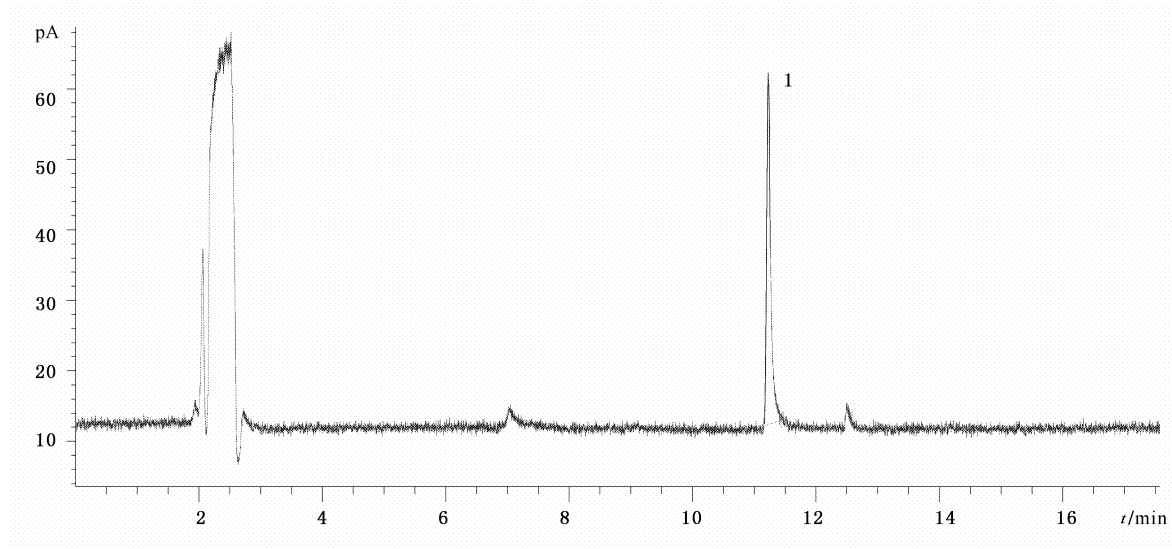


附录 A  
(资料性附录)  
色谱图示例



1—11.231 min, 涕灭威。

图 A.1 0.5 μg/mL 工作标准液的色谱图

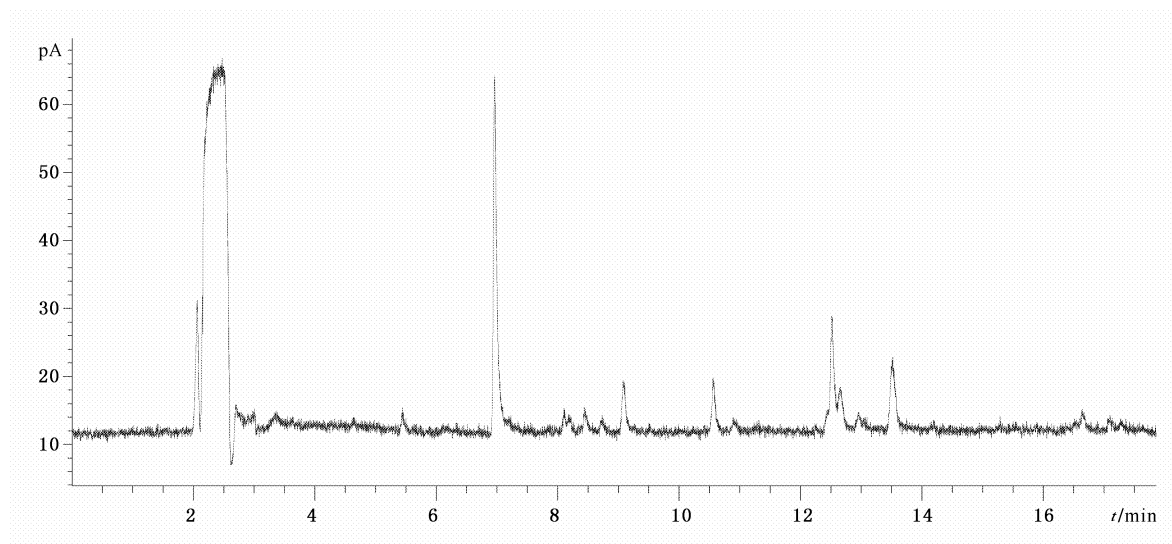


图 A.2 无涕灭威农药残留烟草样品的色谱图

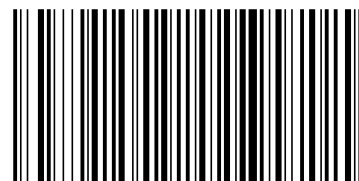


# 中华人民共和国烟草行业标准

YC/T 183—2004

## 烟草及烟草制品 涕灭威农药残留量的测定 气相色谱法

Tobacco and tobacco products—Determination of aldicarb residues—  
Gas chromatographic method



