

气相色谱法测定人参中有机氯农药的残留

1.前言:

人参是我国独特的名贵药材,但是由于人参里的农药残留会对人体健康带来危害,所以人参中的农残的测定就显得尤为重要。本文采用气相色谱仪(电子捕获检测器)对人参中的有机氯农药的残留量来进行测定,具有分析时间短,灵敏度高,结果准确的特点。

2.仪器与实验条件:

2.1 仪器:

气相色谱仪: GC-14C(岛津公司) ECD 检测器
N-2000 工作站

2.2 样品处理:

(1) 取样品约 10 克,精确称定,置索氏提取器中,用丙酮:石油醚(2:3)作为提取液,提取 15 个小时。

(2) 将提取液倒入分液漏斗中,加入 2% 的硫酸钠水溶液,振摇后,静置分层后,弃去水层。

(3) 在提取液中加入 100mL 浓硫酸,振摇并不断排气,静置分层后弃去硫酸层。按此步骤纯化 2 次,使硫酸层无色。

(4) 用 2% 硫酸钠水溶液洗去有机相中残余的硫酸,洗涤 2 次,至中性。

(5) 用 10 克无水硫酸钠脱水,并将其收集在鸡心瓶中,旋转蒸发至干,用石油醚定容至 10mL。

2.3 色谱条件:

进样量: 2 μ L 进样方式:分流(分流比: 5:1)

进样口温度: 250 $^{\circ}$ C

色谱柱: RTX-5, 30m \times 0.25mm \times 0.25 μ m

程序升温: 120 $^{\circ}$ C (0min) \longrightarrow 180 $^{\circ}$ C (0min) \longrightarrow

20 $^{\circ}$ C

4 $^{\circ}$ C

220 $^{\circ}$ C (1min) \longrightarrow 250 $^{\circ}$ C (10min)

10 $^{\circ}$ C

载气: N₂,

柱头压力: 98kpa(恒压)

检测器: ECD

温度: 280 $^{\circ}$ C

尾吹气流量: 30mL(N₂)

3.结果和讨论:

3.1 结果:

分析结果如图 1, 2 所示, 图 1 为国家标准规定的 9 种有机氯农药标样测试图, 图 2 为人参实际样品的测试图

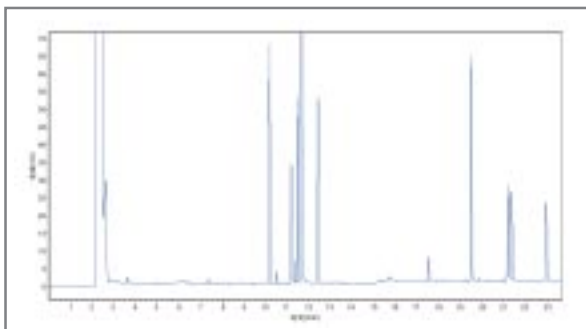


图 1

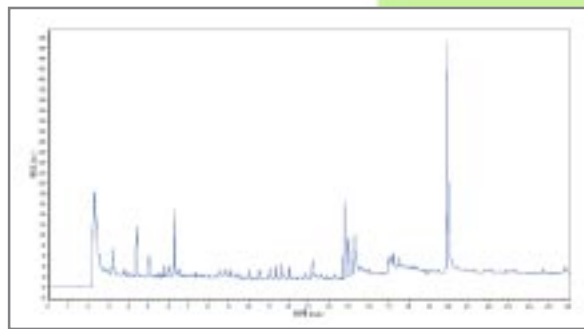


图 2

3.2 定性结果:

1. α - 六六六(α -BHC) 2. β - 六六六(β -BHC) 3. γ - 六六六(γ -BHC) 4. 五氯硝基苯(PCNB)
5. δ - 六六六(δ -BHC) 6. p, p'-DDE 7. p, p'-DDD 8. o, p'-DDT 9. p, p'-DDT

3.3 讨论:

样品经有机溶剂均质提取, 采用 RTX-5 石英毛细管柱程序升温分析, 并用电子捕获检测器 (ECD) 检测, 外标法定量。平均回收率为 81-110%, 完全可以应用于人参中的九种有机氯农药残留量检测。

结果讨论:

实验可以看出, 该方法的稳定性良好, 对实际样品进行检测也得到了很好的结果。