

ICS 67.040  
Z 19



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14553—2003  
代替 GB/T 14553—1993

## 粮食、水果和蔬菜中有机磷农药测定的 气相色谱法

Method of gas chromatographic for determination of  
organophosphorus pesticides in cereals, fruits and vegetables

2003-11-10 发布

2004-04-01 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

本标准是对 GB/T 14553—1993《粮食和果质量 有机磷农药的测定 气相色谱法》进行下述内容的修订：

- 原标准中 2.3 制备色谱柱时使用的试剂和材料和 3.6 色谱柱及 5.2.3 校准数据表示的内容全部删去；
- 在第 5 章色谱测定操作步骤中增加了测定条件 B，采用氮磷检测器和毛细管柱测定条件及图谱；
- 把 6.2.2 精密度、6.2.3 准确度和 6.2.4 检测限的数据表格全部放到附录 A 中，原精密度用标准偏差表示改为采用相对标准偏差表示。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准的起草单位：农业部环境保护科研监测所。

本标准的主要起草人：黄士忠、刘潇威、黄永春、王继军、买光熙、徐应明、李治祥、张克强。

# 粮食、水果和蔬菜中有机磷农药测定的 气相色谱法

## 1 范围

本标准规定了粮食(大米、小麦、玉米)、水果(苹果、梨、桃等)、蔬菜(黄瓜、大白菜、西红柿等)中速灭磷(mevinphos)、甲拌磷(phorate)、二嗪磷(diazinon)、异稻瘟净(iprobenfos)、甲基对硫磷(parathion-methyl)、杀螟硫磷(fenitrothion)、溴硫磷(bromophos)、水胺硫磷(isocarbophos)、稻丰散(phenthoate)杀扑磷(methidathion)等多组分残留量的测定。

本标准适用于粮食、水果、蔬菜等作物中有机磷农药的残留量的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 5009.20—1996 食品中有机磷农药残留量的测定方法

GB/T 17331—1998 食品中有机磷和氨基甲酸酯类农药多种残留量的测定

NY/T 398 农、畜、水产品污染监测技术规范

## 3 原理

样品中有机磷农药残留量用有机溶剂提取,再经液液分配和凝结净化等步骤除去干扰物,用气相色谱氮磷检测器(NPD)或火焰光度检测器(FPD)检测,根据色谱峰的保留时间定性,外标法定量。

## 4 试剂与材料

### 4.1 载气和辅助气体

4.1.1 载气:氮气,纯度 $\geq 99.99\%$ 。

4.1.2 燃气:氢气。

4.1.3 助燃气:空气。

### 4.2 配制标准样品和试样分析的试剂和材料

所使用的试剂除另有规定外均系分析纯。

4.2.1 农药标准品:速灭磷等有机磷农药,纯度为 $95.0\% \sim 99.0\%$ 。

4.2.2.1 农药标准溶液的制备:准确称取一定量的农药标准样品(准确到 $\pm 0.0001\text{ g}$ ),用丙酮为溶剂,分别配制浓度为 $0.5\text{ mg/mL}$ 的速灭磷、甲拌磷、二嗪磷、水胺硫磷、甲基对硫磷、稻丰散;浓度为 $0.7\text{ mg/mL}$ 杀螟硫磷、异稻瘟净、溴硫磷、杀扑磷储备液,在冰箱中存放。

4.2.2.2 农药标准中间溶液的配制:用移液管准确量取一定量的上述10种储备液于 $50\text{ mL}$ 容量瓶中用丙酮定容至刻度,则配制成浓度为 $50\text{ }\mu\text{g/mL}$ 的速灭磷、甲拌磷、二嗪磷、水胺硫磷、甲基对硫磷、稻丰散和 $100\text{ }\mu\text{g/mL}$ 的杀螟硫磷、异稻瘟净、溴硫磷、杀扑磷标准中间溶液。

4.2.1.3 农药标准工作溶液的配制:分别用移液管吸取上述标准中间溶液每种 $10\text{ mL}$ 于 $100\text{ mL}$ 容量瓶中,用丙酮定容至刻度,得混合标准工作溶液。标准工作溶液在冰箱中存放。

4.2.2 二氯甲烷( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ):重蒸。