

GC-2010 Plus应对2010年版 《中国药典》有机氯农残检测

No.GC-020

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》中新增的有机氯农药残留项目，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 (ECD)

进样口：260℃

升温程序：60℃ (1min) -30℃/min-180℃ (0min)
-10℃/min-280℃ (10min)

进样方式：不分流

载气：氮气

色谱柱：Rxi-5ms 30m × 0.25mm × 0.25um

载气流速：30cm/s

检测器：320℃

进样量：1ul

结果与讨论

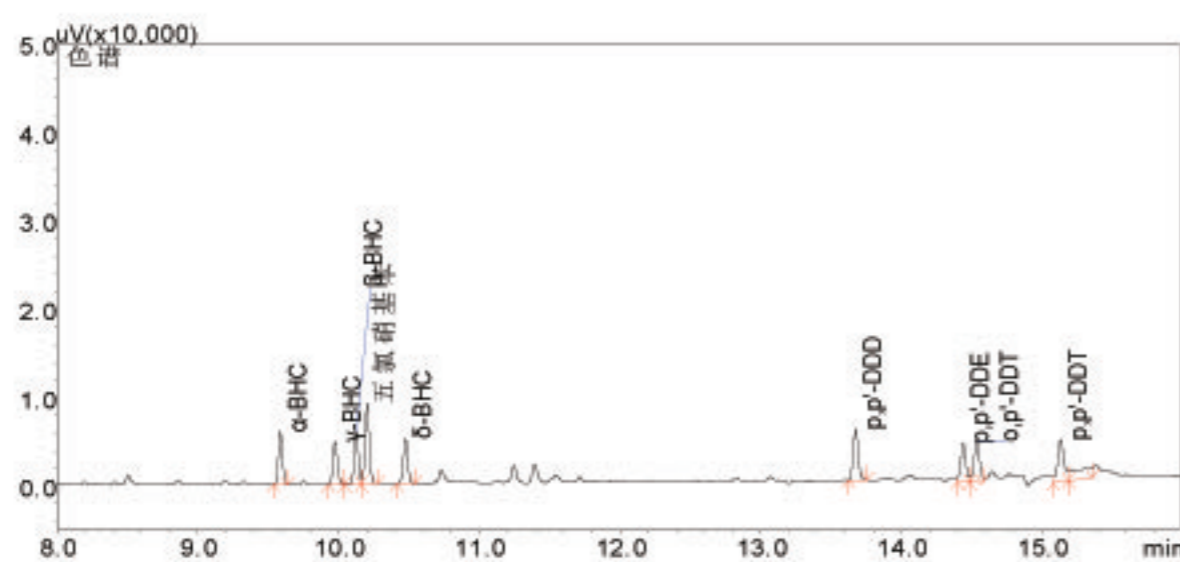


图1 9种有机氯农药1ng/ml

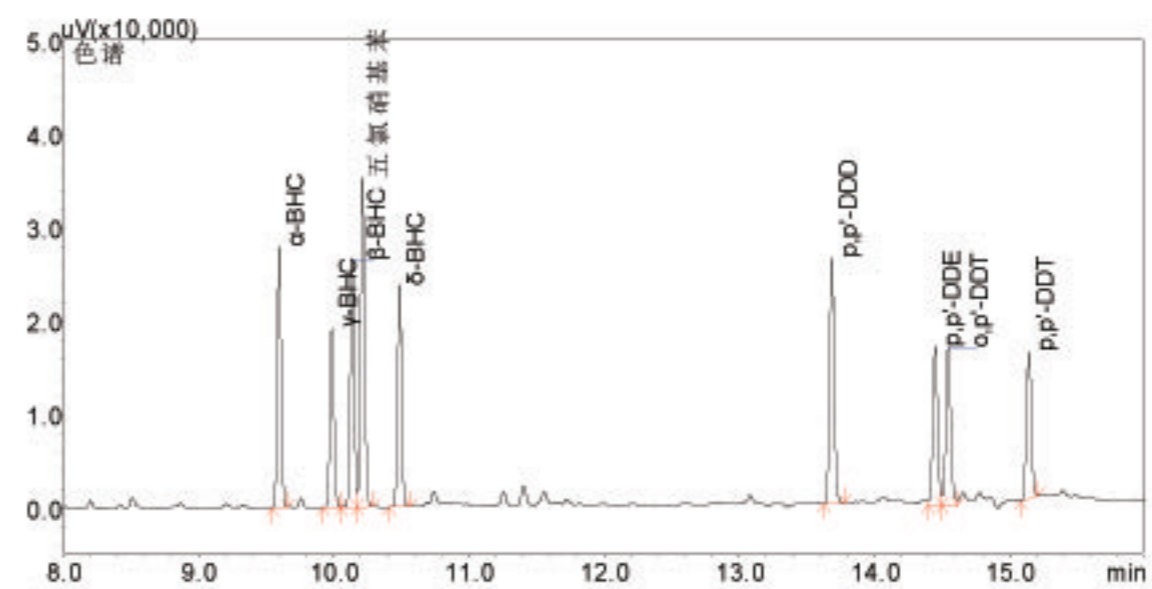


图2 9种有机氯农药5ng/ml

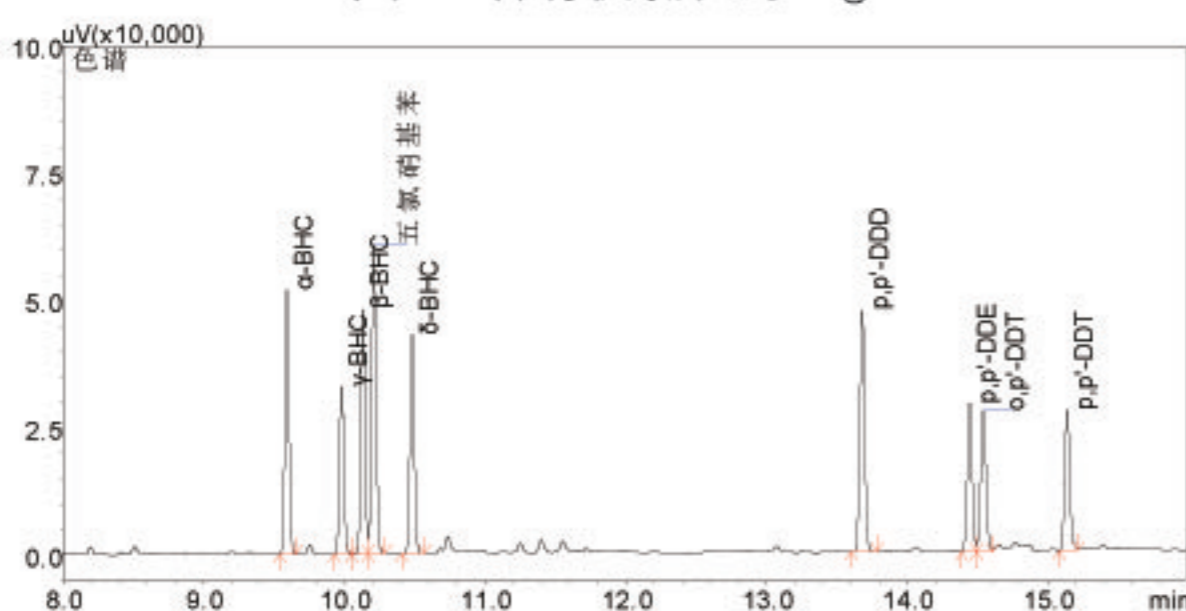
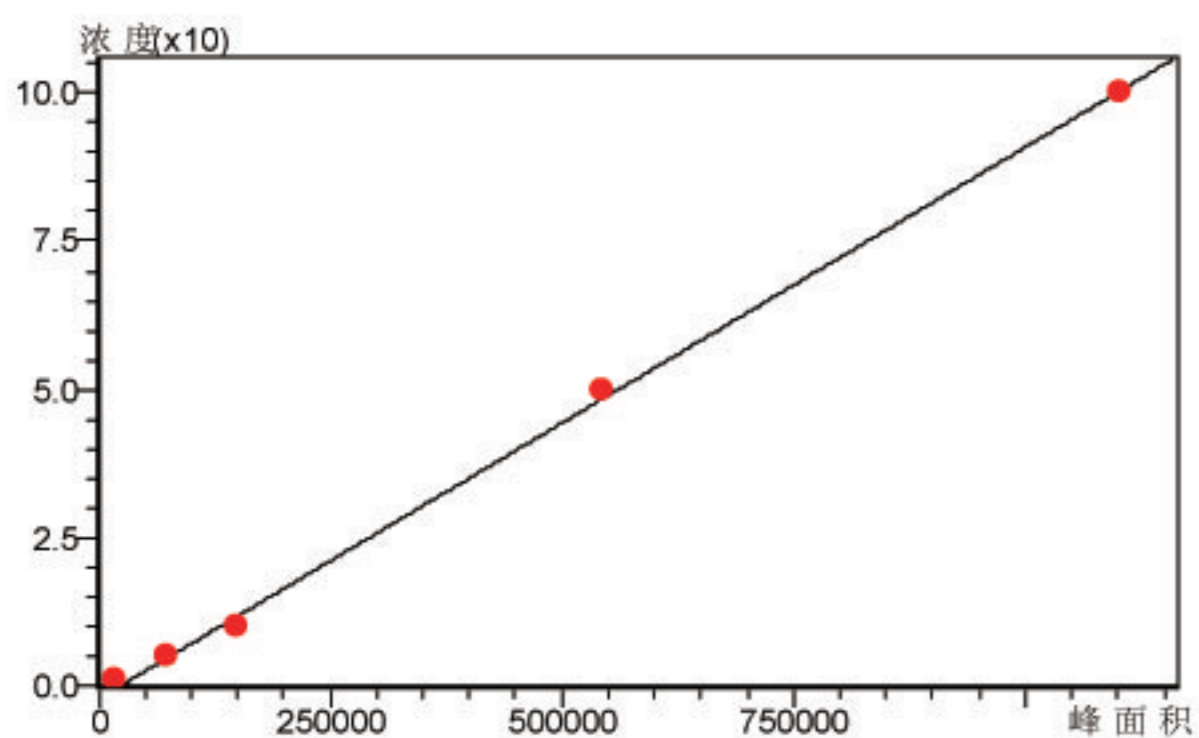


