

GC-2010 Plus应对2010年版 《中国药典》有机磷农残检测

No.GC-019

摘要：2010年版《中国药典》刚刚颁布，将于近期开始执行，本文使用岛津最新的气相色谱仪GC-2010 Plus，针对2010年版《中国药典》中新增的有机磷农药残留项目，建立了测定方法。

关键词：2010年版《中国药典》农药残留 GC-2010 Plus

2010年版《中国药典》分为三部出版，一部为中药，二部为化学药，三部为生物制品。2010年版《中国药典》收载品种4600余种，其中新增1300余种，基本覆盖国家基本药物目录品种和国家医疗保险目录品种。其中一部（中药）收载2136种，新增990种，修订612种。附录部分，一部（中药）新增14个、修订54个。新增、修订比例达75%。《临床用药须知》除设化学药与生物制品卷、中成药卷，首次编纂中药饮片卷，其中，中成药卷共收载1640个成方制剂，增收15%的品种，中药饮片卷共收载557味中药饮片。2010年版《中国药典》中规定农药残留检测项目为：有机磷农药12种（敌敌畏，甲胺磷，乙酰甲胺磷，二嗪农，乐果，久效磷，氧乐果，甲基对硫磷，马拉硫磷，对硫磷，杀扑磷，乙硫磷）；有机氯农药9种（六六六，DDT，五氯硝基苯）；拟除虫菊酯类农药3种（氯氰菊酯，溴氰菊酯，氰戊菊酯）。其中有机磷农药和拟除虫菊酯类农药为2010年版《中国药典》新增项目。

实验部分

1、仪器条件：GC-2010 Plus (FPD+)

进样口：250℃

升温程序：60℃(1min)-30℃/min-180℃(0min)-10℃/min
-220℃(2min)-10℃/min-270℃(2min)

