

人参中其它 7 种有机氯农药残留量的测定

SGLC-GC -031

摘要：本应用建立了人参中其它 7 种有机氯农药残留量的测定方法。按照 2020《中国药典》中方法，采用岛津色谱柱 SH-1701 作为分析柱，分析人参中其它 7 种有机氯农药，各目标物峰形对称，分离度和重现性良好，满足《中国药典》要求，此方法可为人参中 7 种有机氯农药残留量的测定提供参考。

关键词：人参 其它有机氯 SH-1701 GC

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

仪器配置：岛津气相色谱仪 GC-2030；

色谱柱：SH-1701（30m×0.32 mm，0.25 μm，P/N：221-75780-30；S/N：1651659）；

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

精密量取混合对照品贮备溶液适量，用正己烷制成每 1 L 分别含 10 μg 的溶液，即得。

1.3 供试品溶液的制备

取本品，粉碎成细粉（过二号筛），取约 5 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加水 30 mL，振摇 10 分钟，精密加丙酮 50 mL，称定重量，超声处理（功率 300 W，频率 40 kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用丙酮补足减失的重量，再加氯化钠约 8 g，精密加二氯甲烷 25 mL，称定重量，超声处理（功率 300 W，频率 40 kHz）15 分钟，再称定重量，用二氯甲烷补足减失的重量，振摇使氯化钠充分溶解，静置，转移至离心管中，离心（每分钟 3000 转）3 分钟，使完全分层，将有机相转移至装有适量无水硫酸钠的具塞锥形瓶中，放置 30 分钟。精密量取 15 mL，置 40℃ 水浴中减压浓缩至约 1 mL，加正己烷约 5 mL，减压浓缩至近干，用正己烷溶解并转移至 5 mL 量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，转移至离心管中，缓缓加入硫酸溶液（9→10）1 mL，振摇 1 分钟，离心（每分钟 3000 转）10 分钟，分取上清液，加水 1 mL，振摇，取上清液，即得。

1.4 分析条件

色谱柱：SH- 1701 (30m×0.32 mm, 0.25 μm , P/N: 221-75780-30; S/N: 1651659)

升温程序：初始温度 60℃ 保持 0.3 min, 以 60℃/min 升温到 170℃, 再以 10℃/min 升温到 220℃, 保持 10 min, 以 1℃/min 升温到 240℃, 再以 15℃/min 升温到 280℃, 保持 5 min