图3 9种有机氯农药10ng/ml

标准曲线: (1.0,5.0,10.0,50.0,100.0) ng/ml

图一: α -BHC标准曲线

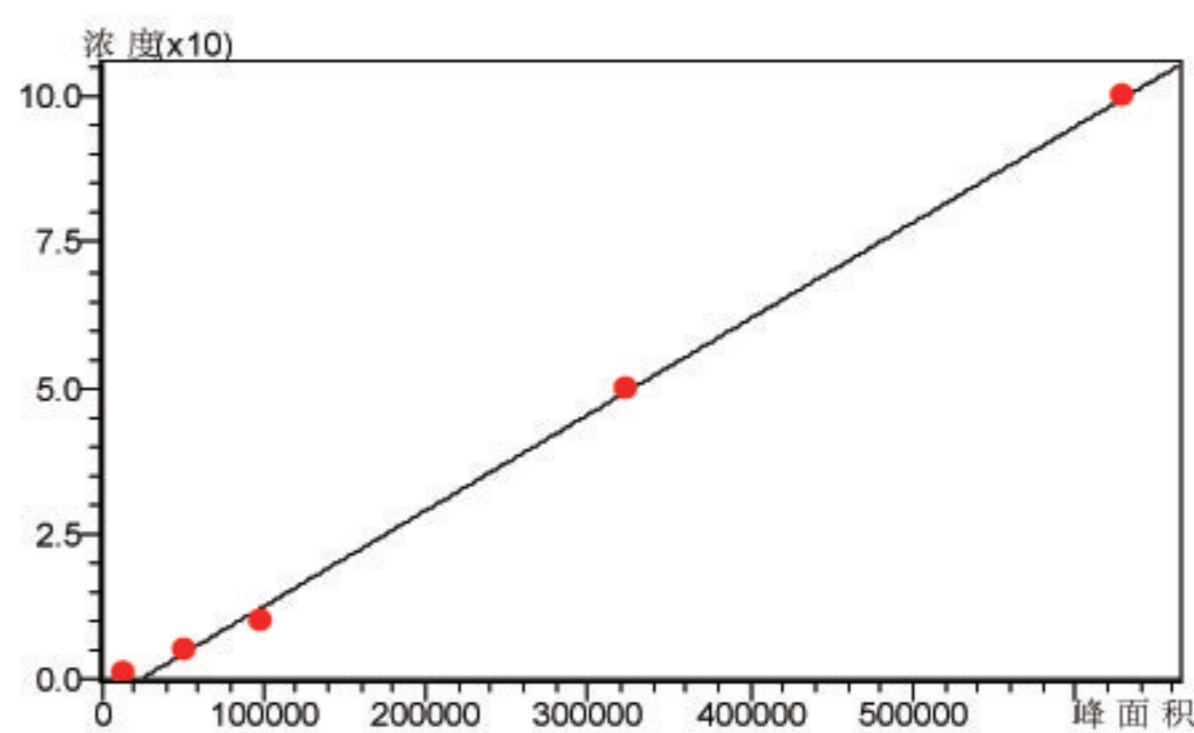
$$Y = aX + b$$

$$a = 9.283897e-005$$

$$b = -1.846499$$

$$R^2 = 0.9988447$$

$$R = 0.9994222$$

图二: γ -BHC标准曲线

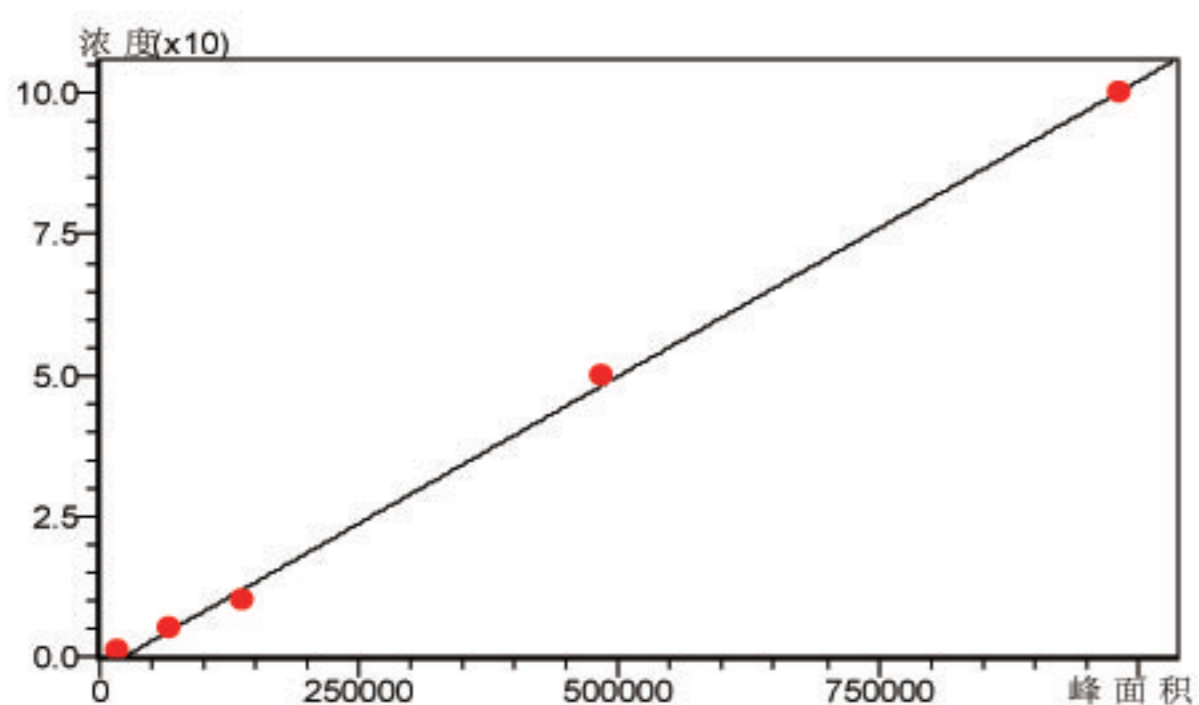
$$Y = aX + b$$

