



# 人参、西洋参、红参药材中 有机氯农药残留的测定

《中国药典》

## 前言

有机氯农药主要用于防治植物病、虫害，具有生产成本低廉、在动植物及环境中长期残留等特性，是最常见的环境污染物之一。

今年9月份，国家药典委发布针对人参、西洋参和红参等等品种中农药残留的标准进行修订，删除了原有标准中六六六、滴滴涕和艾氏剂的检测项目，仅保留五氯硝基苯、六氯苯、七氯、氯丹几种。所以针对该修订内容，使用SCION456GC进行相关实验。

## Abstract

本文介绍了使用配备ECD检测器的SCION-456GC气相色谱仪测定人参、西洋参和红参中8种有机氯农残的方法，该方法快速、准确、重现性好。仪器运行稳定、灵敏度高，符合国家药典修订后的检测要求。

Author :

赵健；姜菲菲

天美仪拓实验室设备（上海）有限公司 色谱市场部

实验条件

使用配备了CP8400自动进样器、分流/不分流进样口、ECD电子捕获检测器的SCION 456气相色谱仪进行实验

试剂和样品

标准品：8种有机氯农残标样（六氯苯、五氯硝基苯、七氯、内环氧七氯A、外环氧七氯B、顺式氯丹、反式氯丹、氧化氯丹）

标准溶液配制：在容量瓶内预先加入一定量正己烷溶剂，分别量取适量的标准品溶液，并用正己烷溶剂定容混匀。标准溶液浓度分别为1.0ng/mL、2.0ng/mL、5.0ng/mL、10.0ng/mL、20.00ng/mL、50.00ng/mL、100ng/mL。

表1. 8种待测有机氯化合物

#	化合物	CAS号
1	五氯硝基苯	82-86-8
2	六氯苯	118-74-1
3	七氯	76-44-8
4	内环氧七氯A	28044-83-9
5	外环氧七氯B	1024-57-3
6	顺式氯丹	5103-71-9
7	反式氯丹	5103-74-2
8	氧化氯丹	27304-13-8

气相色谱条件

色谱柱	SCION -1701 (30m*0.25mm*0.25μm) 部件号 SC30323
进样口温度	250 °C
载气	N <sub>2</sub>
载气流速	1.0 mL/min
分流比	分流/不分流(0.75min)
升温程序	初始60 °C，保持0.3min； 以60°C/min的速率升至170 °C； 以10°C/min的速率升至220 °C，保持10min； 以1°C/min的速率升至240 °C； 以15°C/min的速率升至280 °C，保持5min；
检测器温度	300 °C
补偿气流量	25 mL/min

