

1主题内容与适用范围

本标准规定了出口水果中无机溴化物残留量检验的抽样、制样和液相色谱测定方法。

本标准适用于出口柑桔类水果中无机溴化物残留量的检验。

2抽样和制样

2.1检验批

以不超过1 500件为一检验批，同一检验批的商品应具有相同的特征，如包装、标记、产地、规格和等级等。

2.2抽样数量

批量(件)	最低抽样数(件)
1~25	1
26~100	5
101~250	10
251~1500	15

2.3抽样方法

按2.2规定的抽样件数随机抽取，逐件开启。每件至少取500g作为原始样品，原始样品总量不得少于2kg。加封后，标明标记，及时送实验室。

2.4试样制备

将所取原始样品缩分出1 kg，取可食部分，经组织捣碎机捣碎，均分成两份，装入洁净容器内，作为试样，密封，并标明标记。

2.5试样保存

将试样于-18℃冷冻保存。

注：在抽样和制样的操作过程中，必须防止样品受到污染或发生残留物含量的变化。

3测定方法

3.1方法提要

试样经氢氧化钠乙醇溶液水解，经蒸发干燥及于500℃灰化后，用带紫外检测器的高效液相色谱仪测定无机溴化物含量，外标法定量。

3.2试剂和材料

所有试剂均应为分析纯，水为蒸馏水或相当的去离子水。

3.2.1无水乙醇。

3.2.2 NaOH溶液：0.2mol／L。

3.2.3 NaClO₄溶液：1.0mmol／L。

3.2.4 Br⁻标准溶液

3.2.4.1 Br⁻标准储备液：准确称取1.507 0g在130℃充分干燥的KBr，用水溶解并定容至1000mL，即为1 000 μ g／mL Br⁻标准储备液。

3.2.4.2 Br⁻标准工作溶液：分别取标准储备液0.05，0.25，0.50，1.50，2.00mL于100mL容量瓶中，用水稀释定容至刻度，混匀后，即为0.5，2.5，5.0，15.0，20.0 μ g／mL Br⁻标准工作溶液。

3.3仪器和设备

3.3.1高效液相色谱仪并配有下列装置：

- a. 紫外检测器；
- b. 记录仪或色谱数据处理机；
- c. 色谱柱：非抑制阴离子色谱柱，10 μ m，10cm×4.6mm(i.d)。

3.3.2组织捣碎机。

3.3.3镍坩锅：20mL。

3.3.4马弗炉：预热至500℃。

3.3.5电热板(定温控制)：置定在160℃。

3.3.6移液管：5mL。

3.3.7容量瓶：10，100，1 000mL。

3.3.8微量注射器：10 μ L。

3.4测定步骤

3.4.1样品处理

称取5.00g样品于镍坩锅中，加入2.5mL0.2mol／LNaOH，用玻棒混匀。在搅拌下逐渐加入5mL无水乙醇，将最后部分淋洗玻棒。室温下放置4h后，在低温电热板上将样品蒸发至近干，移入80℃恒温箱内过夜。置预热至500℃马弗炉中灰化20min，取出冷却，加少量水湿润残渣，在低温电热板上干燥后，再移至500℃马弗炉灰化20 min。重复此步骤直至样品灰化呈白色。取出冷却，用流动相1.0mmol/L的NaClO₄溶液溶解残渣并洗入10 mL容量瓶中，并用流动相定容。充分混匀后，过0.45 μ m滤膜，用高效液相色谱仪测定。

3.4.2测定

3.4.2.1色谱条件

- a. 色谱柱：非抑制阴离子色谱柱，10 μ m，10cm×4.6mm(i.d)；
- b. 流动相：1.0mmol/L NaClO₄溶液(1 mL／min)；
- c. 检测波长：205nm；
- d. 进样量：5 μ L。

3.4.2.2液相色谱测定

根据样液中无机溴离子的浓度，选定峰高相近的标准工作溶液。标准工作溶液和样液中溴离子的响应值均应在仪器检测线性范围内。标准工作溶液和样液等体积参插进样测定，在上述色谱条件下，无机溴离子的保留时间约为8.0min。

3.4.3空白试验

除不加试样外，按上述测定步骤测定。

3.4.4结果计算与表述

用色谱数据处理机按适当程序计算，或按下列公式计算：

$$X=\frac{h\cdot c\cdot V}{h_s\cdot m}$$

式中：X-样品中无机溴(以Br⁻计)含量，mg／kg；

h-样液中Br⁻的峰高，mm；

h_s-标准工作溶液中Br⁻的峰高，mm；

c-标准工作溶液中Br⁻的浓度， μ g／mL；

m-所取试样量，g；

V-样液最终定容的体积，mL。

注：计算结果需扣除空白值

4方法的测定低限和回收率

4.1测定低限

本方法测定低限为5.0mg／kg。

4.2回收率

回收率实验数据：Br⁻添加浓度在5.0~50.0mg／kg范围内，回收率为85.2%~92.4%。

附加说明：

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国湖南进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人戴华、袁智能、聂洪勇。

主要参考文献：

FDA-PESTICIDE ANALYTICAL MANUAL，VOL. II，1985.