进样方式：不分流

载气：氮气

色谱柱：Rtx-1701 30m × 0.25mm × 0.25μm

载气流速：30cm/s

检测器：280℃

进样量：1μl

结果与讨论

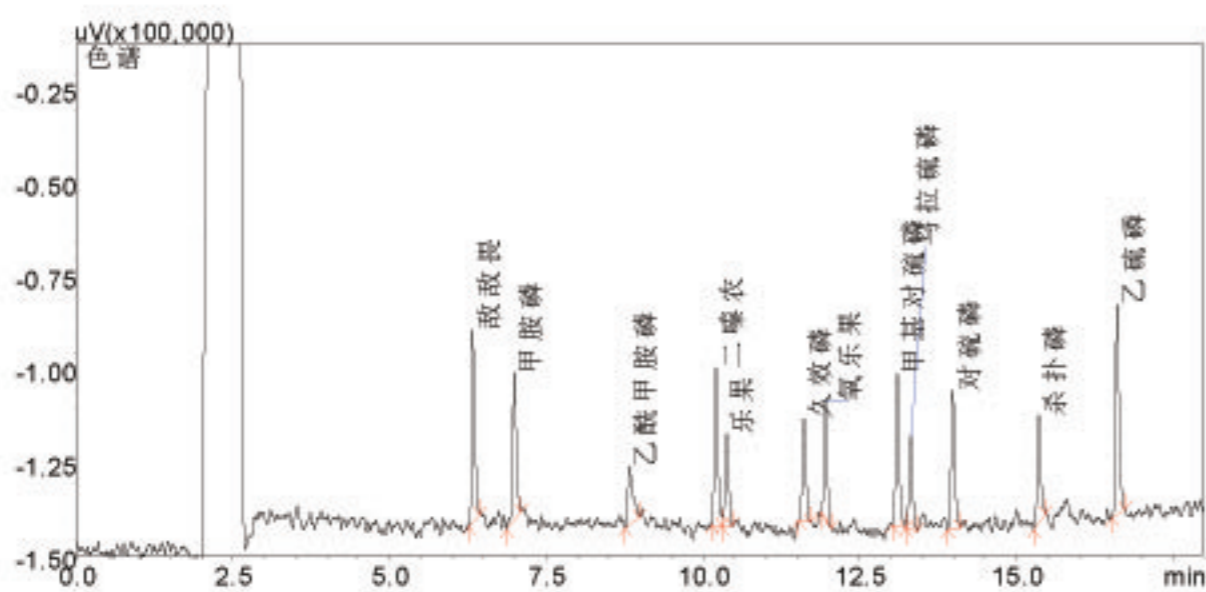


图1 12中有机磷农药5ng/ml

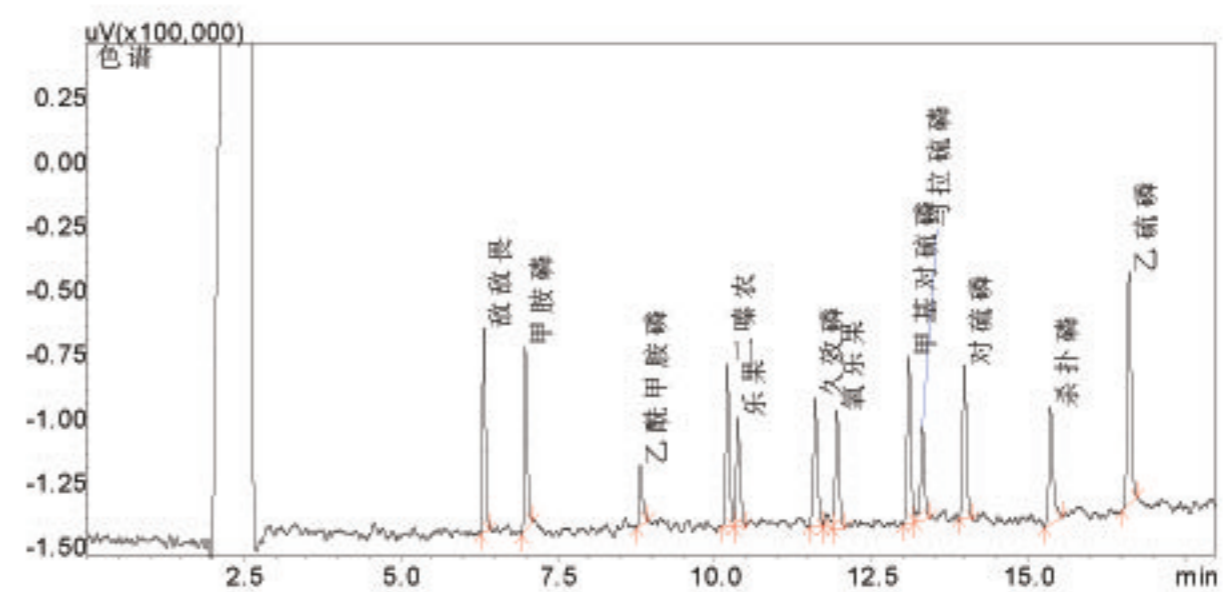


图2 12中有机磷农药10ng/ml

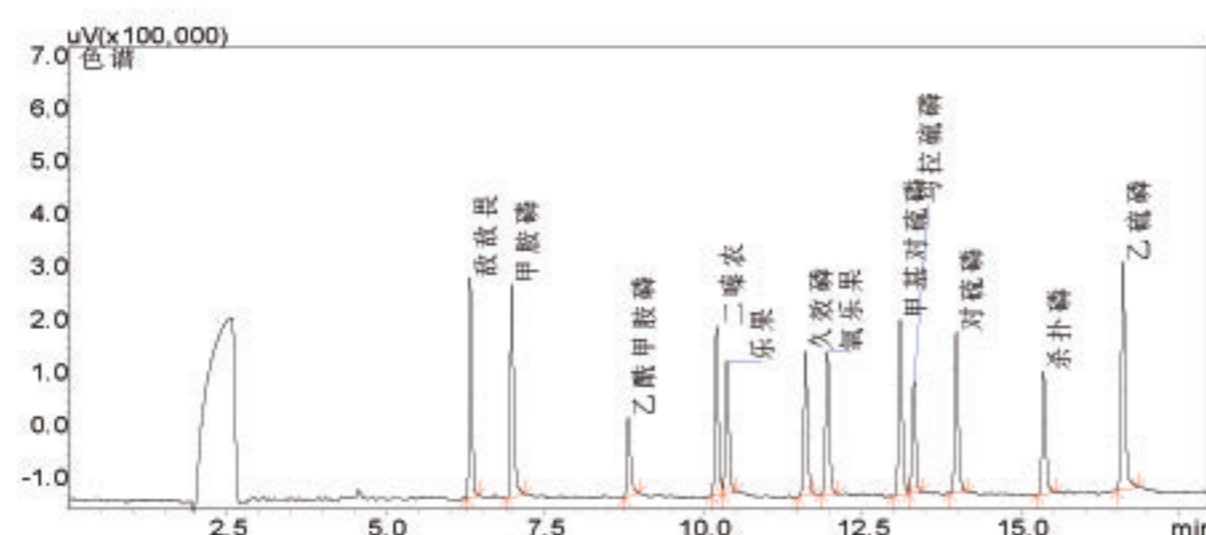
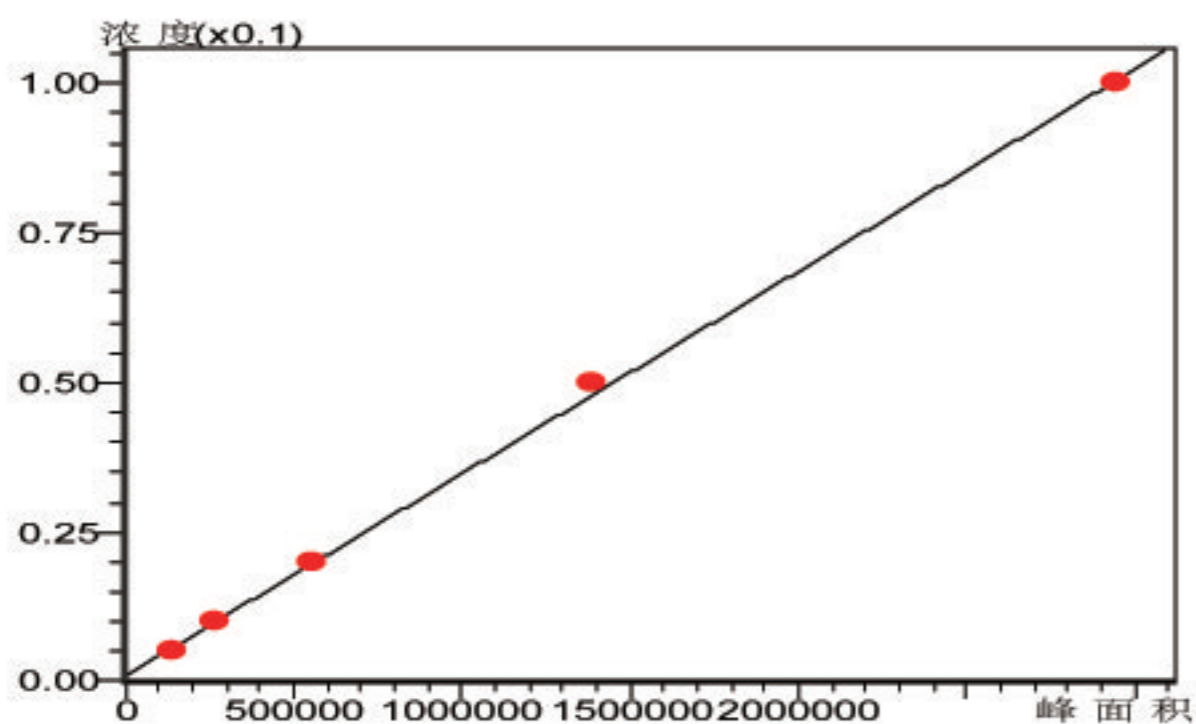