样品前处理

参照药典方法：取人参、西洋参和红参样品，粉碎成细粉（过二号筛）后，按照图1所示流程进行处理。

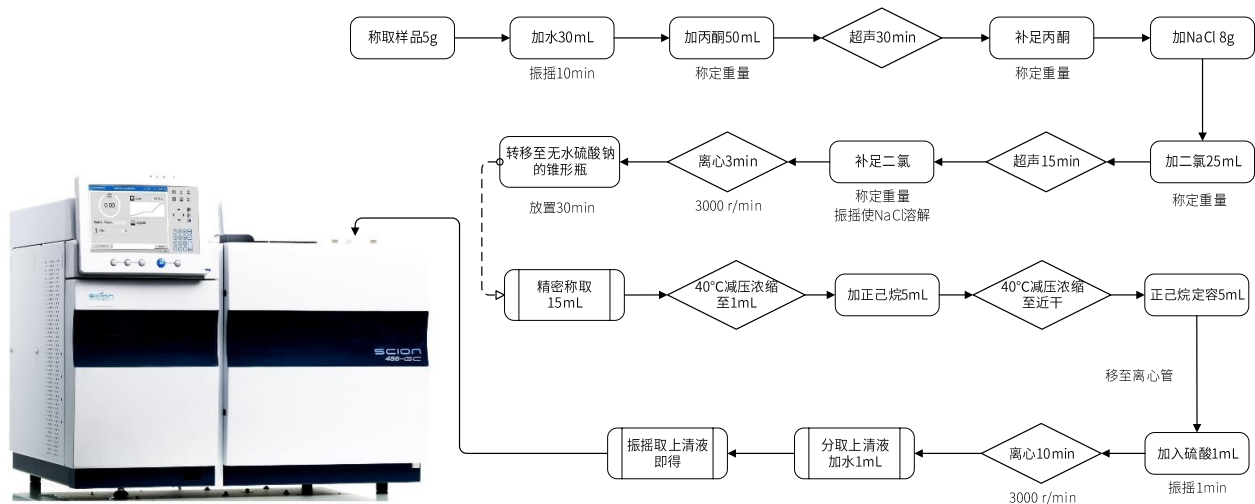


图1. 前处理方法流程图

## 实验结果

### 系统适用性测试

使用上述的仪器条件，进样量1 $\mu$ L，分析六氯苯、五氯硝基苯、七氯等八种有机氯农药。所得到的谱图如图2(1ng/mL)和图3(100ng/mL)所示，可以看出各化合物峰型良好，其中五氯硝基苯的理论塔板数为262605，远大于 $10^5$ ；外环氧七氯B(峰5)和内环氧七氯A(峰6)的分离度为1.52，反式-氯丹(峰7)和顺式-氯丹(峰8)的分离度为1.77，分离度均大于1.5。完全满足药典要求。

