



中华人民共和国烟草行业标准

YC/T 180—2004

烟草及烟草制品 毒杀芬农药残留量的测定 气相色谱法

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

2004-10-19 发布

2005-03-01 实施

国家烟草专卖局 发布

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。

本标准主要起草人:徐亮、张威、唐纲岭、朱永平、刘惠民。

烟草及烟草制品 毒杀芬农药残留量的测定

气相色谱法

1 范围

本标准规定了烟草中毒杀芬残留量的气相色谱测定法。

本标准适用于烟草和烟草制品。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注明日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注明日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 5606.1 卷烟 第1部分：抽样

GB/T 19616 烟草成批原料取样的一般原则(GB/T 19616—2004, ISO 4874:2000, MOD)

YC/T 31 烟草及烟草制品 试样的制备和水分测定 烘箱法

3 原理

粉碎后的干燥样品与弗罗里硅土混合，于索氏提取器中用正己烷萃取农药残留。无需进一步的净化处理，定容后，直接使用配有电子捕获检测器的气相色谱仪测定。

4 试剂与材料

水应为蒸馏水或同等纯度的水。所有试剂应适用于农药残留量分析。所有溶剂应依照与样品测定(萃取和气相色谱测定)相同的程序做空白实验以检查其纯度，溶剂色谱图的基线上应没有明显会影响农药残留测定的峰出现。

4.1 毒杀芬，标准品。

4.2 正己烷，需重蒸并验证。

4.3 标准储备液：称取 0.02 g(精确至 0.000 1 g)毒杀芬(4.1)于 100 mL 容量瓶中，用正己烷(4.2)稀释定容，配制成浓度约为 200 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备液。标准储备液应避光贮存于 0℃~4℃ 条件下，至少稳定 6 个月。

4.4 工作标准液：准确移取标准储备液(4.3)0.5 mL 于 100 mL 容量瓶中，用正己烷稀释定容，得到浓度约为 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 的工作标准液。即配即用。

4.5 弗罗里硅土，60 目~80 目。

4.5.1 弗罗里硅土的质量是实现本方法的关键因素之一。弗罗里硅土应有充分的活性，以保留萃取液中的杂质，同时适合农药残留洗脱。弗罗里硅土应首先按 4.5.2 预处理。只有通过 4.5.3 的验证，弗罗里硅土才可使用。

4.5.2 将供验证的弗罗里硅土置于石英坩埚内，在马弗炉中 550℃ 灼烧至少 5 h，在无干燥剂的干燥器中冷却后，转入圆底烧瓶，每 100 g 加 5 mL 水，在旋转烧瓶中充分混合约 1 h。进行 4.5.3 的验证之前，弗罗里硅土应在密闭玻璃容器中平衡至少 48 h。

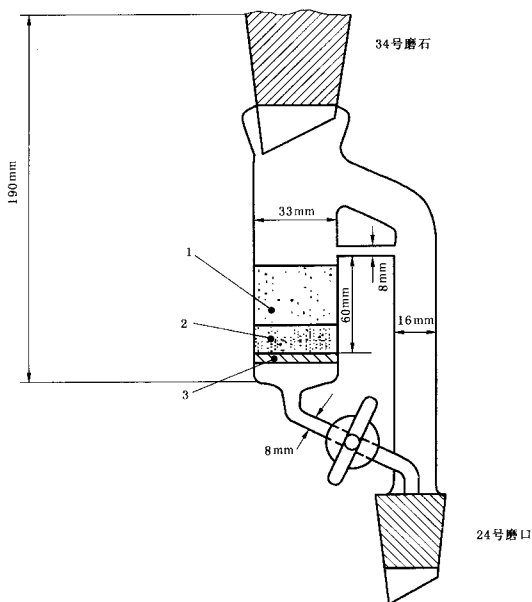
4.5.3 通过萃取狄氏剂的正己烷溶液检查弗罗里硅土的活性。该溶液中狄氏剂浓度与狄氏剂含量为 1 $\mu\text{g/g}$ 的烟草或烟草制品的萃取液的浓度相当。若狄氏剂的回收率在 95% 以上，说明预处理后弗罗里

硅土的活性是合适的。每次制备弗罗里硅土均应进行活性检查。

5 仪器

常用实验仪器及下述各项：

- 5.1 旋转蒸发仪。
- 5.2 粉碎机,配 2 mm(10 目)筛网。
- 5.3 烘箱,鼓风式。
- 5.4 马弗炉。
- 5.5 电热套。
- 5.6 索氏提取器,用于连续萃取(见图 1)。



- 1——试料与弗罗里硅土的混合物；
 2——弗罗里硅土；
 3——1号玻璃滤片。

图 1 烟草萃取装置

- 5.7 回流冷凝管。
- 5.8 干燥器。
- 5.9 石英坩埚。
- 5.10 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。

5.10.1 温度

进样口温度 250℃,检测器温度 350℃。合适的方法如下:

- 初始温度: 110℃;
- 初始时间: 0.5 min;
- 程序升温: 以 15℃/min 速率由 110℃升至 320℃;
- 顶温时间: 在 320℃保持 5 min;
- 总运行时间: 19.5 min。