图3 12中有机磷农药50ng/ml

1、标准曲线范围

5ng/ml, 10ng/ml, 20ng/ml, 50ng/ml, 100ng/ml。

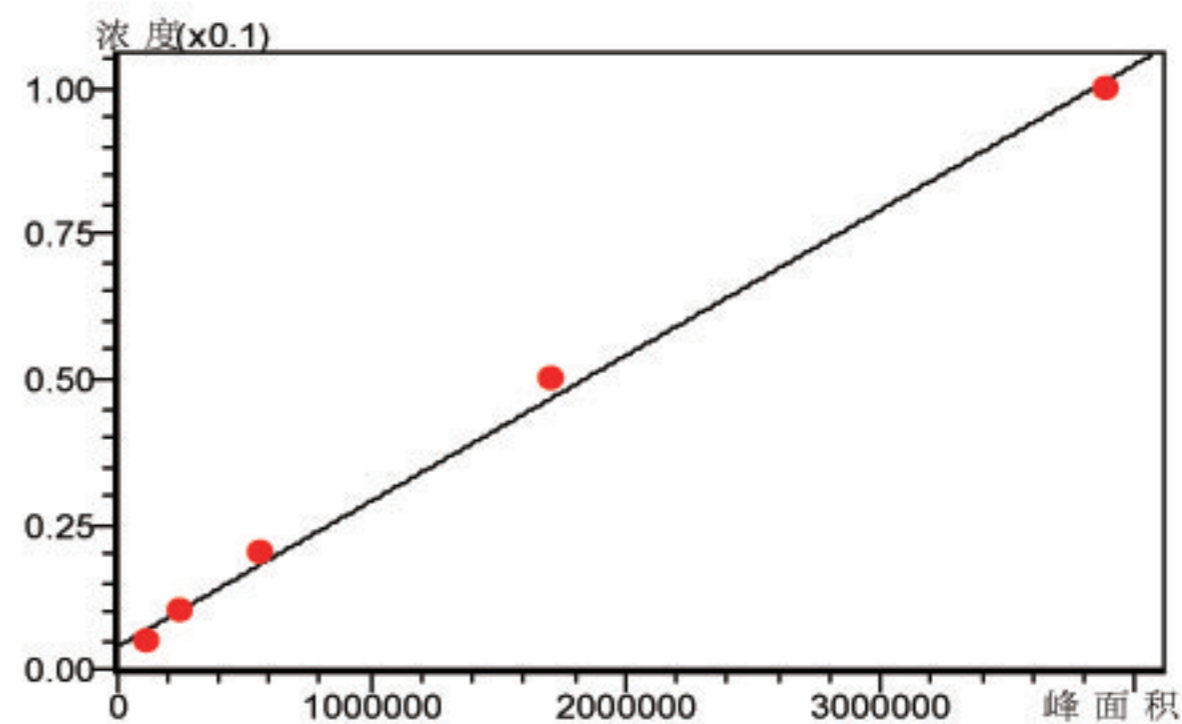


图一：敌敌畏标准曲线

$$Y = aX + b$$

$$R^2 = 0.9991898$$

$$R = 0.9995948$$

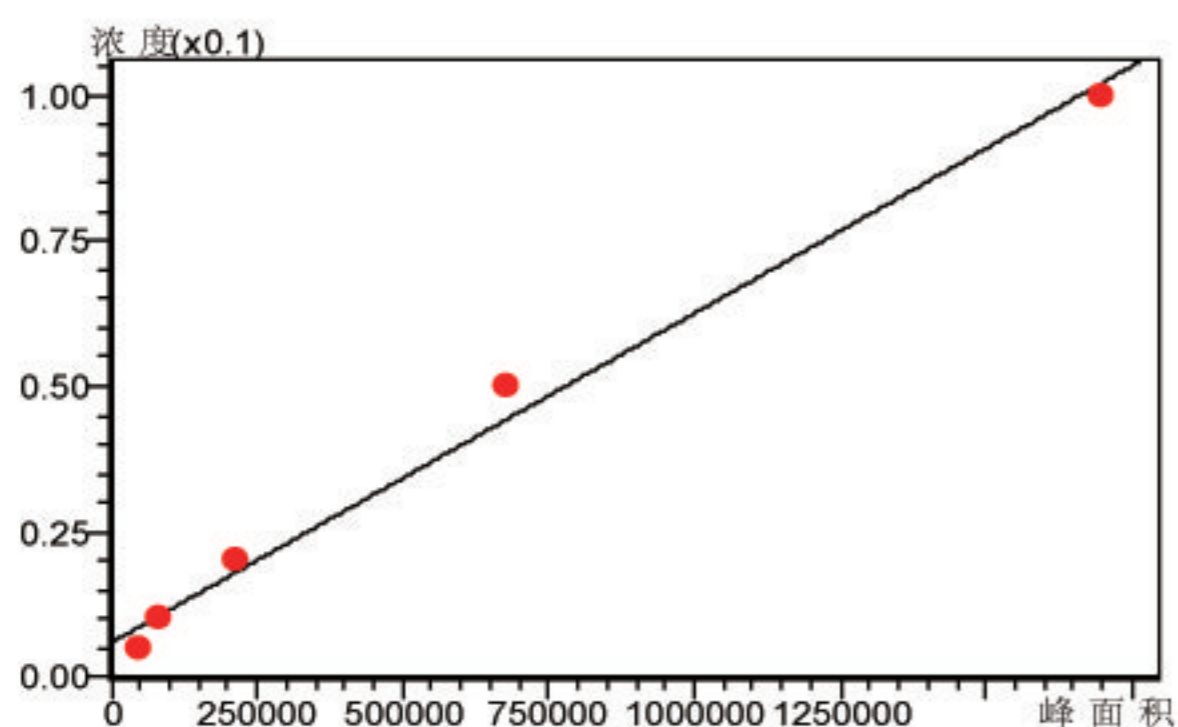


图二：甲胺磷标准曲线

$$Y = aX + b$$

