

12 种有机磷类农药残留测定

SGLC-GC-028

摘要： 本文建立了 12 种有机磷类农药残留的 GC 测定方法。结果表明，参照《中国药典》分析方法，采用色谱柱 SH-50 (30 m, 0.25 mm × 0.25 μm) 分析 12 种有机磷类农残，两个相邻色谱峰的分离度均大于 1.5，理论塔板数按敌敌畏峰计算远大于 6000，峰形和重现性良好，满足《中国药典》需求。此方法可为 12 种有机磷类农药残留测定提供参考。

关键词： 12 种有机磷 SH-50 GC

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu GC-2030 气相色谱仪；

色谱柱：SH-50 (30 m, 0.25 mm × 0.25 μm; P/N: 227-36162-01; S/N: 1553669)；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05)；

GC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34002-01)；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02)；

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04)；

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06)。

1.2 混合对照品溶液的制备

分别精密量取混合对照品贮备溶液，用乙酸乙酯制成每 1 L 分别含 100 μg、1 mg 的溶液，即得。

1.3 分析条件

色谱柱：**SH-50 (30 m, 0.25 mm × 0.25 μm; P/N: 227-36162-01; S/N: 1553669)**

升温程序：初始温度 120℃，以 10℃/min 升温到 200℃，再以 5℃/min 升温到 240℃，保持 2 min，再以每分钟 20℃升至 270℃，保持 4.5 min

载气：N₂

进样温度：220℃

分流模式：不分流

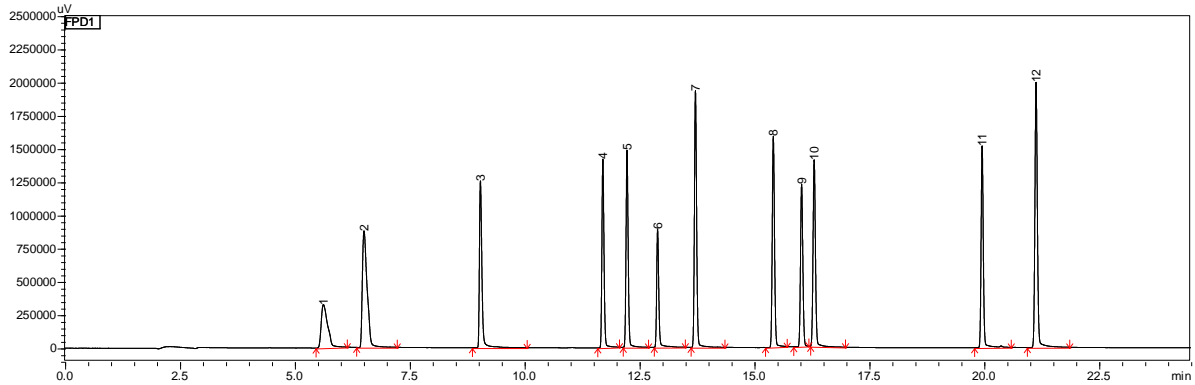
进样方式：恒线速度

初始流速：1 mL/min

检测器：FPD，温度：300℃

2. 实验结果

按照上述色谱条件（1.3）进行采集，对照品溶液（1 ppm）色谱图如下：

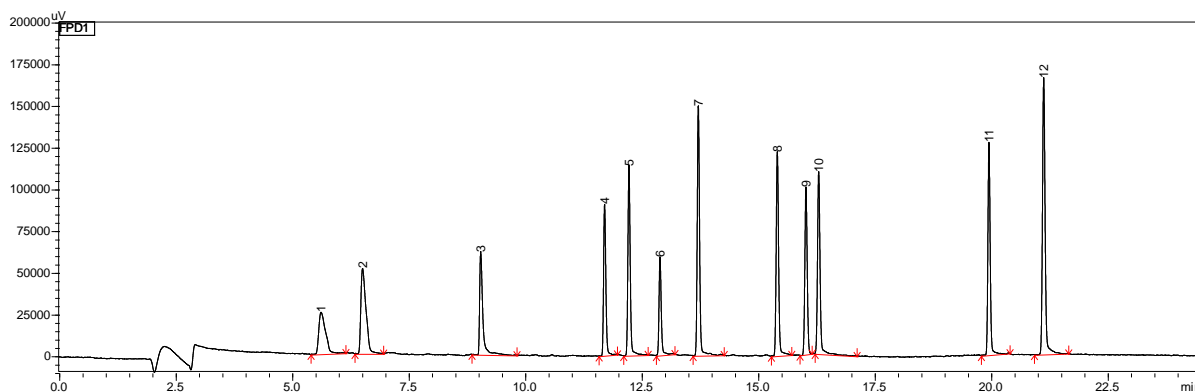


序号	化合物名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	敌敌畏	5.628	3637064	334182	8079	1.927	--
2	甲胺磷	6.51	7459513	892036	18900	1.606	4.011
3	乙酰甲胺磷	9.043	5527228	1279215	149179	1.421	17.894
4	氧乐果	11.707	4795081	1418435	309557	1.187	29.968
5	久效磷	12.233	5145053	1480749	330243	1.133	6.214
6	乐果	12.898	3290806	899328	402072	1.214	7.99
7	二嗪磷	13.721	7052129	1940712	404168	1.12	9.815
8	甲基对硫磷	15.416	5855813	1621154	479493	1.11	19.321
9	马拉硫磷	16.031	4476246	1214506	461911	1.101	6.709
10	对硫磷	16.304	6044844	1418852	472064	1.104	2.88
11	杀扑磷	19.958	5324373	1524674	884829	1.137	40.648
12	乙硫磷	21.132	7914892	1954620	743454	1.101	12.843

重现性

峰号	保留时间 (min)				面积 (Area)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
1	5.627	5.628	5.626	0.02	3633431	3637064	3375907	4.22
2	6.511	6.51	6.504	0.06	7452183	7459513	6980861	3.76
3	9.043	9.043	9.038	0.03	5475140	5527228	5269992	2.51
4	11.707	11.707	11.703	0.02	4765538	4795081	4621597	1.96
5	12.233	12.233	12.228	0.02	5135321	5145053	4987314	1.74
6	12.898	12.898	12.893	0.02	3264342	3290806	3156321	2.20
7	13.721	13.721	13.716	0.02	7020334	7052129	6844404	1.60
8	15.416	15.416	15.411	0.02	5809165	5855813	5647008	1.90
9	16.031	16.031	16.027	0.01	4478299	4476246	4392874	1.10
10	16.305	16.304	16.301	0.01	5949795	6044844	5882267	1.37
11	19.959	19.958	19.956	0.01	5326052	5324373	5174839	1.65
12	21.132	21.132	21.128	0.01	7917044	7914892	7688247	1.68

按照上述色谱条件 (1.3) 进行采集, 对照品溶液 (100 ppb) 色谱图如下:



3. 结论

本文建立了 12 种有机磷类农药残留的 GC 测定方法。结果表明, 参照《中国药典》的分析方法, 采用色谱柱 SH-50 (30 m, 0.25 mm × 0.25 μm) 分析 12 种有机磷类农药残留, 两个相邻色谱峰的分度均大于 1.5, 理论塔板数按敌敌畏峰计算远大于 6000, 峰形和重现性良好, 且在低浓度下 (100 ppb) 也能得到较好的峰形, 满足《中国药典》需求。此方法可为 12 种有机磷类农药残留测定提供参考。