$$a = 1.642744e-004$$

$$b = -3.542382$$

$$R^2 = 0.9982316$$

$$R = 0.9991154$$

图二: γ -BHC标准曲线

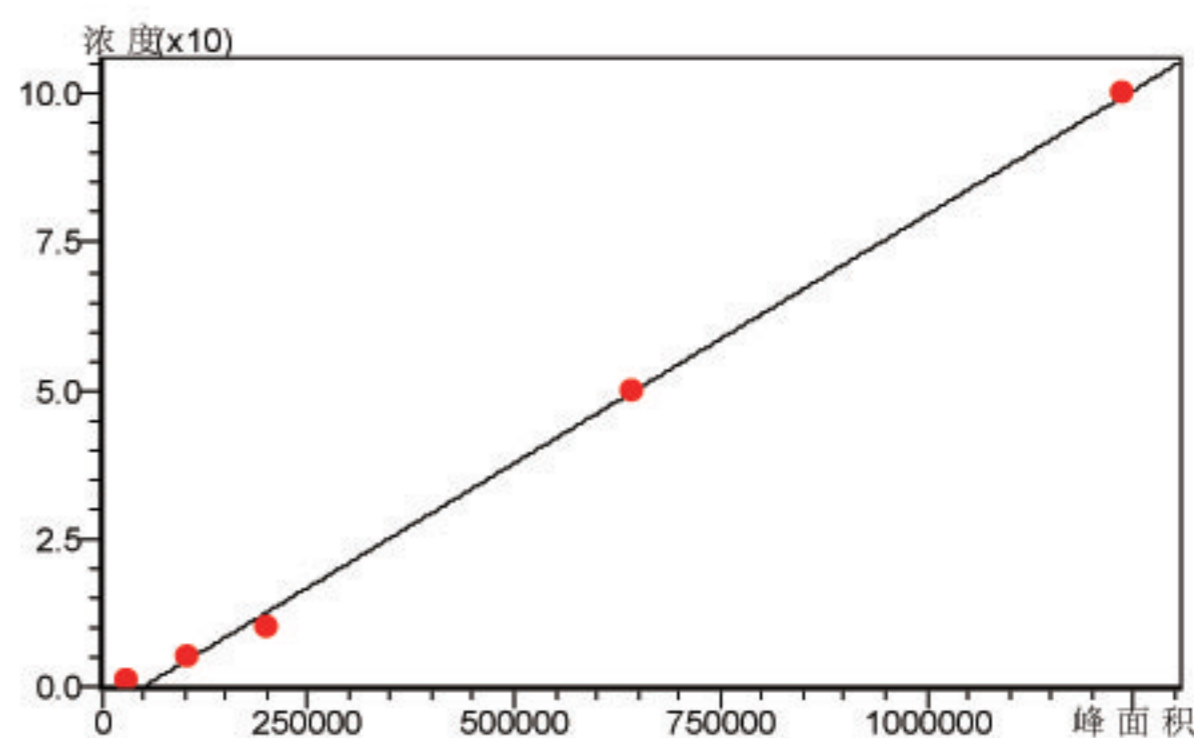
$$Y = aX + b$$

$$a = 1.642744e-004$$

$$b = -3.542382$$

$$R^2 = 0.9982316$$

$$R = 0.9991154$$



图四: 五氯硝基苯标准曲线