$$R^2 = 0.9968329$$

$$R = 0.9984152$$

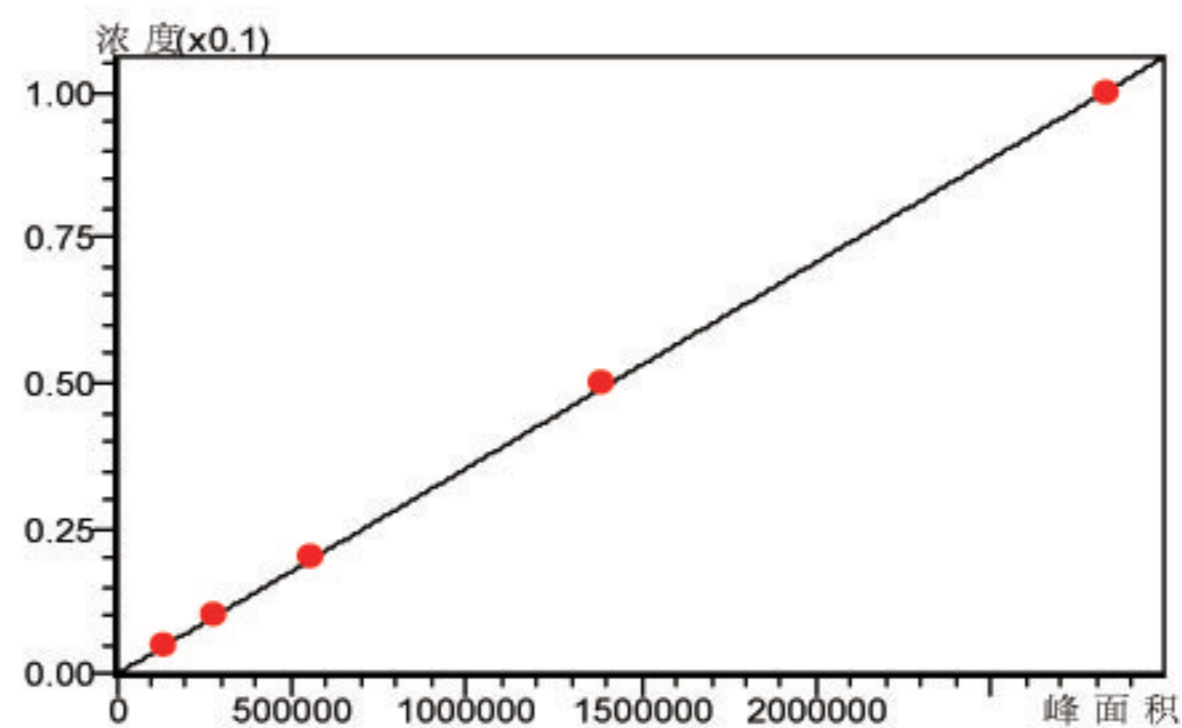


图三：乙酰甲胺磷标准曲线

$$Y = aX + b$$

$$R^2 = 0.9912764$$

$$R = 0.9956286$$

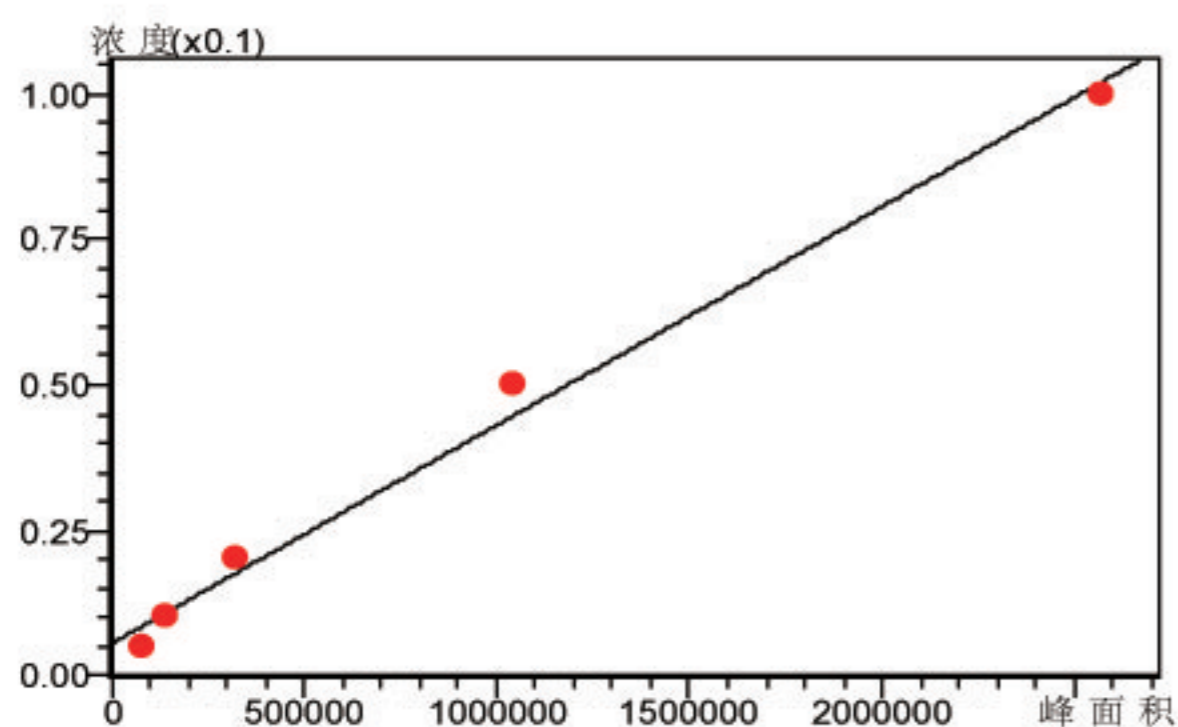


图四：二嗪农标准曲线

$$Y = aX + b$$

$$R^2 = 0.9998711$$

