

气相色谱法测定人参中有机氯农药残留

GC-162

摘要：本文利用岛津公司的 Nexis GC-2030 气相色谱仪，建立了一种人参中有机氯农药残留的方法。8 种有机氯混合标准品在 1~100 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内线性关系良好，相关系数均达到 0.997 以上。最低浓度点混合标准品连续进样 6 次，各组分峰面积 RSD 均小于 2.82%。该方法能够有效的测定人参中 8 种有机氯农药残留。

关键词：气相色谱仪 人参 有机氯农药残留

人参是五加科植物人参属多年生草本植物，是一种比较名贵的中药，具有补气的作用。人参在种植过程中可能会受到环境的污染或人为使用农药，从而使产品中含有相应的农药残留。有机氯是经常会残留的农药，除 2020 版《中国药典》四部通则 0212 中规定的 33 种禁用农药外，“人参”项下规定了“其他有机氯类农药残留量”，五氯硝基苯不得过 0.1 mg/kg，六氯苯不得过 0.1 mg/kg，七氯（七氯、环氧七氯之和）

不得过 0.05 mg/kg，氯丹（顺式氯丹、反式氯丹、氧化氯丹之和）不得过 0.1 mg/kg。其中，环氧七氯有顺式和反式两种构型，因此一共是 8 种有机氯农药。

本文参照 2020 年版《中国药典》中“人参”项下“其他有机氯农药残留量”的规定，建立了人参中 8 种有机氯的测定方法。该方法采用气相色谱法（ECD 检测器）检测，具有良好的重复性和灵敏度，适合该品种中 8 种有机氯农药残留量的监控。

■ 实验部分

1.1 仪器

Nexis GC-2030 气相色谱仪

1.2 分析条件

GC 条件：

色谱柱：SH-Rtx-1701 (30 m \times 0.32 mm \times 0.25 μm)

柱温程序：60 $^{\circ}\text{C}$ (0.3 min) _ 60 $^{\circ}\text{C}$ /min _ 170 $^{\circ}\text{C}$ _ 10 $^{\circ}\text{C}$ /min _ 220 $^{\circ}\text{C}$ (10 min) _ 1 $^{\circ}\text{C}$ /min _ 240 $^{\circ}\text{C}$ _ 15 $^{\circ}\text{C}$ /min _ 280 $^{\circ}\text{C}$ (5 min)

流速控制方式：恒线速度方式

线速：17.9 cm/s

进样方式：不分流进样

进样时间：1 min

进样口温度：230 $^{\circ}\text{C}$

检测器：ECD

检测器温度：300 $^{\circ}\text{C}$

检测器电流：1.5 nA

ECD 尾吹气类型：N₂

尾吹气流量：15 mL/min

■ 样品前处理

样品前处理步骤见图 1 所示。

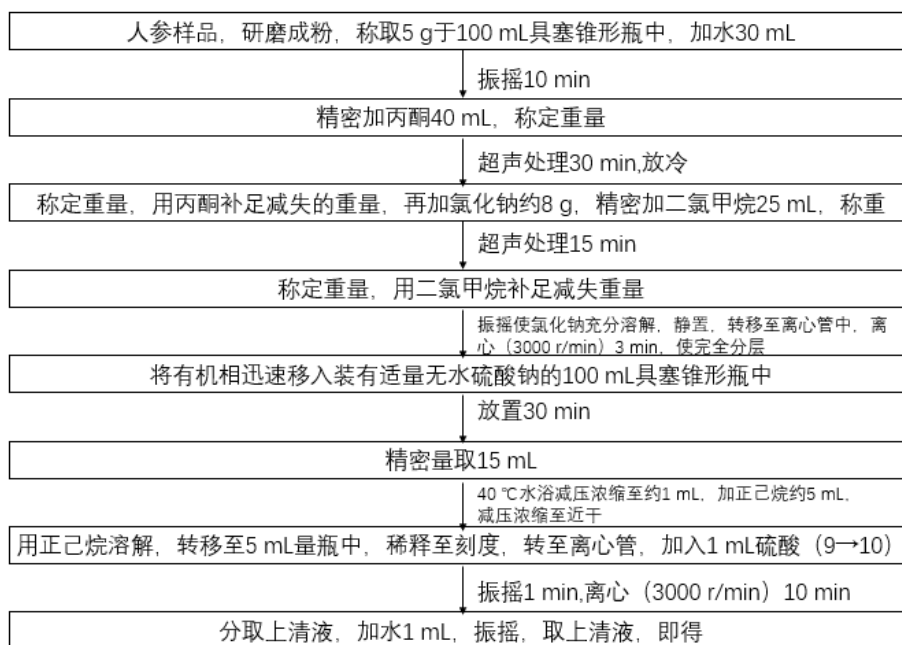


图 1 样品前处理步骤

■ 结果与讨论

3.1 标准溶液谱图

以正己烷为溶剂，配制浓度为 10 μg/L 的 8 种有机氯农药混合标准溶剂（对应人参中农残量为 0.05 mg/kg），色谱图见图 2，相关化合物信息见表 1。