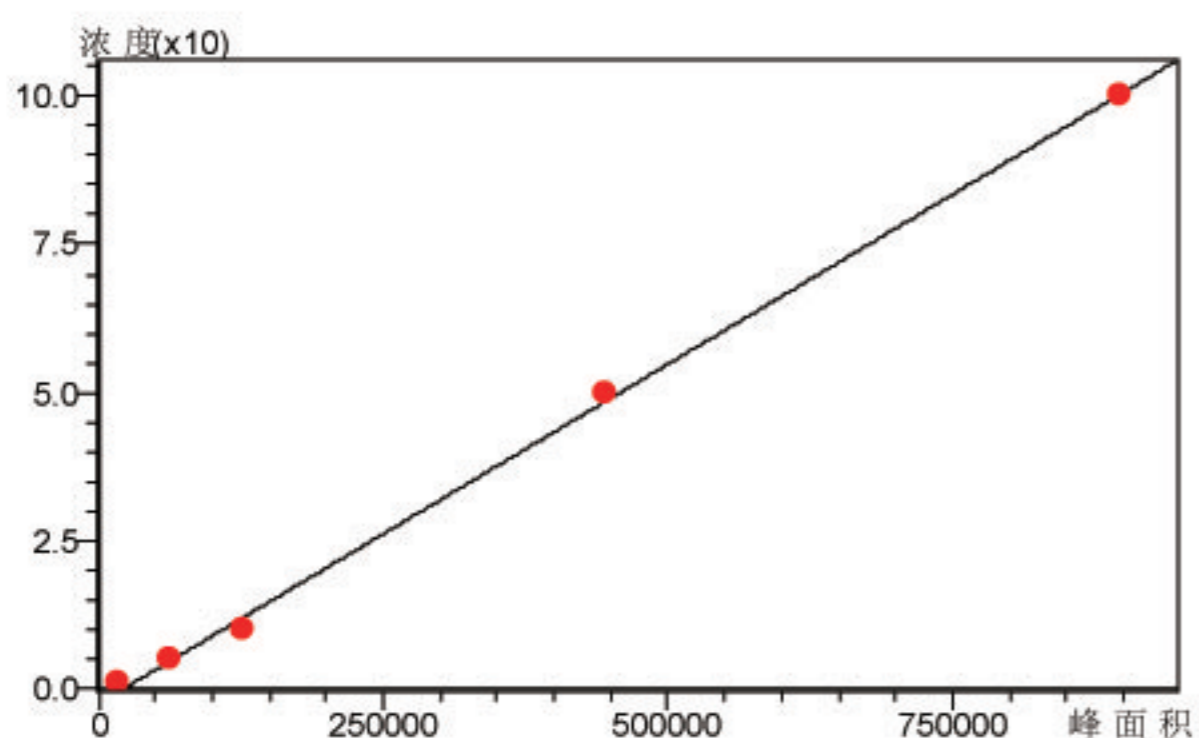
$$Y = aX + b$$

$$a = 8.365407e-005$$

$$b = -3.863811$$

$$R^2 = 0.9980027$$

$$R = 0.9990008$$

图五: δ -BHC标准曲线

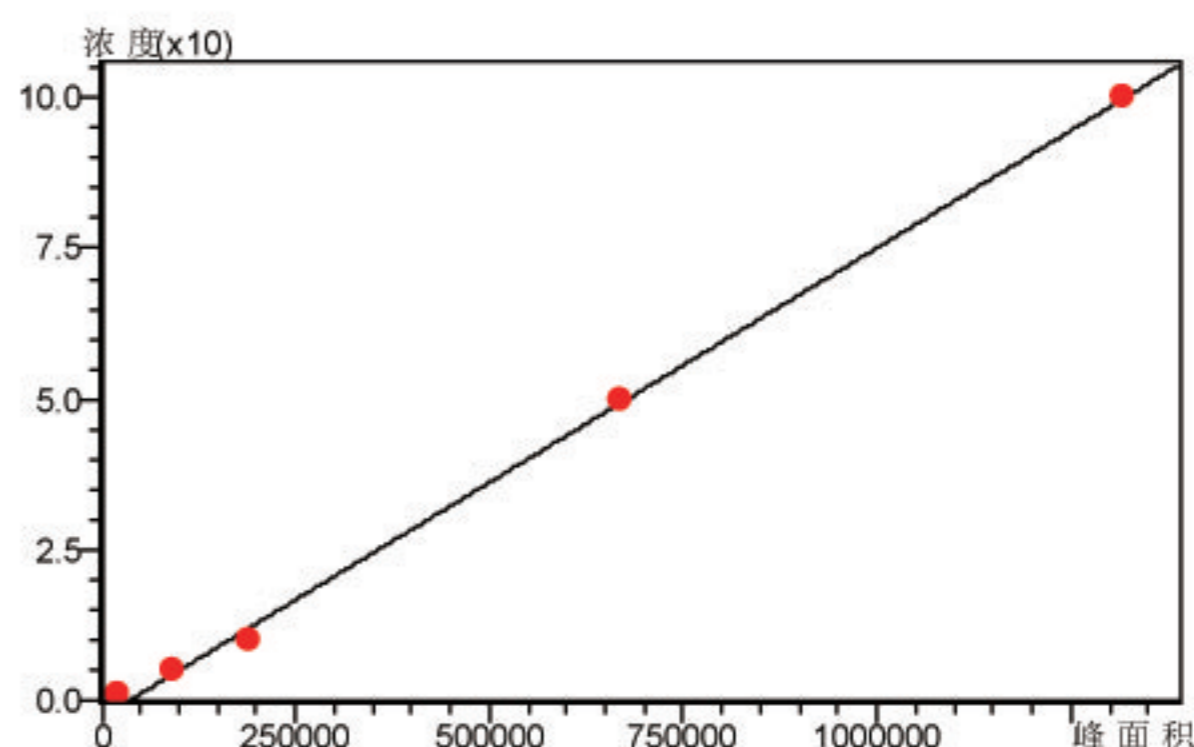
$$Y = aX + b$$

$$a = 1.142535e-004$$

$$b = -2.176685$$

$$R^2 = 0.9988137$$

$$R = 0.9994067$$