5.10.2 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、恒压模式。合适的气流速率如下:

- 载气: 氮气,线速度 45 cm/s;
- 尾气: 氮气,30 mL/min。

5.10.3 进样模式

进样量 2 μ L,不分流进样,进样后分流阀关闭 0.5 min。

5.10.4 进样方式

自动进样器或其他合适的进样装置。

5.10.5 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-35,膜厚 0.25 μ m。

5.10.6 检测器

使用电子俘获检测器,调整检测器的基流以提高灵敏度。灵敏度应达到能够检出进样量 2 μ L、浓度 0.1 μ g/mL 的毒杀芬(峰高两倍于基线噪音)。

6 采样及试样制备

6.1 抽样

按 GB/T 5606.1 或 GB/T 19616 抽取样品。

6.2 试样制备

6.2.1 烟叶(或烟丝)放入烘箱,50℃下保持 2 h,烘后水分应为 5%左右。

6.2.2 研磨样品,过 2 mm 筛网(5.2),注意研磨温度不应超过 50℃。若接收的样品已研磨,应该确保其水分含量不超过 10%。并按 YC/T 31 测定水分含量。

6.2.3 试样应在密闭容器中避光保存,如果测试前需存放一个月以上,应放入冰箱内于 -8℃以下保存。

7 分析步骤

7.1 试料

称取 5 g 试料(精确至 0.01 g)于 50 mL 烧杯中,加入 5 g 处理后的弗罗里硅土(4.5),充分混合。然后按 7.2 和 7.3 所述步骤操作。

7.2 萃取

向索氏提取器中加入 5 g 处理后的弗罗里硅土(4.5),转移按 7.1 准备好的试料到弗罗里硅土上,注意不要混合以形成彼此独立的层。对于回收率验证试验,在此步骤用移液管移取适量的工作标准液(4.4),加在试料层顶部。移取 60 mL 正己烷(4.2)到合适的圆底烧瓶(容积 150 mL~250 mL)。安装索氏提取器(5.6),确保每一连接处密封良好,打开电热套(5.5)加热。调节加热温度和索氏提取器(5.6)上的旋塞使回流速率达到 200 mL/h。调节旋塞使正己烷液面恒定保持在试料以上,并保持圆底烧瓶中溶剂不被蒸干,萃取时间 4.5 h。

萃取结束后,冷却至少 30 min。萃取液定容至 50 mL,进行气相色谱分析。

7.3 标准曲线的制作

分别移取一定量的标准储备液(4.3)于三个 100 mL 容量瓶中,用正己烷定容。配制成毒杀芬浓度分别约为 5 $\mu\text{g/mL}$ 、2.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、0.25 $\mu\text{g/mL}$ 系列标准溶液。这一系列溶液用于检验电子捕获检测器响应值的线性,只需在检测器初次运行或检测器及其相关电路维护之后进行。

7.4 校准曲线

如果检测器的响应是线性的,可以采用单一水平的校准曲线。单一水平的校准曲线应使用工作标准溶液(4.4)。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。

8 结果计算

以干基计的毒杀芬残留量 R_p ,数值以 $\mu\text{g/g}$ 表示,按式(1)进行计算:

$$R_p = \frac{c \times 50}{m \times (1 - w)} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——由标准曲线得出的毒杀芬浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

50——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			检出限/($\mu\text{g/g}$)
	加入量/ μg	回收率/(%)	变异系数/(%)	加入量/ μg	回收率/(%)	变异系数/(%)	
毒杀芬	1.09	115.6	6.40	5.40	95.4	6.69	0.05

附录 A
(资料性附录)
色谱图示例

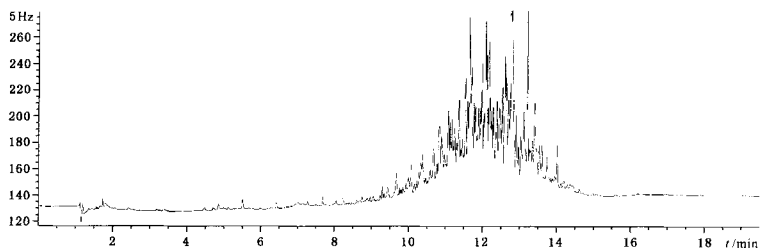


图 A.1 0.5 µg/mL 毒杀芬工作标准液色谱图

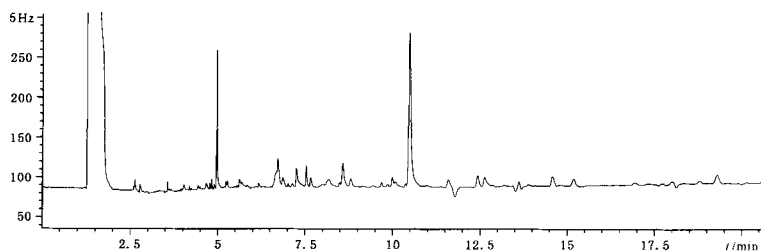


图 A.2 无毒杀芬农药残留烟草样品色谱图