$$R = 0.9999355$$

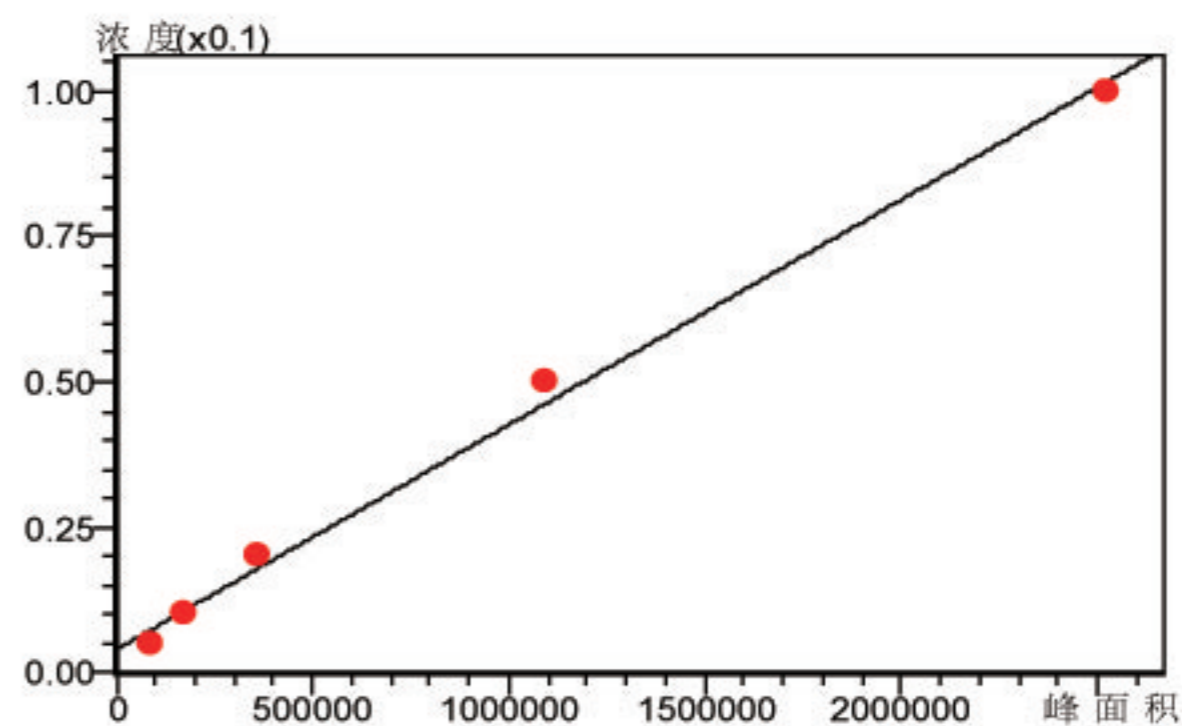


图五：乐果标准曲线

$$Y = aX + b$$

$$R^2 = 0.9917301$$

$$R = 0.9958564$$

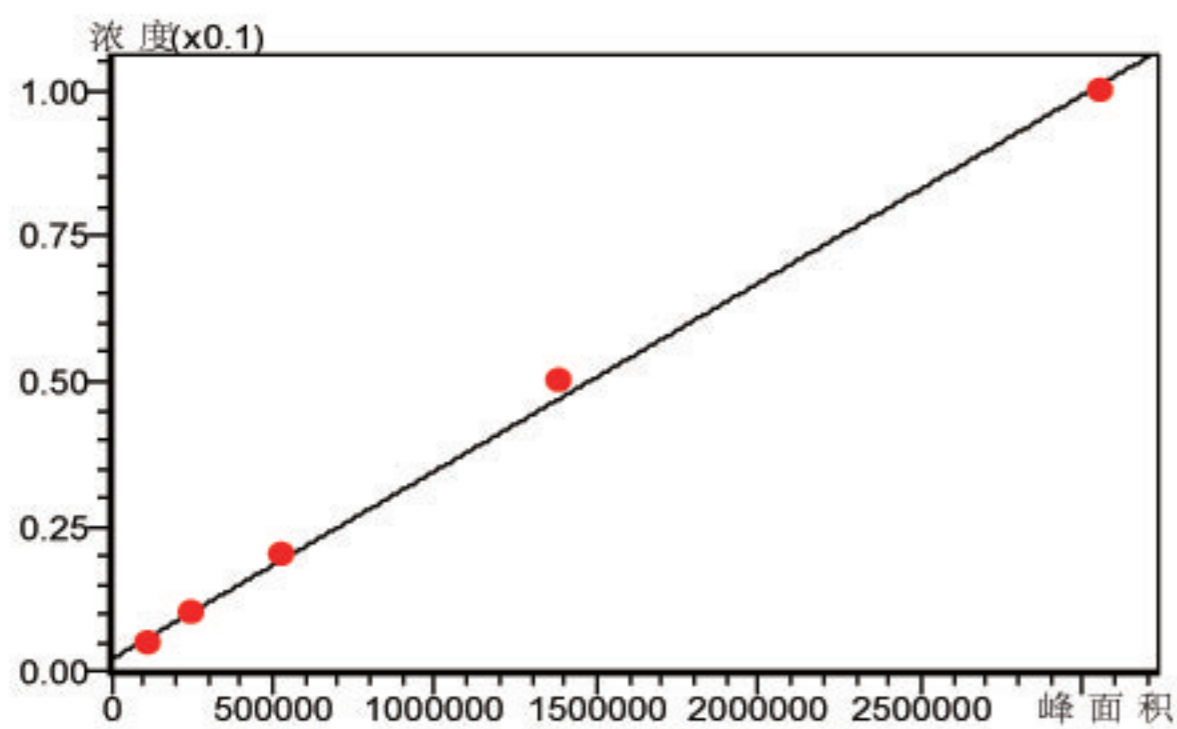


图六：久效磷标准曲线

$$Y = aX + b$$

$$R^2 = 0.9957484$$

$$R = 0.9978719$$

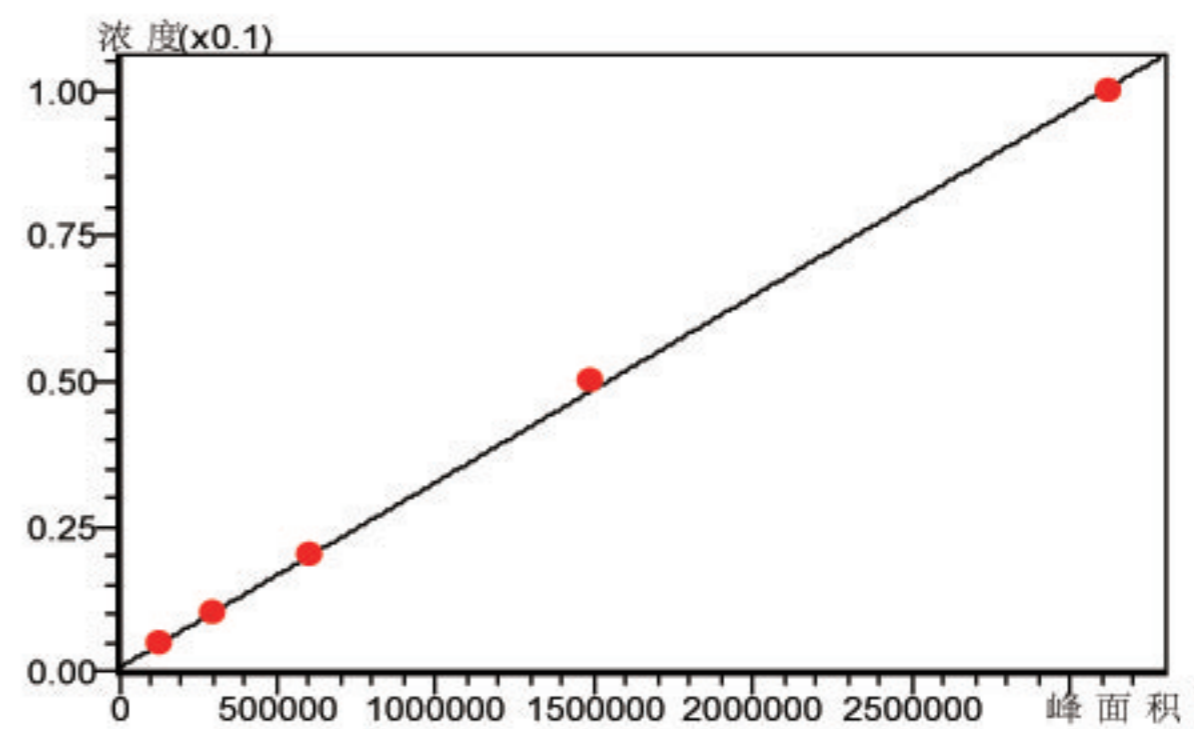