图六: p,p'-DDD标准曲线

$$Y = aX + b$$

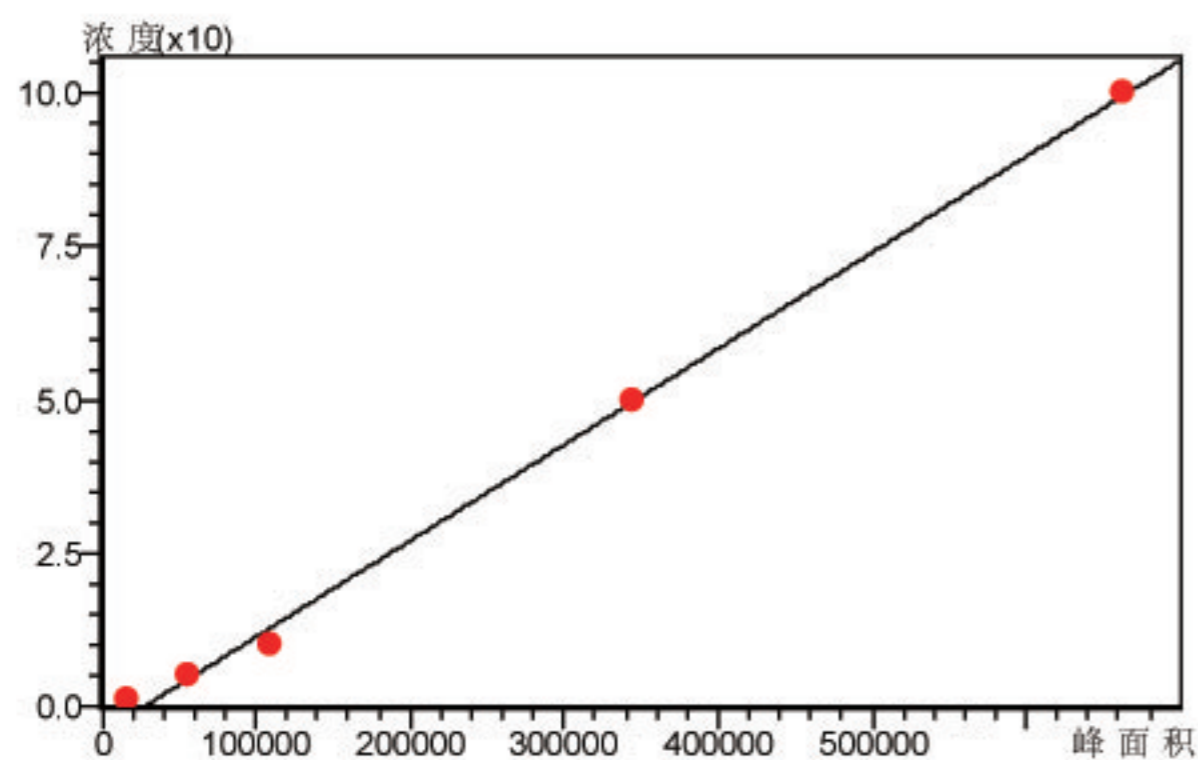
$$a = 7.76545e-005$$

$$b = -2.426344$$

$$R^2 = 0.9987959$$

$$R = 0.9993978$$

<http://shimadzu.com.cn>



图七: p,p'-DDE标准曲线

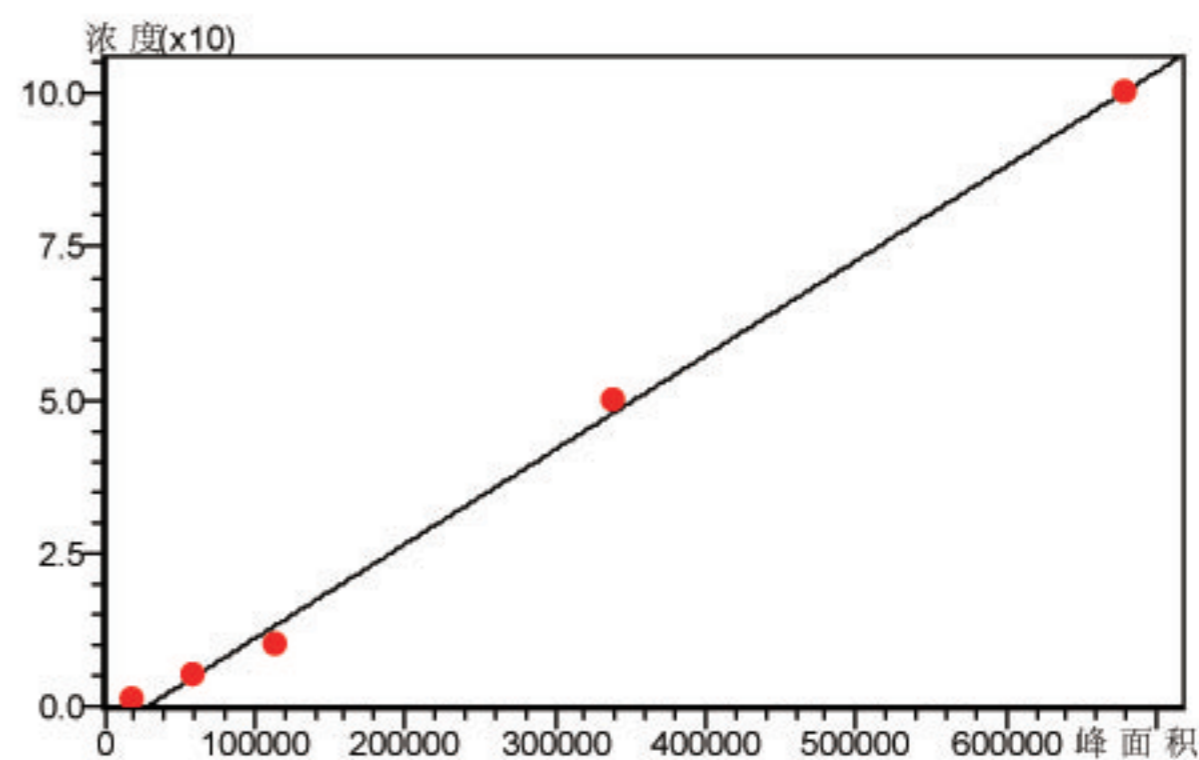
$$Y = aX + b$$

$$a = 1.564195e-004$$

