



中华人民共和国国家标准

GB/T 18627—2002

食品中八甲磷残留量的测定方法

Method for determination of schradan residues in food

2002-01-28 发布

2002-06-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准在制定过程中主要参考以下标准：

1. GB/T 5009.20—1996《食品中有机磷农药残留量的测定方法》；
2. GB/T 17331—1998《食品中有机磷和氨基甲酸酯类农药多种残留的测定》。

本标准由辽宁省质量技术监督局提出。

本标准由沈阳农业大学负责起草。

本标准主要起草人：周艳明、李亮亮、于基成、席联敏、王晓光、于维军、牛森。

食品中八甲磷残留量的测定方法

1 范围

本标准规定了用气相色谱法测定蔬菜、水果及粮食中八甲磷残留量的方法。
本标准适用于蔬菜、水果及粮食中八甲磷残留量的测定。

2 原理

样品中八甲磷经提取、萃取、净化后,用气相色谱仪及火焰光度检测器测定。含有机磷的样品在富氢火焰中燃烧,以 HPO 碎片的形式发射出波长为 526 nm 的特征光。该光经滤光片选择后经光电倍增管接收、转换成电信号,再经放大后记录下来,用于定量计算。

3 试剂

- 3.1 丙酮:分析纯,重蒸。
- 3.2 三氯甲烷:分析纯,重蒸。
- 3.3 无水硫酸钠:分析纯,600℃灼烧 4 h,密封于瓶中备用。
- 3.4 活性炭:层析用,用 3 mol/L 盐酸溶液浸泡过夜,抽滤后,水洗至中性,120℃烘干备用。
- 3.5 八甲磷标准品:纯度 $\geq 95\%$ 。
- 3.6 八甲磷标准溶液:准确称取八甲磷标准品,用丙酮配制成 0.1 mg/mL 的标准储备液。使用时用丙酮稀释,配制成标准使用液(1 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。

4 仪器

- 4.1 超声波清洗器。
- 4.2 旋转蒸发器。
- 4.3 组织捣碎机。
- 4.4 气相色谱仪:配火焰光度检测器(磷滤光片)。

5 分析步骤

5.1 试样制备

蔬菜、水果样品擦去表面泥水,取代表性食部切碎、混匀,加一定比例的水(以利匀浆),用组织捣碎机制成匀浆备用。

粮食样品磨粉、过 0.42 mm 筛备用。

5.2 提取

5.2.1 蔬菜、水果样品:称取相当于 10 g 样品的匀浆,精确至 0.001 g,置于三角瓶中,加入与样品含水量之和为 10 g 的水及 30 mL 丙酮,振荡提取 50 min。抽滤,取 20 mL 滤液于分液漏斗中。

5.2.2 粮食样品:称取 20 g 粮食粉于三角瓶中,加入 5 g 无水硫酸钠,充分混合,加入 50 mL 丙酮,振荡提取 50 min。过滤,取 25 mL 滤液于分液漏斗中。

5.3 净化

分液漏斗中加入 100 mL 2% 硫酸钠溶液,摇匀,依次用 30 mL、20 mL 三氯甲烷萃取,合并两次三氯

甲烷萃取液,加入约 10 g 无水硫酸钠及约 0.5 g 活性炭,充分搅拌混合并保持约 30 min(其间不时摇动),然后过滤至浓缩瓶中,减压浓缩至 1 mL。

5.4 测定

5.4.1 气相色谱参考条件

5.4.1.1 色谱柱:内径 3 cm,长 1.6 m 玻璃柱。

5.4.1.2 固定相:1.5%OV-17+2%QF-1/80~100 目,酸洗、碱洗、硅烷化白色担体。

5.4.1.3 气体流量

载气(N₂):纯度>99.999%,流量:50 mL/min,纯度>99.999%;

燃气(H₂):流量:70 mL/min,纯度>99.999%;

助燃气(空气):流量:100 mL/min。

5.4.1.4 温度:气化器:250 C;色谱柱:210 C;检测器:250 C。

5.4.1.5 检测器:火焰光度检测器,磷滤光片。

5.4.1.6 进样量:2 μL。

5.4.2 色谱分析

分别吸取标准样品溶液和待测样品溶液各 2 μL,分别注入色谱仪中,通过待测样品与标准样品的峰高比较,用外标法定量。

5.4.3 空白试验

除不加待测样品外,均按上述步骤进行。

6 结果

用色谱数据处理机或按式(1)计算样品中八甲磷的残留量:

$$X = \frac{h_x \times c \times V \times 2}{h_s \times W} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X——样品中八甲磷含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

h_s——标准样品溶液八甲磷峰高;

c——标准样品溶液八甲磷浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V——待测样品测量液体积,单位为毫升(mL);

2——换算系数,(样品提取液取用 1/2);

h_x——待测样品溶液八甲磷峰高;

W——待测样品称样量,单位为克(g)。

7 最低检出浓度和回收率

7.1 最低检出浓度

本方法最低检出浓度为 0.1 mg/kg。

7.2 回收率

本方法添加回收率为 89%~96%。

8 气相色谱参考图

八甲磷添加量为 0.1 mg/kg 的样品色谱图(*t_R*=3.343)见图 1。



图 1 八甲磷添加量为 0.1 mg/kg 的样品色谱图($t_R=3.343$)

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食品中八甲磷残留量的测定方法
GB/T 18627—2002

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

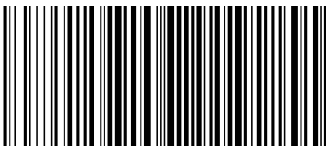
*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 8 千字
2002 年 4 月第一版 2002 年 4 月第一次印刷
印数 1—3 000

*

书号: 155066·1-18312 定价 8.00 元
网址 www.bzcs.com

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 18627-2002