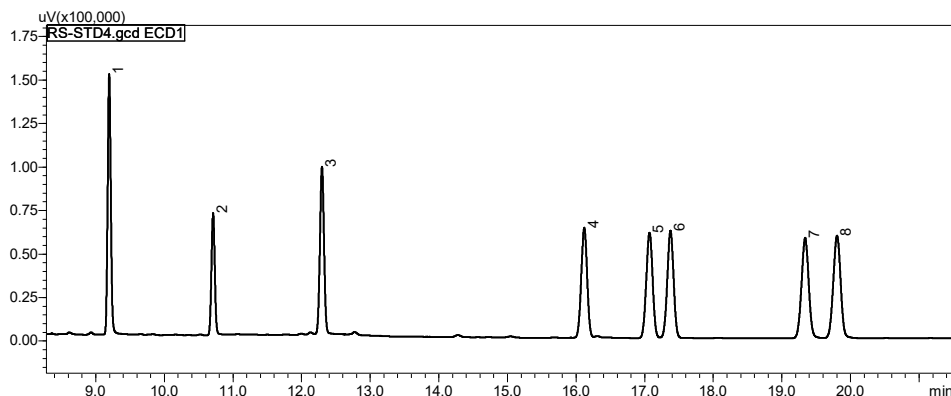


图 2 8 种有机氯农药色谱图

表 1 有机氯农药化合物信息

No.	中文名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	六氯苯	hexachlorobenzene	118-74-1	9.203
2	五氯硝基苯	quintozene	82-68-8	10.717
3	七氯	Heptachlor	76-44-8	12.304
4	氧化氯丹	oxychlordan	27304-13-8	16.127
5	顺式环氧七氯	heptachlor-2,3-exo-epoxide	1024-57-3	17.078
6	反式环氧七氯	heptachlor endo-epoxide	28044-83-9	17.383
7	反式氯丹	trans-chlordane(γ)	5103-74-2	19.346
8	顺式氯丹	cis-chlordane(α)	5103-71-9	19.811

3.2 标准曲线和检出限

精密量取 8 种有机氯农药混合标准溶液适量，用正己烷为溶剂配制 1.0、2.0、5.0、10、20、50 和 100 $\mu\text{g/L}$ 的系列标准溶液，上机分析。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标绘制标准曲线，如图 3 所示。根据浓度为 1 $\mu\text{g/L}$ 标液数据，以 3 倍信噪比 (RMS) 计算 8 种有机氯农药检出限，各化合物检出限以及线性相关系数如表 2 所示。

