($\mu\text{g}/\text{g}$)	回收率 / (%)		
吡虫啉	1.65	89.8	5.55	93.1	8.25	95.4	2.3	0.10

中华人民共和国烟草
行业 标准
烟草及烟草制品 吡虫啉农药残留量的测定
高效液相色谱法
YC/T 182—2004

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045

网址 www.bzcb.com

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字

2005年2月第一版 2005年2月第一次印刷

*

书号：155066·2-15995 定价 8.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话：(010)68533533

- 5.1 三角瓶,300 mL。
- 5.2 量筒,100 mL。
- 5.3 分液漏斗,500 mL。
- 5.4 玻璃漏斗,直径 45 mm 或 100 mm。
- 5.5 带尾管浓缩瓶,250 mL(尾管在 1.0 mL、2.0 mL、2.5 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL 和 10 mL 处有刻度)。
- 5.6 旋转蒸发仪。
- 5.7 容量瓶,50 mL,100 mL。
- 5.8 超声波清洗器。
- 5.9 高速匀浆机。
- 5.10 微膜过滤器,配 0.45 μm 微膜。
- 5.11 高效液相色谱仪,配紫外检测器。

6 采样及试样制备

- 6.1 按 GB/T 5606.1 或 GB/T 19616 抽取样品。
- 6.2 按 YC/T 31 制备试样,并测定水分含量。

7 分析步骤

7.1 提取

称取 10 g 烟末(精确至 0.01 g)于 300 mL 三角瓶(5.1)中,加入 100 mL 乙酸乙酯(4.5),超声波(5.8)提取 30 min,或用高速匀浆机(5.9)匀浆 2 min,静置分层。将上层清液转移到装有石英玻璃棉(4.6)的漏斗中,过滤。

7.2 净化

取 50 mL 滤液转移到分液漏斗(5.3)中,加入 100 mL 石油醚(4.3),用 3×100 mL 5%氯化钠溶液(4.8)液-液分配,合并水相,弃去有机相。水相加入 1.0 mL 6 mol/L 的盐酸溶液(4.9),用 3×50 mL 二氯甲烷(4.4)液-液分配,合并有机相,弃去水相。将有机相倒入铺有 2 cm 厚无水硫酸钠(4.7)的漏斗过滤,滤至带尾管的浓缩瓶(5.5)中。用旋转蒸发仪(5.6)(水浴温度小于 40℃!)浓缩近干,必要时氮吹。然后加入 1.5 mL 甲醇(4.2),超声溶解,用水定容至 3.0 mL,0.45 μm 微膜(5.10)过滤。滤液待高效液相色谱分析。

7.3 标准曲线的制作

用工作标准溶液(4.12)制备标准曲线。其浓度范围应覆盖预计检测到的样品含量。外标法定量。吡虫啉色谱图见图 A.1 所示。

7.4 液相色谱条件

- a) 色谱柱 C_{18} 柱(30 cm×4.6 mm);
- b) 流动相 1 mL/min;
- c) 检测波长 270 nm;
- d) 进样量 20 μL 。

8 结果计算

以干基计的吡虫啉农药残留量 R_p ,数值以 $\mu\text{g/g}$ 表示,按式(1)进行计算:

$$R_p = \frac{c \times 3}{m \times (1 - w)} \times 2 \quad \dots\dots\dots(1)$$

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由国家烟草专卖局提出。

本标准由全国烟草标准化技术委员会(TC 144)归口。

本标准起草单位:国家烟草质量监督检验中心、郑州大学分析测试中心、中国科学技术大学烟草与健康研究中心。

本标准主要起草人:唐纲岭、张书胜、蔡继宝、朱永平、张威、谢雯燕、余永楨、刘惠民。