图七：氧乐果标准曲线

$$Y = aX + b$$

$$R^2 = 0.9982394$$

$$R = 0.9991193$$

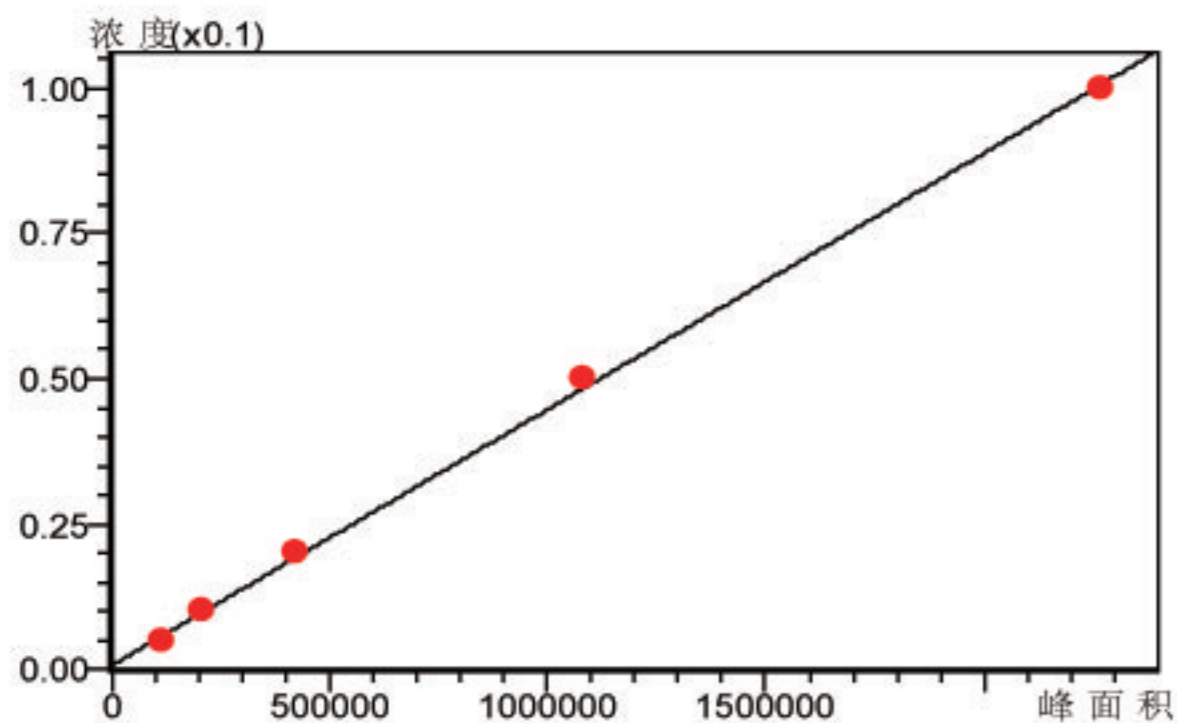


图八：甲基对硫磷标准曲线

$$Y = aX + b$$

$$R^2 = 0.9994732$$

$$R = 0.9997366$$

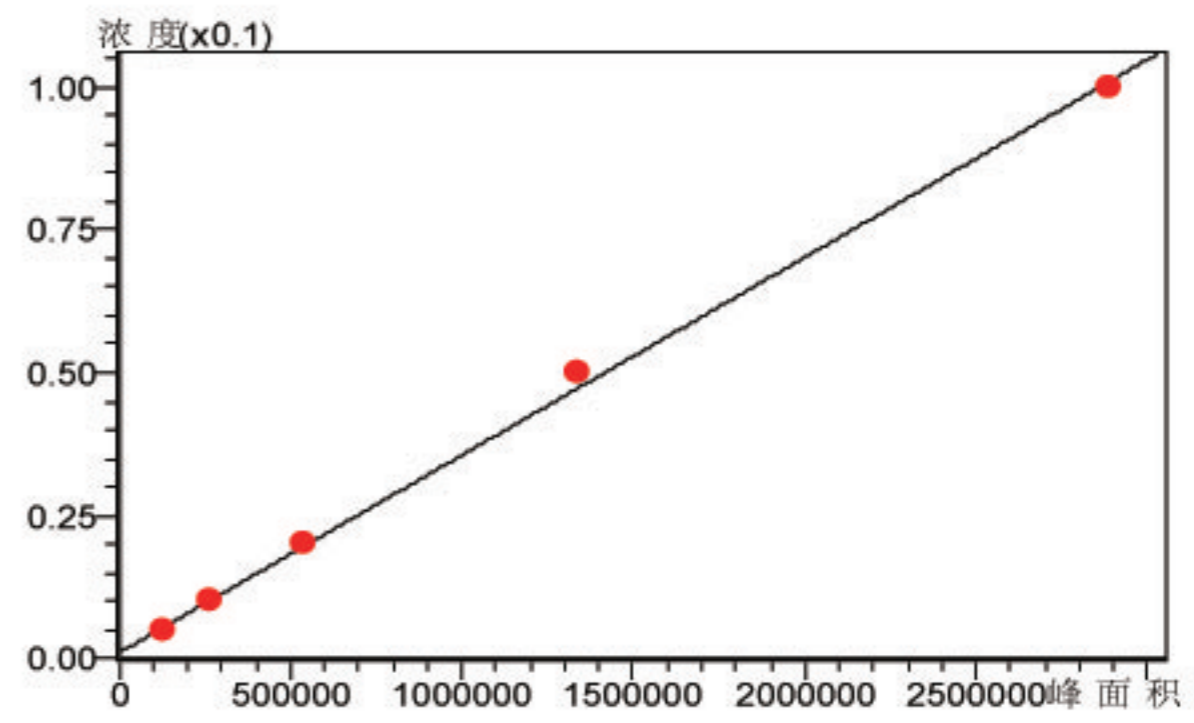


图九：马拉硫磷标准曲线