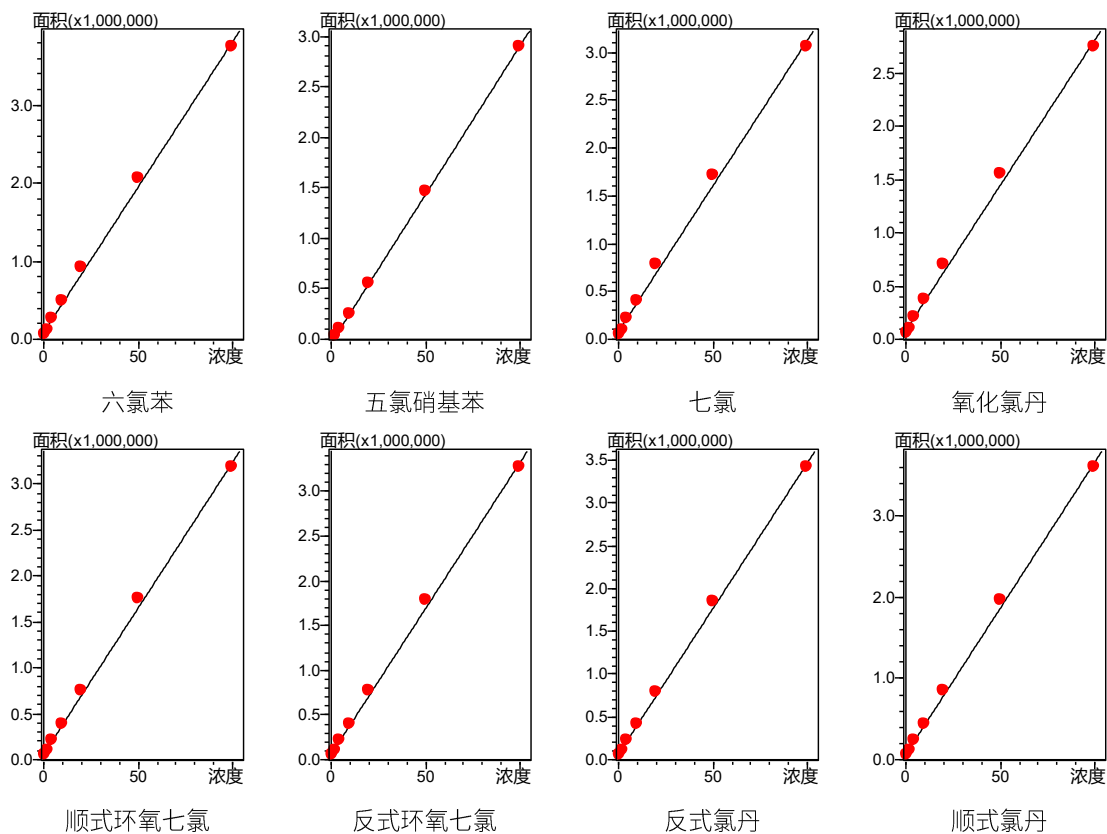


图 3 8 种有机氯农药标准曲线

表 2 各组分相关系数及检出限

No.	组分名称	相关系数 (R)	检出限 ($\mu\text{g/L}$)
1	六氯苯	0.9987	0.1
2	五氯硝基苯	0.9999	0.1
3	七氯	0.9979	0.1
4	氧化氯丹	0.9978	0.2
5	顺式环氧七氯	0.9989	0.2
6	反式环氧七氯	0.9990	0.2
7	反式氯丹	0.9992	0.2
8	顺式氯丹	0.9990	0.2

3.3 重复性实验

取 $1\mu\text{g/L}$ 标准溶液, 重复进样 6 次, 考察仪器重复性, 测定结果见表 3。

表 3 8 种有机氯农药标样面积重复性结果

No.	组分名称	峰面积 1	峰面积 2	峰面积 3	峰面积 4	峰面积 5	峰面积 6	RSD%
1	六氯苯	64793	65753	66945	67111	68967	68985	2.51
2	五氯硝基苯	14313	14498	14836	15023	15182	14958	2.24
3	七氯	51875	52127	52877	53134	55315	54602	2.57
4	氧化氯丹	51882	51849	52484	53135	55204	53743	2.42
5	顺式环氧七氯	52255	52431	53344	53794	56117	55114	2.82
6	反式环氧七氯	51986	51990	53135	53553	55639	54832	2.78
7	反式氯丹	58537	60072	57111	57612	59675	58837	1.95
8	顺式氯丹	58102	57686	59187	59447	61802	60661	2.60

3.4 加标回收率

取人参空白样进行加标实验, 加入一定量的标准品 (如表 4 所示), 同样方法制备 3 个平行样, 连续进样, 考察加标回收率和 RSD, 测定结果见表 4。

表 4 加标回收率结果

No.	组分名称	加标量 mg/kg	结果 1 mg/kg	结果 2 mg/kg	结果 3 mg/kg	平均回收 率 %	RSD%
1	六氯苯	0.05	0.047	0.046	0.048	93.28	2.42
2	五氯硝基苯	0.1	0.093	0.093	0.095	93.67	1.42
3	七氯	0.05	0.044	0.043	0.045	87.64	1.37
4	氧化氯丹	0.05	0.046	0.045	0.047	92.15	1.90
5	顺式环氧七氯	0.05	0.047	0.047	0.048	94.34	2.09
6	反式环氧七氯	0.05	0.047	0.046	0.048	94.14	2.49
7	反式氯丹	0.05	0.046	0.046	0.047	92.83	1.68
8	顺式氯丹	0.05	0.047	0.046	0.048	94.35	2.30

3.5 人参样品测试

取人参样品按图 1 步骤进行前处理，GC 上机分析。样品谱图如图 4 所示，实际样品测试结果显示，该样品中不含待测的 8 种有机氯农残。

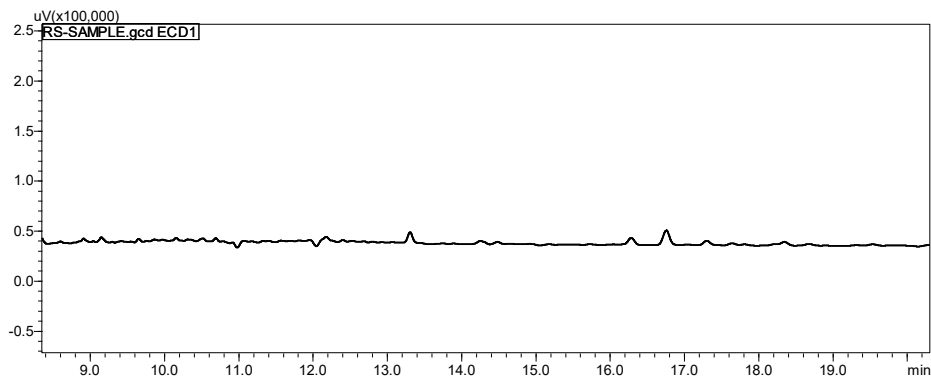


图 4 人参样品中 8 种有机氯检测结果图

■ 结论

本方法采用岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪检测中药人参中 8 种有机氯农药残留量。8 个组分在 1 - 100 $\mu\text{g}/\text{L}$ 浓度范围内标准曲线线性良好，相关系数均在 0.997 以上。1 $\mu\text{g}/\text{L}$ 浓度标准溶液连续进 6 次平行样，峰面积 RSD 均小于 2.82%，重复性良好。在 0.05~0.1mg/kg 添加浓度下，8 个组分的回收率均在 80~100% 之间，回收率结果良好。采用该方法对市售人参检测，8 种农药均未检出。该方法能够用于测定人参中 8 种有机氯残留含量的测定。

岛津应用云