载气：N₂

进样口温度：230℃

分流模式：不分流

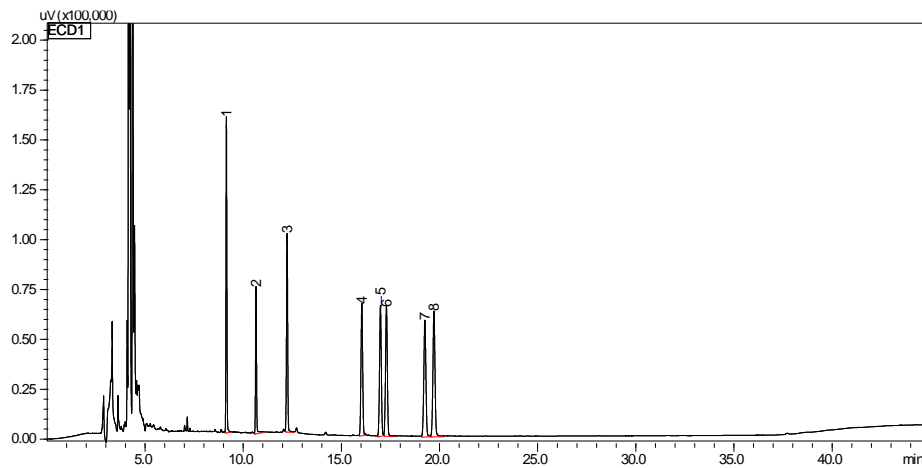
进样方式：恒线速度 17.9 cm/s

初始流速：0.9 mL/min

检测器：ECD, 温度：300℃, 电流：1.5 nA

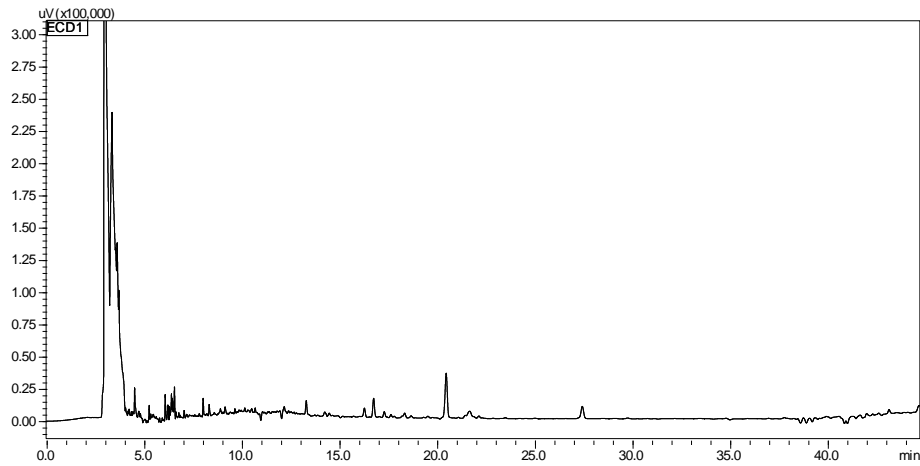
2. 结果及讨论

按照上述色谱条件 (1.4) 进行采集, 对照品溶液、供试品溶液和加标溶液色谱图如下:

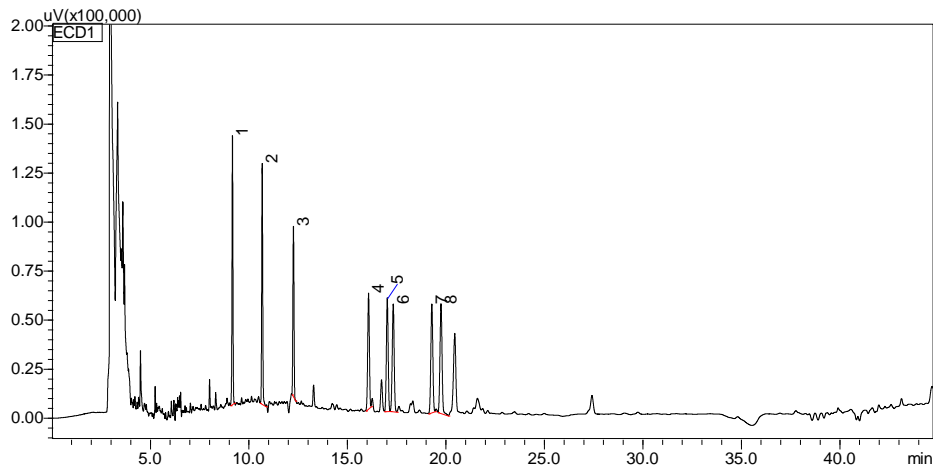


7 种有机氯农药混合对照品溶液 (10 μg/L) 色谱图

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	六氯苯	9.191	506266	156296	188905	1.074	--
2	五氯硝基苯	10.701	255551	74266	225013	1.032	17.275
3	七氯	12.283	410177	98277	200156	1.016	15.816
4	氧化氯丹	16.091	385166	66129	168419	0.988	28.562
5	顺式环氧七氯	17.042	399893	65255	171168	0.977	5.916
6	反式环氧七氯	17.348	403197	63353	164996	0.966	1.824
7	反式氯丹	19.304	419282	59083	162358	0.987	10.793
8	顺式氯丹	19.767	446021	62395	176095	0.996	2.435



人参加试品溶液色谱图



人参加标样品（添加浓度：0.05 mg/kg）色谱图

对照品溶液（10 μg/L）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	9.187	9.187	9.191	0.02	511351	505863	506266	0.60
2	10.697	10.697	10.701	0.02	244896	249549	255551	2.14
3	12.277	12.277	12.283	0.03	419312	413566	410177	1.11
4	16.085	16.087	16.091	0.02	395909	389931	385166	1.38
5	17.033	17.033	17.042	0.03	412300	405748	399893	1.53
6	17.340	17.341	17.348	0.03	414437	408880	403197	1.37
7	19.295	19.297	19.304	0.03	431887	425878	419282	1.48
8	19.759	19.759	19.767	0.02	460831	453226	446021	1.63

3. 结论

本应用建立了人参中其它 7 种有机氯农药残留量的测定方法。按照 2020《中国药典》中方法，采用岛津色谱柱 SH- 1701 作为分析柱，分析人参中其它 7 种有机氯农药，各目标物峰形对称，分离度和重现性良好，满足《中国药典》要求，此方法可为人参中 7 种有机氯农药残留量的测定提供参考。