YC/T 183—2004

版权专有 侵权必究

\*

书号: 155066 · 2-15996

定价: 8.00 元

2004-10-19 发布

2005-03-01 实施

国家烟草专卖局 发布

7.3 标准曲线的制作:分别移取一定量工作标准溶液(4.9)于五个带尾管的浓缩瓶(5.6)中,按7.2进行下一步的操作,制备至少五个工作标准溶液,即可得到标准曲线。其浓度范围应覆盖预计检测到的样品含量。外标法定量。制作标准曲线的溶液应在4℃以下的条件下保存,可反复使用。工作标准溶液和样品空白溶液的示例色谱图见图A.1和图A.2所示。

注1:对未知原因造成的明显偏高的测定结果要加以仔细研究。建议在这种情况下使用质谱检测器确证色谱图中物质的化学结构。

8 结果计算

以干基计的涕灭威农药残留量  $R_p$ ,数值以  $\mu\text{g/g}$  表示,按式(1)进行计算:

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

式中:

$c$ ——根据标准曲线得出的涕灭威的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$3$ ——溶液最终定容的体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );

$m$ ——试料质量,单位为克( $\text{g}$ );

$w$ ——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	$F_1$			$F_2$			$F_3$			$F_4$			检出限/ ( $\mu\text{g/g}$ )
	加入量/ $\mu\text{g}$	回收率/ (%)	变异 系数/ (%)	加入量/ $\mu\text{g}$	回收率/ (%)	变异 系数/ (%)	加入量/ $\mu\text{g}$	回收率/ (%)	变异 系数/ (%)	加入量/ $\mu\text{g}$	回收率/ (%)	变异 系数/ (%)	
涕灭威	0.5005	99.16	5.56	1.0010	91.91	9.33	2.5025	91.41	10.77	9.0090	83.12	4.98	0.04

中华人民共和国烟草  
行业标准  
烟草及烟草制品 涕灭威农药残留量的测定  
气相色谱法  
YC/T 183—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 9 千字  
2005年2月第一版 2005年2月第一次印刷

\*  
书号: 155066·2-15996 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

- 5.3 振荡器。  
 5.4 回流冷凝装置。  
 5.5 石英棉。  
 5.6 带尾管浓缩瓶,100 mL(尾管在 1.0 mL、3.0 mL、5.0 mL 处有刻度)。  
 5.7 气相色谱仪

按照制造商操作手册运行气相色谱仪。进样口、柱箱和检测器应分别配有独立的加热单元。以下条件可供参考,采用其他条件应验证其适合性。

#### 5.7.1 温度

进样口温度 250℃,检测器温度 250℃。合适的方法如下:

- 初始温度:50℃;
- 初始时间:1 min;
- 程序升温 1:以 25℃/min 速率由 50℃升至 100℃;
- 程序升温 2:以 5℃/min 速率由 100℃升至 190℃;
- 总运行时间:21 min。

#### 5.7.2 气流速率

根据仪器操作手册及分析人员的经验设定气流速率。合适的气流速率如下:

- 载气:氦气,2.0 mL/min;
- 隔垫吹扫:5 mL/min;
- 分流流量:50 mL/min。

#### 5.7.3 进样模式

进样量 2 μL,不分流进样,进样后分流阀关闭 0.5 min。

#### 5.7.4 进样方式

自动进样器或其他合适的进样装置。

#### 5.7.5 色谱柱

推荐使用熔融石英毛细管柱,长 30 m,内径 0.32 mm,固定相 DB-1701,膜厚 0.25 μm。

#### 5.7.6 检测器

配置火焰光度检测器(FPD,硫滤光片)。由于被激发的硫原子是双原子的,发光强度和硫原子的浓度平方成正比,所以得到的标准曲线为一元二次方程。检测器气体流速:氢气 75 mL/min;空气 100 mL/min;氦气 19 mL/min。

## 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 称取 10 g 烟末(精确至 0.01 g)于 300 mL 三角瓶中,加入 100 mL 甲醇(4.2),置于振荡器(5.3)上,振荡萃取 30 min;静置后将上层清液转移到装有无水硫酸钠(4.7)的漏斗中,过滤。移取 50 mL 滤液于一带尾管的浓缩瓶(5.6)中,置于旋转蒸发仪(5.2)上(水浴温度小于 40℃)浓缩至小于 1 mL。

7.2 分别向浓缩近干的带尾管的浓缩瓶(5.6)中加入 5 mL 冰乙酸(4.5)和 5 mL 过氧化氢(4.6),将其置于回流冷凝装置(5.4)上,在 70℃的水浴温度下加热 30 min。将溶液冷却至室温,过滤到 250 mL 的分液漏斗中,浓缩瓶和滤纸用 80 mL 水反复洗涤 3 次~4 次。用 3×30 mL 二氯甲烷(4.4)提取水溶液,用无水硫酸钠(4.7)干燥有机相后,在旋转蒸发仪(5.2)上(水浴温度小于 40℃)浓缩近干,必要时氮吹。然后用丙酮(4.3)溶解定容至 3 mL,进行气相色谱分析。

## 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(TC144)归口。

本标准起草单位:国家烟草质量监督检验中心。

本标准主要起草人:唐纲岭、张威、朱永平、苏国岁、何爱民、刘惠民。