

ICS 67.050
B20

团体标准

T/ NAIA XXX—2025

动物源性食品中敌百虫、敌敌畏、毒死 蜱、马拉硫磷、蝇毒磷残留量的测定气 相色谱法

Determination of chlorpyrifos, dichlorvos, chlorpyrifos, malathion, and fenthion
residues in animal-derived foods by GC

2025-XX-XX 发布

2025-XX-XX 实施

宁夏化学分析测试协会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020 《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（国家市场监督管理总局重点实验室（枸杞及葡萄酒质量安全））、宁夏回族自治区标准化研究院、宁夏职业技术大学、宁夏化学分析测试协会。

本文件主要起草人：张瑶、刘继辉、王泽岚、汤丽华、张茹、牛国飞、王香瑜、许俊婷、严茹、张赫宇、张小飞。

本文件于 2025 年 XX 月 XX 日首次发布。

动物源性食品中敌百虫、敌敌畏、毒死蜱、马拉硫磷、蝇毒磷 残留量的测定气相色谱法

1 范围

本文件规定了动物源性食品中敌百虫、敌敌畏、毒死蜱、马拉硫磷、蝇毒磷残留量的测定气相色谱法。

本文件适用于动物源性食品中敌百虫、敌敌畏、毒死蜱、马拉硫磷、蝇毒磷残留量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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实验方法》

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

样品中的敌百虫、敌敌畏、毒死蜱、马拉硫磷、蝇毒磷采用有机试剂提取，用气相色谱火焰光度检测器（FPD）检测，采用保留时间定性，外标法定量。

5 试剂和材料

本方法所用的试剂，除另有规定外，均为色谱纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 乙腈：色谱纯。

5.1.2 丙酮：优级纯。

5.1.3 正己烷：优级纯。

5.1.4 氯化钠（NaCl）：分析纯。

5.2 标准品

敌百虫、敌敌畏、毒死蜱、马拉硫磷、蝇毒磷标准品名称、化学分子式、CAS 号和纯度见附表 A。

5.3 标准溶液配制

5.3.1 标准储备液（10.0μg/mL）：分别准确移取质量浓度为100.0μg/mL的敌百虫、敌敌畏、毒死蜱、马拉硫磷、蝇毒磷标准物质各1.0mL，用丙酮（5.1.2）溶解并定容至10.0mL容量瓶中，得到10.0μg/mL标准储备液，于4℃避光保存，保存期限为3个月。

5.3.2 混合标准工作溶液：分别准确吸取不同体积标准储备液，用丙酮配制成敌敌畏、敌百虫浓度为0.01μg/mL、0.02μg/mL、0.05μg/mL、0.10μg/mL、0.20μg/mL、0.50μg/mL；毒死蜱、马拉硫磷、蝇毒浓度为0.05μg/mL、0.10μg/mL、0.20μg/mL、0.50μg/mL、1.0μg/mL、2.0μg/mL的混合标准工作溶液（临用现配）。

6 仪器和设备

6.1 气相色谱仪（GC）：配火焰光度检测器（FPD）。

6.2 天平：感量 0.00001g 和 0.01g。

6.3 涡旋混合器。

6.4 高速冷冻离心机：转速 5000r/min。

6.5 旋蒸仪：可控温。

6.6 高速匀浆机。

7 分析步骤

7.1 试样制备

样品混合均匀，取有代表性试样，密封保存。

7.2 试液的提取与净化

7.2.1 试液的提取

称取样品 5.0g（精确至 0.1g）于 50mL 聚四氟乙烯离心管中，加入 15mL 乙腈和 5mL 正己烷，匀浆振荡提取 15min，加入 5g 氯化钠，涡旋混匀 30s，以 5000r/min 转速离心 5min，使乙腈相与水相完全分层，得到上清液。再加入 15mL 乙腈重复提取一次，合并两次提取液于锥形瓶中，40℃旋蒸至近干，加入 2.0mL 丙酮复溶，供气相色谱仪上机测定。

7.3 仪器参考条件

a) 色谱柱：14%氰丙基-苯基-甲基聚硅氧烷毛细管柱，30m×0.53mm×1 μm，或性能相当。

b) 进样口温度：220℃。

c) 进样量：1μL，不分流进样。

d) 载气流速：1mL/min。

e) 检测器温度：250℃。

f) 程序升温：初始柱温 50℃，保持 1min；以 25℃/min 升温至 100℃，保持 0min；以 5℃/min 升温至 210℃，保持 0min；以 2℃/min 升温至 270℃，保持 8min。

7.4 标准曲线的制作

将标准系列工作液分别注入气相色谱仪中，测定相应的杀虫剂残留量，以标准工作液的浓度为横坐标，以响应值（峰面积）为纵坐标，绘制标准曲线，敌百虫、敌敌畏、毒死蜱、马拉硫磷、蝇毒磷的标准溶液气相色谱图见附录。

7.5 试样溶液的测定

将试样溶液注入气相色谱仪中，测得峰面积，以保留时间定性。根据标准曲线得到待测液中各目标化合物的浓度。

8 分析结果的表述

试样中敌百虫、敌敌畏、毒死蜱、马拉硫磷、蝇毒磷含量按式（1）进行计算：

$$X = \frac{c \times V}{m} \times f \quad (1)$$

式中：

X ——试样中各种化合物含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c ——由标准曲线计算出的试样溶液浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V ——试样溶液最终定容体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样质量，单位为克（g）；

f ——稀释倍数。

计算结果保留三位有效数字。

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 其他

当称样量为 5.0g 时，敌百虫、敌敌畏检出限均为 0.002mg/kg；毒死蜱、马拉硫磷、蝇毒磷检出限均为 0.008mg/kg。

附录 A
(资料性附录)

表 A.1 敌百虫、敌敌畏、毒死蜱、马拉硫磷、 蝇毒磷标准品名称、化学分子式和 CAS 号

名称	英文名	化学分子式	CAS 号
敌百虫	Trichlorfon	$C_4H_8Cl_3O_4P$	52-68-6
敌敌畏	Dichlorvos	$C_4H_7Cl_2O_4P$	62-73-7
毒死蜱	Chlorpyrifos	$C_9H_{11}Cl_3NO_3PS$	2921-8-2
马拉硫磷	Malathion	$C_{10}H_{19}O_6PS_2$	121-75-5
蝇毒磷	Coumaphos	$C_{14}H_{16}ClO_5PS$	56-72-4

附录 B
(资料性附录)

图 B.1 敌百虫、敌敌畏、毒死蜱、马拉硫磷、 蝇毒磷标准溶液气相色谱图