$$Y = aX + b$$

$$R^2 = 0.9993645$$

$$R = 0.9996822$$

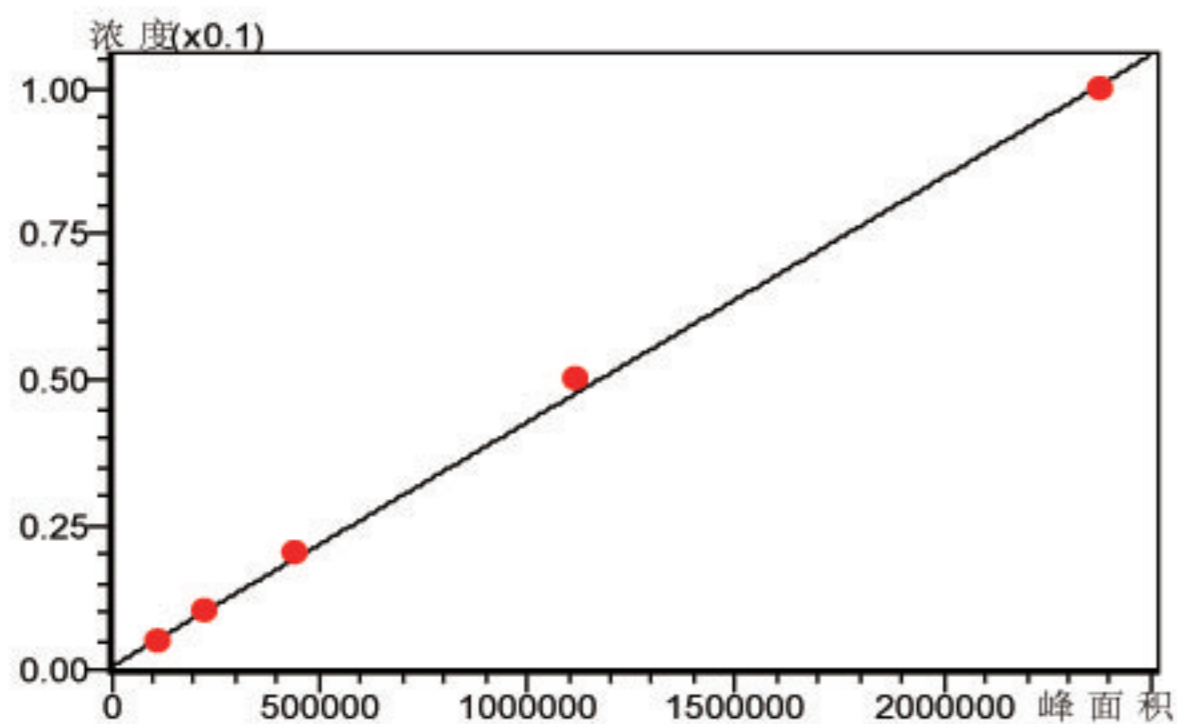


图十：对硫磷标准曲线

$$Y = aX + b$$

$$R^2 = 0.9988142$$

$$R = 0.9994069$$

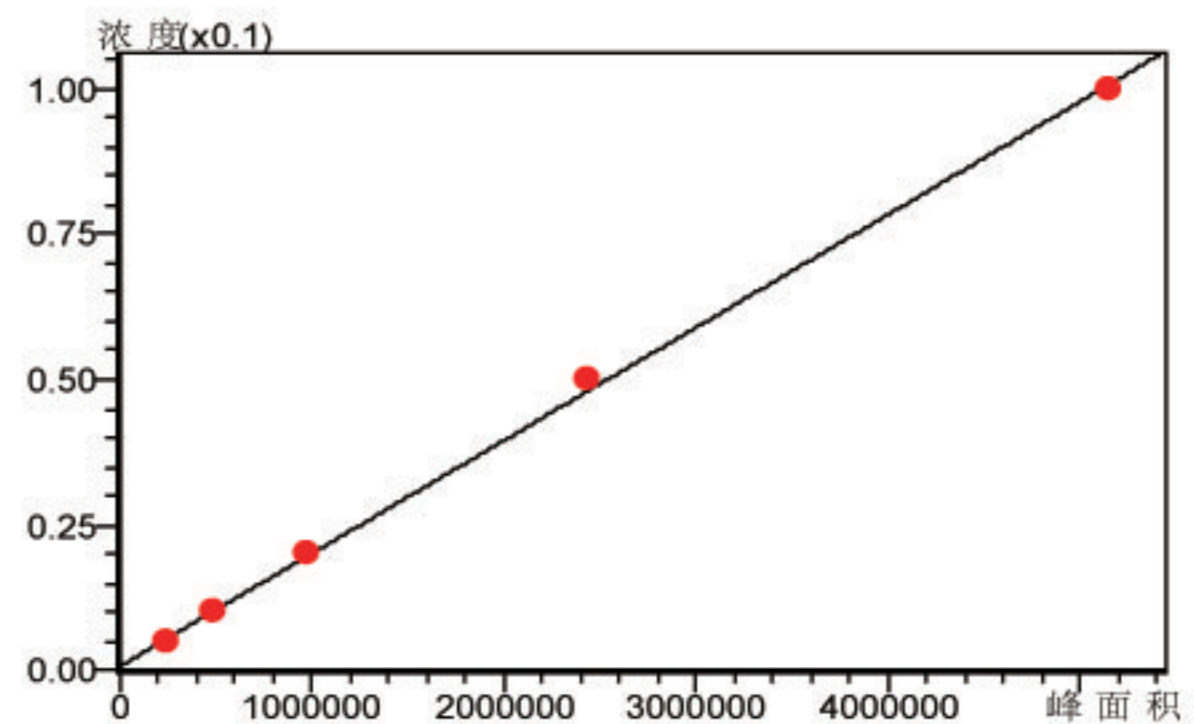


图十一：杀扑磷标准曲线

$$Y = aX + b$$

$$R^2 = 0.9991060$$

$$R = 0.9995529$$



图十二：乙硫磷标准曲线

$$Y = aX + b$$

$$R^2 = 0.9991997$$

$$R = 0.9995997$$

结论

使用GC-2010 Plus气相色谱仪，FPD检测器，测定2010年版《中国药典》中12种有机磷农药残留，仪器检出限为5ng/ml，线性关系良好，使用Rtx-1701色谱柱，12种有机磷农药分离良好，完全可以满足新药典的要求。作为目前世界上灵敏度最高的FPD检测器，除了拥有最高的灵敏度，还拥有很高的稳定性。