

ICS 67.040
C 53



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