



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 25222—2010

## 粮油检验 粮食中磷化物残留量的测定 分光光度法

Inspection of grain and oils—Determination of phosphide residues in grain—  
Spectrophotometric method

MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2010-09-26 发布

2011-03-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会

发布



中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准

粮油检验 粮食中磷化物残留量的测定  
分光光度法

GB/T 25222—2010

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字  
2010年12月第一版 2010年12月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-40680 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

## 前 言

本标准由国家粮食局提出。

本标准由全国粮油标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位：南京财经大学。

本标准参加起草单位：江苏省粮油质量监督检验所、南京市粮油质量监督检验所、吉林省粮油卫生检验监测站。

本标准主要起草人：袁建、杨晓蓉、戴波、汪海峰、莫晓松、于小禾、高晓春。



# 粮油检验 粮食中磷化物残留量的测定

## 分光光度法

### 1 范围

本标准规定了采用分光光度法测定粮食中磷化物残留量的术语和定义、原理、试剂与材料、仪器和设备、扦样、试样制备、操作步骤、结果计算与表述。

本标准适用于粮食中磷化物熏蒸剂残留量的测定。

本标准方法的检出限为 0.01 mg/kg。

### 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(不包括勘误的内容)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用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 5491 粮食、油料检验 扦样、分样法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

#### 3.1

**磷化物 phosphide**

用作熏蒸剂的含磷化合物，如磷化铝等。

#### 3.2

**磷化物残留量 phosphide residues**

在本标准规定条件下测得的残留在粮食中的磷化物含量。以磷化氢占试样的质量分数表示。

### 4 原理

样品中磷化物在水和酸作用下，产生磷化氢气体，蒸出并吸收于酸性高锰酸钾溶液中被氧化成磷酸，再与钼酸铵作用生成磷钼酸铵，用氯化亚锡还原成蓝色化合物——钼蓝，测定其吸光度，用标准曲线法定量。

### 5 试剂和材料

除另有规定外，所用试剂均为分析纯。实验用水应符合 GB/T 6682 中三级要求。

5.1 高锰酸钾溶液(16.5 g/L):称取 16.5 g 高锰酸钾，加水溶解后稀释至 1 000 mL，静置三天或加热煮沸 3 min，冷却，放置过夜，用玻璃棉或石棉过滤备用。

5.2 高锰酸钾溶液(3.3 g/L):取一定量的高锰酸钾溶液(5.1)用水稀释 5 倍。

5.3 硫酸(1+17):取 28 mL 98%硫酸缓缓加入 400 mL 水中，冷却后加水至 500 mL。

5.4 硫酸(1+5):取 83.3 mL 98%硫酸缓缓加入 400 mL 水中，冷却后加水至 500 mL。

5.5 饱和亚硫酸钠溶液:取 28.5 g 无水亚硫酸钠，加约 70 mL 水，微热使溶解，冷却后稀释至 100 mL。

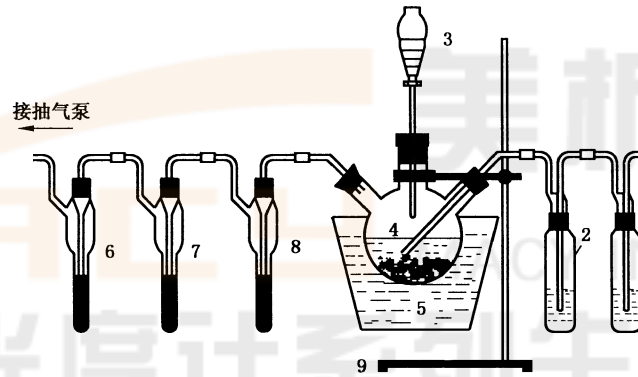
5.6 钼酸铵溶液:50 g/L。

- 5.7 氯化亚锡溶液:取 0.1 g 氯化亚锡,溶于 5 mL 盐酸中,用时现配。
- 5.8 酸性高锰酸钾溶液:高锰酸钾溶液(5.1)和硫酸(5.3)等量混和。
- 5.9 碱性焦性没食子酸溶液:5 g 焦性没食子酸溶于 15 mL 水中,48 g 氢氧化钾溶于 32 mL 水中,冷却后小心将两溶液混合。用时现配。
- 5.10 磷化物标准溶液:称取 0.040 0 g 经 105 °C 干燥过的无水磷酸二氢钾,溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度(可加 1 滴三氯甲烷以增加保存时间),此溶液含磷量相当于含磷化氢 0.10 mg/mL。
- 5.11 磷化物标准使用液:吸取 1.00 mL 磷化物标准溶液(5.10)于 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,混匀,此溶液含磷量相当于含磷化氢 1.0 μg/mL。

## 6 仪器和设备

实验室常规仪器设备及以下仪器设备。

- 6.1 分光光度计:配 3 cm 比色皿,可调节波长 710 nm。
- 6.2 天平:感量 0.01 g 及感量 0.000 1 g。
- 6.3 磷化氢蒸馏吸收装置,包括下列玻璃仪器和器具。见图 1。



