ICS 01.040.65
CCS B 04

T B

团 体 标 准

T/ NAIA×××-××××

葡萄酒中 5 种有机磷的测定
气相色谱法

× × × ×-× ×-× ×发布　　× × × ×-× ×-× ×实施

宁夏化学分析测试协会　　发 布

前　言

本文件按照 GB/T1.1-2020 《标准化工作导则第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》规定编写。

本文件由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：宁夏回族自治区食品检测研究院（国家市场监管重点实验室（枸杞和葡萄酒质量安全））、宁夏回族自治区标准化研究院、宁夏化学分析测试协会。

本文件主要起草人：张瑶、高琳、王紫昕、汤丽华、刘继辉、王鹏、吴明、吕毅、马桂娟张小飞、王香瑜、陈盼盼、王琛、王泽岚、郭阳、李强。

本文件为首次发布。

葡萄酒中 5 种有机磷的测定 气相色谱法

1 范围

本文件规定了葡萄酒中毒死蜱、甲基毒死蜱、甲拌磷、杀扑磷、亚胺硫磷的气相色谱法检测方法。

本文件适用于葡萄酒中毒死蜱、甲基毒死蜱、甲拌磷、杀扑磷、亚胺硫磷含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用本文件；不注日期的引用文件，其最新版本 (包括所有的修改单) 适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

样品经乙酸乙酯提取，离心分层后，取上清用气相色谱-火焰光度检测器（FPD）检测，外标法定量。

5 试剂与材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯。

5.1 试剂

5.1.1 乙酸乙酯：色谱纯。

5.2 标准品

毒死蜱（chlorpyrifos,CAS:2921-88-2, ）、甲基毒死蜱（chlorpyrifos-methyl,CAS:5598-13-0）、甲拌磷（phorate,CAS:298-02-2）、杀扑磷（Methidathion，950-37-8）、亚胺硫磷（Phosmet，732-11-6），纯度>98%。

5.3 标准溶液制备

5.3.1 标准储备液(1.0mg/mL)：分别称取适量毒死蜱、甲基毒死蜱、甲拌磷、杀扑磷、亚胺硫磷标准品，用乙酸乙酯（5.1.1）溶解定容至 10mL，溶液浓度为 1.0mg/mL,存放于 4C 冰箱。

5.3.2 标准工作液：根据需要，用乙酸乙酯（5.1.1）配制适当浓度的标准工作液，临用现配。

6 仪器和设备

6.1 气相色谱仪：配有火焰光度检测器 FPD(磷滤光片 525nm）。
6.2 分析天平：感量 0.0001g 和 0.01g。
6.3 涡旋混合器。
6.4 离心机：4000/min。

7 分析步骤

7.1 提取

将葡萄酒内气泡去除，取 10mL 于 50mL 离心管，加入 4mL 乙酸乙酯，涡旋 1min，4000r/min 离心 4min，取上清液供气相色谱分析。

7.2 测定

7.2.1 气相色谱参考条件

7.3.1 色谱柱：HP-5　30m×0.25mm×0.25μm 或性能相当者。
7.3.2 进样口温度(℃)：260
7.3.3 进样方式：不分流
7.3.4 流速(mL/min)：3.0
7.3.5 检测器温度(℃)：250
7.3.6 气相色谱升温条件见表 1

表 1：气相色谱程序升温条件

	速率（℃/min）	温度（℃）	保持时间（min）
（初始温度）	———	60	1
阶升(1)	30	140	0
阶升(2)	10	250	0
阶升(3)	20	280	5

7.2.2 色谱测定与确证

根据样品中被测有机磷农药的含量，选定峰面积相近的标准工作溶液。标准工作溶液和样液中各种有机磷的响应值均应在仪器的线性范围内。标准工作溶液和样液等体积穿插进样测定。在上述色谱条件下。标准品的色谱图参见附录 A。

7.3 平行试验

按以上步骤对同一试样进行平行测定。

7.4 空白试验

除不称取试样外，均按上述步骤进行。

8 结果计算和表述

$$X = \frac{C \times V}{m} \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots(1)$$

式中：

X——试样中各有机磷类农药的残留含量，单位为毫克每千克，mg/kg；

C——标准工作液中有机磷农药的浓度，单位为微克每毫升，g/mL；

V——样液最终定容体积，单位为毫升，mL；

m——最终样液所代表的试样量，单位为克，g。

注：计算结果须扣除空白值，测定结果用平行测定的算术平均值表示，保留两位有效数字。

9 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

10 定量限

本方法中毒死蜱、甲基毒死蜱、甲拌磷、杀扑磷、亚胺硫磷的定量限为 0.01/kg。

附录 A

（资料性附录）

5 种有机磷标准品的色谱图

毒死蜱、甲基毒死蜱、甲拌磷、杀扑磷、亚胺硫磷的色谱图见图 A。

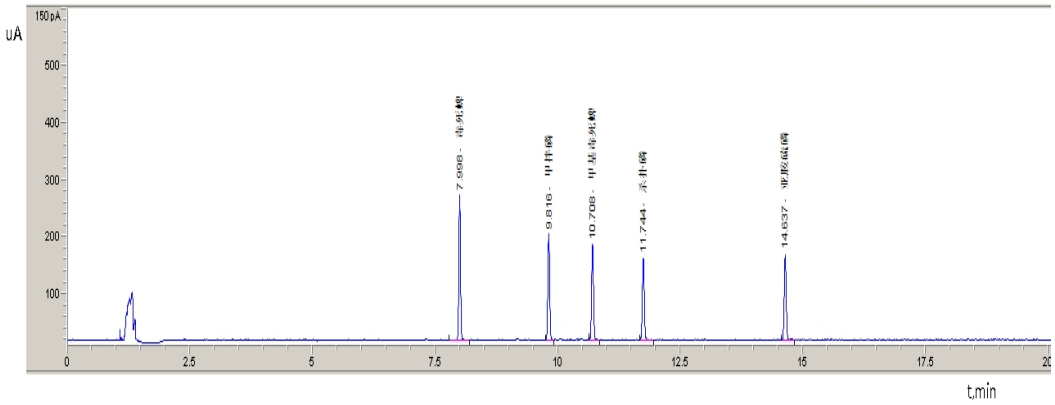

图 A　毒死蜱、甲基毒死蜱、甲拌磷、杀扑磷、亚胺硫磷的色谱图