### 检出限和定量限测定

逐级稀释标液，以确定方法的定量限和检出限，结果如表3所示。

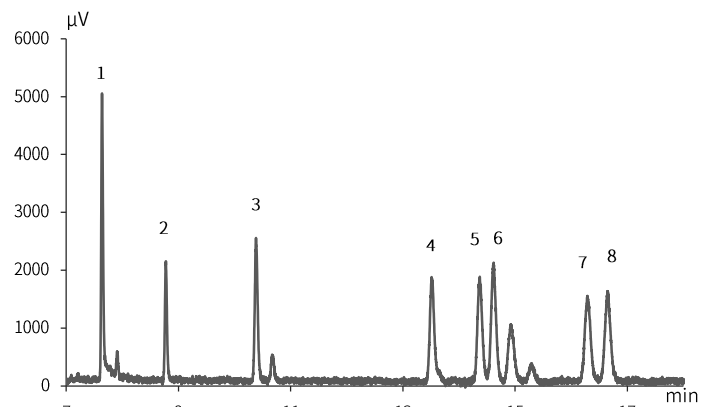


图2. 1ng/mL浓度下8种有机氯农药的色谱图

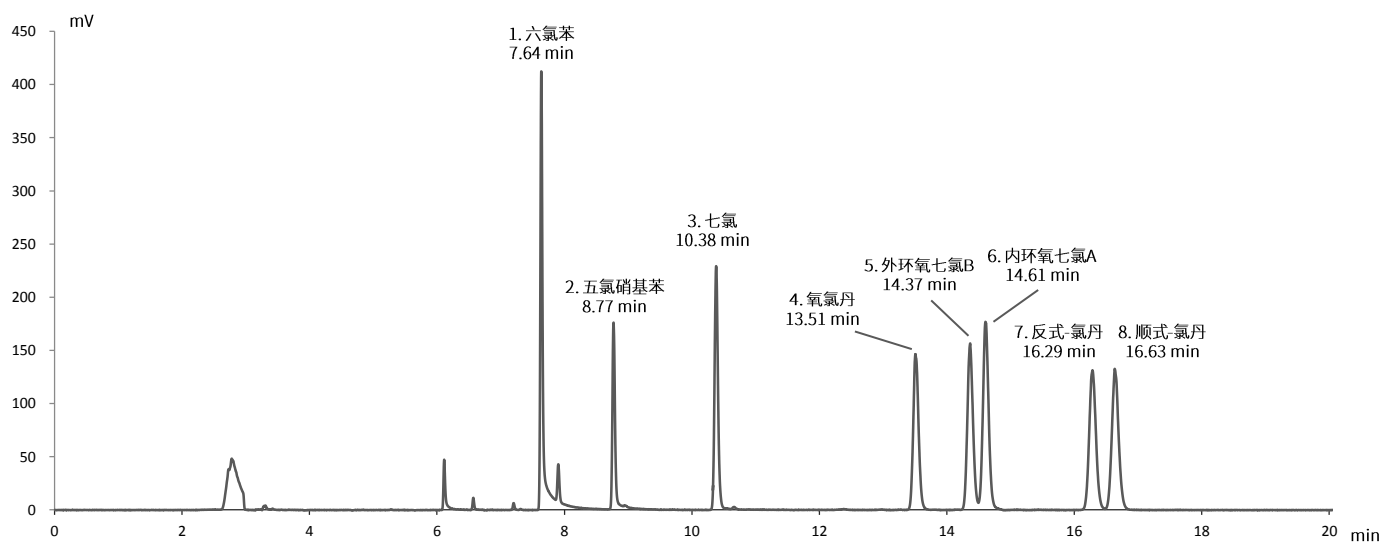


图3. 100ng/mL浓度下8种有机氯农药的色谱图

表2. 色谱系统适用性测试

峰	保留时间	化合物	理论塔板数	分离度
1	7.64	六氯苯	277971	-
2	8.77	五氯硝基苯	262605	13.11
3	10.38	七氯	182464	19.42
4	13.51	氧化氯丹	132030	22.54
5	14.37	外环氧七氯B	127822	5.55
6	14.61	内环氧七氯A	130857	1.52
7	16.29	反式氯丹	113262	9.46
8	16.63	顺式氯丹	127453	1.77

表3. 检出限定量限结果

	六氯苯	五氯硝基苯	七氯	氧化氯丹	外环氧七氯B	内环氧七氯A	反式氯丹	顺式氯丹
检出限(ng/mL)	0.105	0.254	0.207	0.288	0.284	0.263	0.349	0.333
定量限(ng/mL)	0.314	0.761	0.620	0.864	0.851	0.790	1.048	0.999

## 线性与精密度测试

使用外标法进行校准定量，依次从低浓度到高浓度进行测定，以峰面积做外标工作曲线。同时选取低中高三个浓度级别，重复进样6针，计算RSD值。结果如图4和表4所示，可以看出响应值和浓度呈良好的线性关系且重复性良好（RSD值均小于5%），所得到的相关系数均在0.999以上。

