

ICS 67.050

B20

团 体 标 准

T/ NAIA XXX—2025

葡萄酒中四种杀虫剂残留量的测定

气相色谱法

Determination of Four Insecticides Residues in Wine 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））、宁夏回族自治区药品检验研究院、宁夏职业技术学院、宁夏回族自治区畜牧工作站、宁夏化学分析测试协会。

本文件主要起草人：葡萄酒中四种杀虫剂：张瑶、王泽岚、高琳、郭阳、张卢燕、张赫宇、艾琦、王琛、刘迎、顾亚荣、吴明、吕毅、马桂娟、张小飞。

本文件于 2025 年 XX 月 XX 日首次发布。

葡萄酒中四种杀虫剂残留量的测定 气相色谱法

1 范围

本文件规定了葡萄酒中四种杀虫剂残留量的测定（对硫磷、乐果、马拉硫磷、三唑磷）的气相色谱法。

本文件适用于葡萄酒中四种杀虫剂残留量的测定。

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

样品中的杀虫剂采用有机试剂提取，提取液经 QuEChERS 前处理，用气相色谱氢火焰离子化检测器检测，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 无水硫酸镁 ($MgSO_4$)：分析纯。

5.1.4 氯化钠 (NaCl)：分析纯

5.1.5 N-丙基乙二胺 (N-primary secondary amine, PSA)：分析纯。

5.2 标准品

四种杀虫剂标准品名称、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 (100.0 μ g/mL)：分别准确移取质量浓度为1000.0 μ g/mL的对硫磷、乐果、马拉硫磷、三唑磷标准物质各1.0mL，用丙酮（5.1.2）溶解并定容至10.0mL容量瓶中，于4°C冰箱避光保存，保存期限为3个月。

5.3.2 混合标准储备液 (10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)：分别移取四种杀虫剂标准储备液1.0mL，混合后用丙酮定容至10.0mL容量瓶中，于4℃冰箱避光保存，保存期限为1个月。

5.3.3 混合标准工作溶液：分别准确吸取不同体积混合标准储备液，用阴性样品提取溶液配制成浓度为0.01~1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准工作溶液，临用现配。

6 仪器和设备

6.1 气相色谱仪(GC)：配氢火焰离子化检测器(FID)。

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：最大转速9000r/min。

6.5 旋转蒸发仪。

7 分析步骤

7.1 试样制备

液体样品混合均匀，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

(1) 样品提取

称取葡萄酒样品10.0g(精确至0.1g)于50mL聚四氟乙烯离心管中，加入10mL乙腈，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。

(2) 样品净化

吸取6mL上清液于预先加入无水硫酸镁900mg，PSA 150 mg的塑料离心管中，涡旋混匀1min，以5000r/min转速离心5min，准确吸取上清液2.0mL于10mL试管中，40℃水浴中氮气吹干，加入1.0mL丙酮复溶，过0.22 μm 有机膜，供气相色谱测定。

7.3 仪器参考条件

7.3.1 色谱参考条件

- a) 色谱柱：5%苯基-甲基聚硅氧烷毛细管柱，0.25mm×30m，或性能相当。
- b) 进样口温度：220℃。
- c) 进样量：1 μL ，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100℃，保持1min，以7℃/min升温至260℃，保持1min。

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，对硫磷、乐果、马拉硫磷、三唑磷四种杀虫剂的标准溶液气相色谱图见附录。

7.4 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

试样中对硫磷、乐果、马拉硫磷、三唑磷含量按式（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（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
- V ——试样溶液的体积，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%。

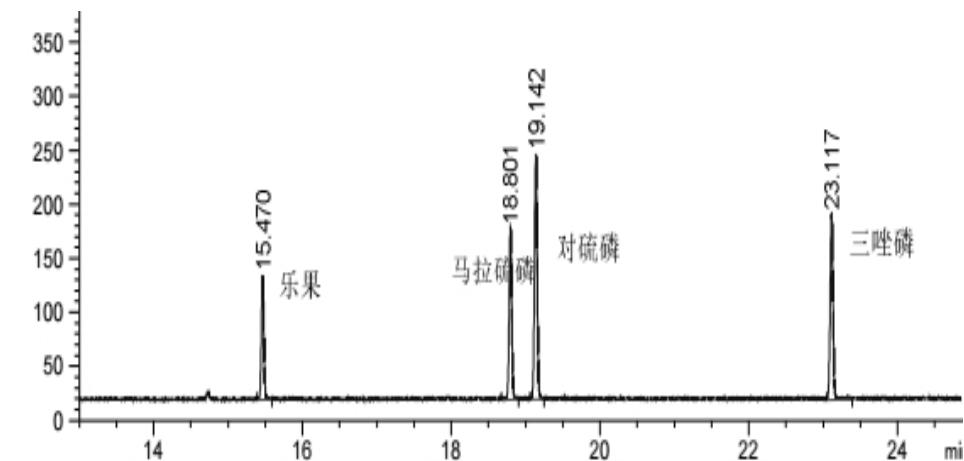
10 其他

当称样量为 10.0g 时，对硫磷、乐果、马拉硫磷、三唑磷定量限均为 0.020mg/kg。

附录 A
(资料性附录)

表 A.1 四种杀虫剂标准品名称、化学分子式和 CAS 号

序号	名称	化学分子式	CAS 号
1	对硫磷	$C_{10}H_{14}NO_5PS$	56-38-2
2	乐果	$C_5H_{12}NO_3PS_2$	60-51-5
3	马拉硫磷	$C_{10}H_{19}O_6PS_2$	121-75-5
4	三唑磷	$C_{12}H_{16}N_3O_3PS$	24017-47-8



附录 B
(资料性附录)

图 B.1 四种杀虫剂标准溶液气相色谱图