$$b = -3.996215$$

$$R^2 = 0.9978559$$

$$R = 0.9989274$$



图八: o,p'-DDT标准曲线

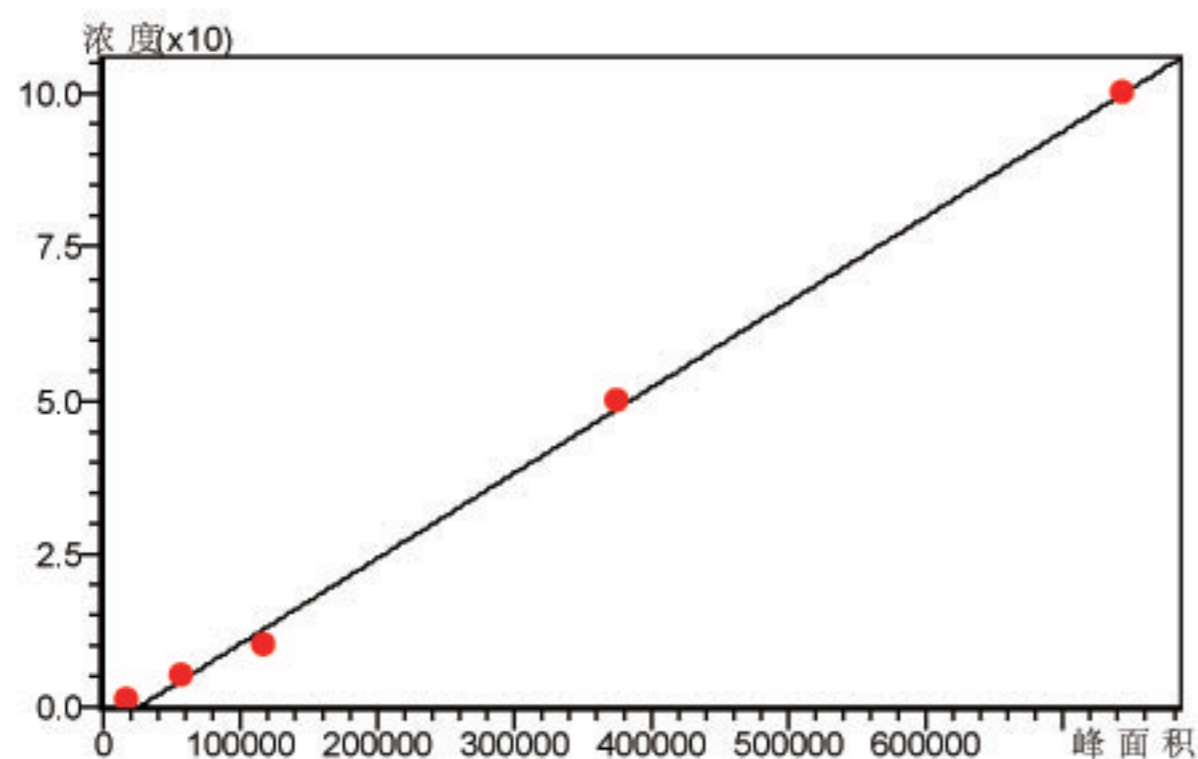
$$Y = aX + b$$

$$a = 1.538055e-004$$

$$b = -4.027274$$

$$R^2 = 0.9971125$$

$$R = 0.9985552$$



图九: p,p'-DDT标准曲线

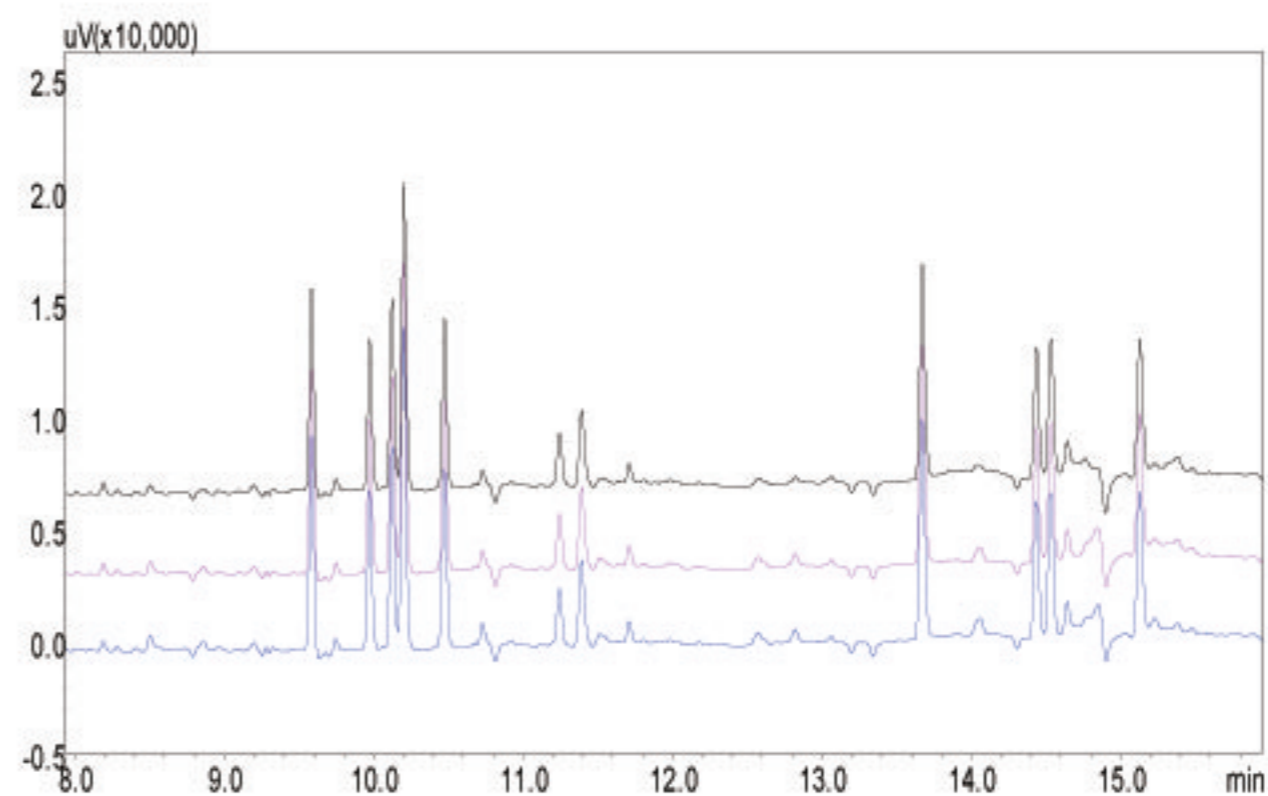
$$Y = aX + b$$

$$a = 1.393412e-004$$

$$b = -3.440438$$

$$R^2 = 0.9980127$$

$$R = 0.9990058$$



图十: 1ng/ml重现性对比

结论

使用GC-2010 Plus气相色谱仪, ECD检测器, 测定2010年版《中国药典》中9种有机氯农药残留, 仪器检出限为1ng/ml, 线性相关系数良好, 使用Rxi-5ms色谱柱, 9种有机氯农药分离良好, 完全可以满足新药典的要求。在分析过程中不仅有很高的灵敏度, 而且有很好的重现性, 适于在常规检测使用。