- 1,2——洗气瓶;  
3——分液漏斗;  
4——反应瓶;  
5——水浴;  
6,7,8——气体吸收管;  
9——铁架台。

图 1 磷化氢蒸馏吸收装置

- 6.3.1 气体吸收管:20 mL。
- 6.3.2 洗气瓶:250 mL。
- 6.3.3 分液漏斗:250 mL,装有与三颈瓶配套的胶塞。
- 6.3.4 沸水浴:铜质水浴锅和电炉,或其他等效的设备。
- 6.3.5 水力抽气泵或其他抽气设备:可调抽气速度。
- 6.3.6 反应瓶:三颈瓶,1 000 mL。
- 6.3.7 玻璃弯管:长短管各 1 根,具有与反应瓶配套的胶塞,或能与反应瓶吻口的磨口连接管。  
注:长管应能伸入反应液面下至少 2 cm,短管位于反应瓶中的部分不宜过长。
- 6.3.8 铁架台:配有十字夹和万用夹。
- 6.3.9 软管:橡皮管或乳胶管。
- 6.4 比色管:50 mL。
- 6.5 刻度移液管:1 mL、5 mL 各数支。
- 6.6 量筒:10 mL、100 mL。

## 7 扦样

按 GB 5491 进行,并迅速密封包装。

## 8 试样制备

打开包装后,尽可能快地按 GB 5491 分取试样。

粒状粮食样品不需粉碎。

## 9 操作步骤

### 9.1 蒸馏吸收装置准备

按图 1 连接好蒸馏吸收装置。在三个串联的气体吸收管(6.3.1)中各加 5 mL 高锰酸钾溶液(5.2)和 1 mL 硫酸(5.3)。洗气瓶 1(6.3.2)中加入约 100 mL 酸性高锰酸钾溶液(5.8),洗气瓶 2(6.3.2)中加入新配制的碱性焦性没食子酸溶液(5.9)。分液漏斗(6.3.3)中加入 5 mL 硫酸(5.3)和 80 mL 水。水浴锅(6.3.4)中加入适量水并加热至沸腾。打开抽气泵(6.3.5),检查装置的气密性。

### 9.2 测定

9.2.1 称取 50 g(精确至 0.1 g)试样。

9.2.2 预先抽气 5 min,取下分液漏斗(6.3.3),迅速加入试样(9.2.1)于反应瓶(6.3.6)中,立即装上分液漏斗,塞紧瓶塞,加大抽气速度,将分液漏斗中的溶液加至反应瓶中,然后减慢抽气速度,抽气 30 min,并保持水浴沸腾。

注:反应时抽气速度以能分辨气泡为宜。

9.2.3 反应完毕后,先除去气体吸收管(6.3.1)进气一端的连接,再除去抽气管一端的连接,关闭抽气泵,取下三个气体吸收管,合并吸收管中的溶液于 50 mL 比色管(6.4)中,气体吸收管用少量水洗涤,洗液并入比色管中,滴加饱和亚硫酸钠溶液(5.5)使高锰酸钾溶液褪色,加 4.5 mL 硫酸(5.4),2.5 mL 钼酸铵溶液(5.6),混匀,再加水至 50 mL 刻度,混匀。

9.2.4 在比色管(9.2.3)中加入 0.1 mL 氯化亚锡溶液(5.7),混匀。15 min 后,用 3 cm 比色杯,以零管调节零点,于波长 710 nm 处测吸光度,在标准曲线上求出相应的磷化氢含量。

### 9.3 标准曲线制备

吸取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 磷化物标准使用液(5.11)(相当于 0 μg、1 μg、2 μg、3 μg、4 μg、5 μg 磷化氢),分别加于 6 支 50 mL 比色管(6.4)中,再各加 30 mL 水,5.5 mL 硫酸(5.4),2.5 mL 钼酸铵溶液(5.6),混匀,再加水至 50 mL,混匀。再加 0.1 mL 氯化亚锡溶液(5.7),混匀。15 min 后,用 3 cm 比色杯,以零管调节零点,于波长 710 nm 处测吸光度,绘制磷化氢含量与吸光度关系的标准曲线。

### 9.4 空白试验

除不加试样外,按 9.2 测定步骤加入各种试剂做空白试验。

### 9.5 平行试验

每个试样按 9.1~9.2 重复进行两次测定。

## 10 结果计算与表述

10.1 试样中磷化物残留量按式(1)计算:

$$X = \frac{(A_1 - A_2) \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X——试样中磷化物残留量(以 PH<sub>3</sub> 计),单位为毫克每千克(mg/kg);

GB/T 25222—2010

$A_1$ ——试样溶液中磷化物的质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$A_2$ ——试剂空白液中磷化物的质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m$ ——试样质量,单位为克(g)。

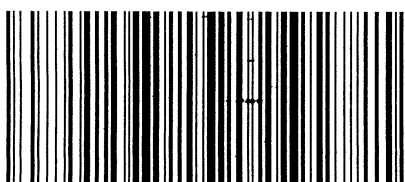
10.2 结果的表述:两次平行测定结果应符合重复性(第 11 章)要求,两次测定的算术平均值即为最终测定结果,保留二位有效数字。

#### 11 重复性要求

两次测定结果的差值不应超过平均值的 10%。

---

**M** **MACY** **美析仪器**  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686



GB/T 25222-2010

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-40680

定价: 14.00 元