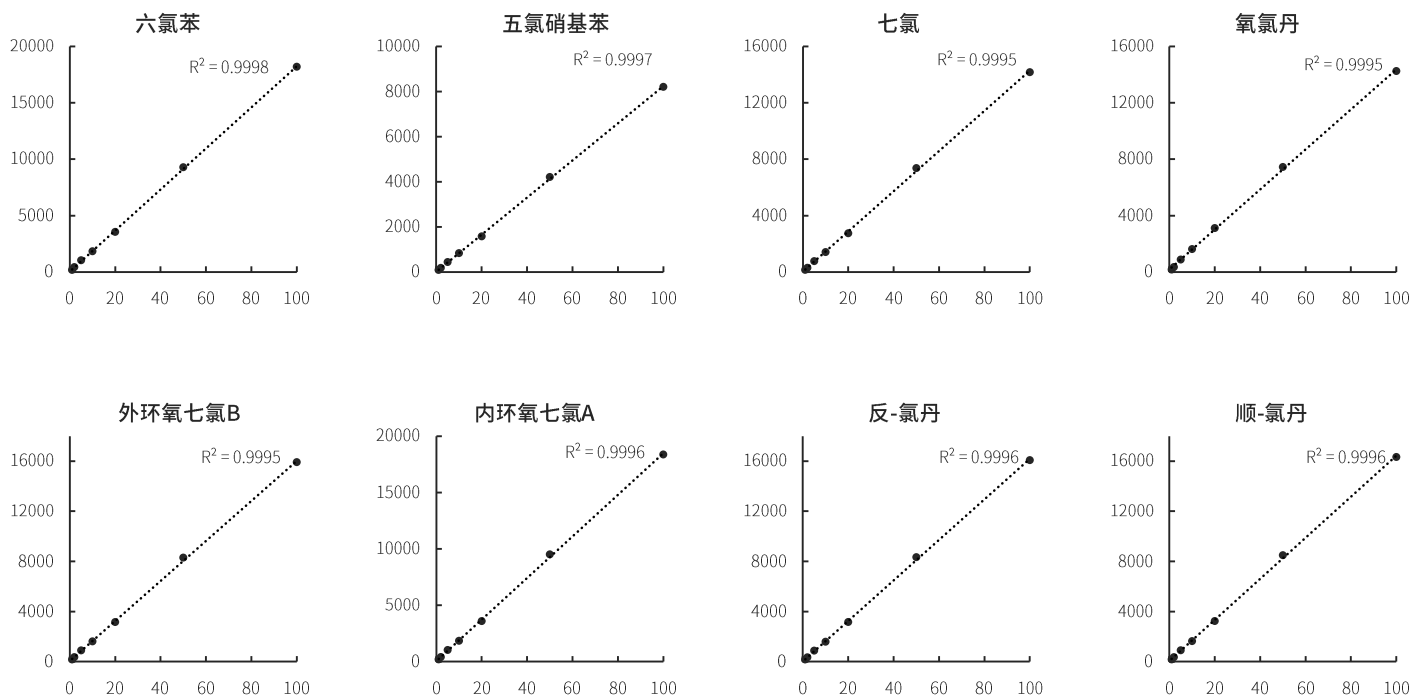


图4. 各化合物的标准曲线图

表4. 线性与重复性结果(n=6)

峰	保留时间	化合物	RSD_1ppb(%)	RSD_10ppb(%)	RSD_100ppb(%)	相关系数 $r^2$
1	7.64	六氯苯	3.05	0.55	1.28	0.9998
2	8.77	五氯硝基苯	3.60	0.93	1.62	0.9997
3	10.38	七氯	4.98	0.62	1.35	0.9995
4	13.51	氧化氯丹	3.72	0.52	1.08	0.9995
5	14.37	外环氧七氯B	4.09	0.40	1.04	0.9996
6	14.61	内环氧七氯A	4.15	0.49	1.09	0.9996
7	16.29	反式氯丹	3.95	0.40	1.02	0.9996
8	16.63	顺式氯丹	4.27	0.39	1.00	0.9996

## 样品及回收率测试

采用药典提供的前处理方法，分别处理人参、西洋参和红参三个样品。每个样品重复两份，同时制备加标样品，添加水平为20ng。所得到的样品谱图和结果如表5和表6所示，回收率范围为70.88%~112.00%。

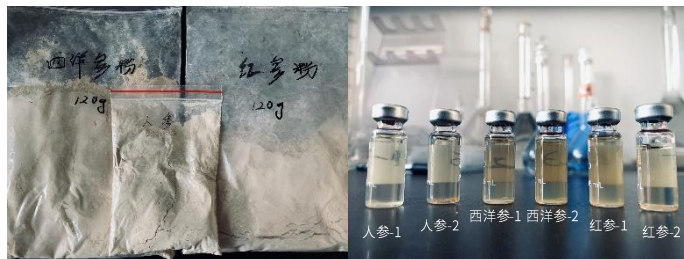


表5. 样品测定结果

化合物	含量(ng/g)		
	人参	西洋参	红参
六氯苯	1.79	7.47	3.43
五氯硝基苯	3.85	93.31	73.49
七氯	0.70	1.42	1.57
氧化氯丹	-	-	-
外环氧七氯B	-	-	-
内环氧七氯A	-	1.15	-
反式氯丹	0.44	0.62	-
顺式氯丹	-	2.08	-

表6. 加标回收率结果

化合物	加标回收率(%)
六氯苯	70.88
五氯硝基苯	112.00
七氯	77.22
氧化氯丹	73.06
外环氧七氯B	91.66
内环氧七氯A	76.13
反式氯丹	85.53
顺式氯丹	100.63

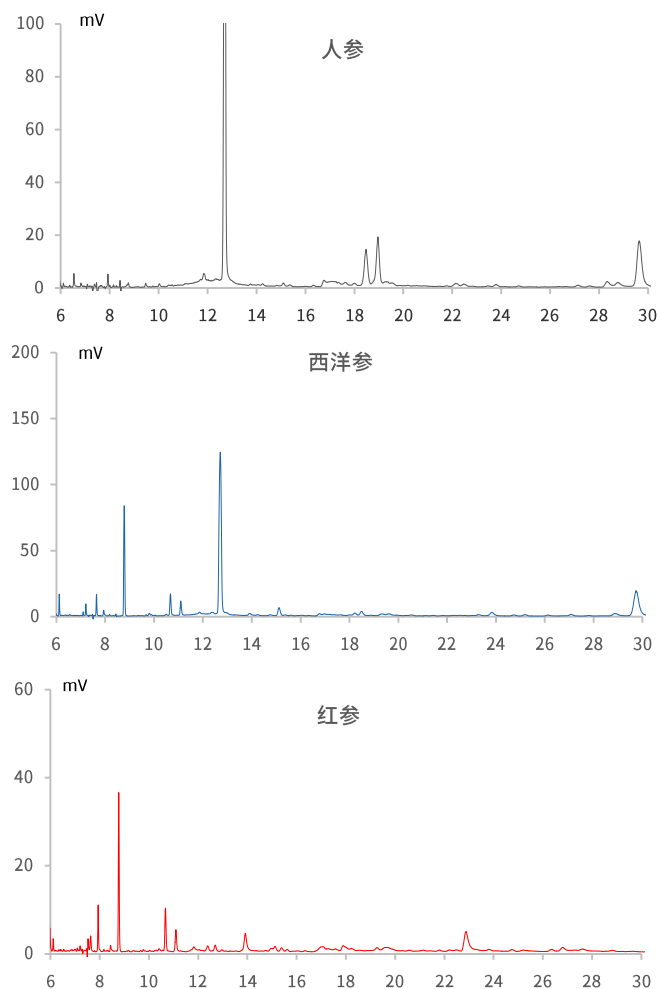


图5. 人参、西洋参和红参的色谱图

## 实验结论

本应用根据药典步骤，结合配备ECD检测器的SCION-456GC气相色谱仪，对人参、西洋参和红参中8种有机氯农残进行检测，该方法灵敏度高、重复性好，符合药典要求可供参考。

## 参考文献

- [1] 国家药典委员会. 人参药典标准草案公示稿. 2019.
- [2] 国家药典委员会. 西洋参药典标准草案公示稿. 2019.
- [3] 国家药典委员会. 红参药典标准草案公示稿. 2019.



#### 天美集团总部

香港九龙葵涌青山道552-566号美达中心6楼

t 00852-27519488

e techcomp@techcomp.com.hk

#### 天美仪拓实验室设备(上海)有限公司

上海市松江新桥民益路201号16幢(201612)

t 021-67687200

e TIL\_CH@techcomp.cn

#### 上海分公司

上海市徐汇区桂平路333号5号楼6楼(200233)

t 021-64870138

e TIL\_CH@techcomp.cn

#### 北京分公司

北京市朝阳区红军营南路天畅园7号楼1、3层(100107)

t 010-64010651

e TIL\_CH@techcomp.cn

#### 广州分公司

广州市天河区体育西路109号高盛大厦16C(510620)

t 020-38899384

e TIL\_CH@techcomp.cn

**400-810-7898**

**www.techcomp.cn**

**www.techcomp.com.hk**



天美集团官方网站



天美集团官方微信