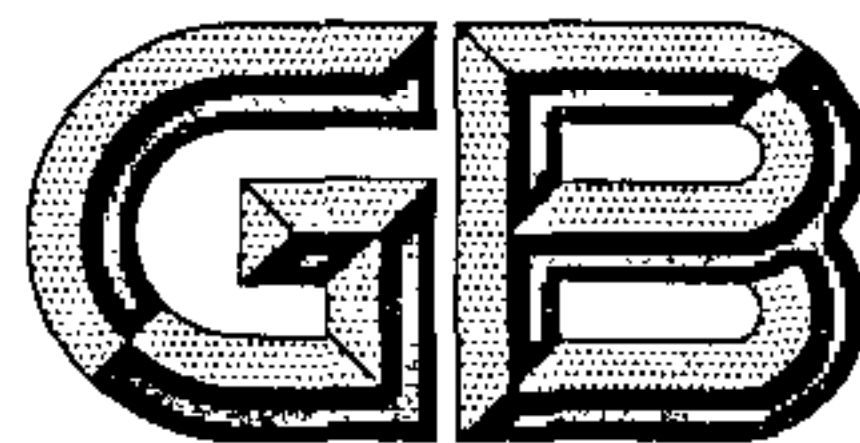




中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.73—2003
代替 GB/T 4790—1984

粮食中二溴乙烷残留量的测定

Determination of ethylene dibromide
residues in grains

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 4790—1984《粮食中二溴乙烷残留量卫生标准及检验方法》。

本标准与 GB/T 4790—1984 相比主要修改如下：

——修改了标准的中文名称，标准中文名称改为《粮食中二溴乙烷残留量的测定》；

——按照 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由卫生部食品卫生监督检验所负责起草。

本标准主要起草人：张临夏、徐晋康。

原标准于 1984 年首次发布，本次为第一次修订。

粮食中二溴乙烷残留量的测定

1 范围

本标准规定了用二溴乙烷熏蒸的粮食中二溴乙烷残留量的测定方法。

本标准适用于用二溴乙烷熏蒸的粮食中二溴乙烷残留量的测定。

浸渍法

2 试剂

2.1 丙酮:用气相色谱仪检验,应无干扰峰。

2.2 无水氯化钙。

2.3 氯化钠。

2.4 丙酮-水溶液:丙酮+水=5+1。

2.5 二溴乙烷标准使用液:用丙酮配制,并稀释至每毫升含 $0.2\ \mu\text{g}$ 二溴乙烷。

3 仪器

3.1 气相色谱仪

附有电子捕获检测器。

3.2 气相色谱条件

3.2.1 色谱柱:2 m×3 mm(内径),不锈钢柱,内装涂有 15% 聚丙二醇(polypropylene glycol)或 15% Ucon LB-550X 的 60 目~80 目 Chromosorb W。

3.2.2 记录仪:1 mV。

3.2.3 纸速:0.5 cm/min。

3.2.4 载气:氮气 70 mL/min。

3.2.5 柱温:140℃。

3.2.6 检测器、进样口温度:200℃。

注:如无以上介绍的固定液,也可用以下色谱柱:

20%OV-101 涂于 Chromosorb W HP 80 目~100 目上;

30%DC-200 涂于 Gas Chrom Q 80 目~100 目上;

10%DC-200 涂于 Chromosorb W AW-DM CS 60 目~80 目上;

6%OV-210+4%SE-30 涂于 Gas Chrom Q 80 目~100 目上。

4 分析步骤

4.1 试样处理

试样贮存于 5℃ 以下。快速称取 50 g 试样(精确至 0.001 g)于 250 mL 具塞锥形瓶中,加 150 mL 丙酮-水溶液,密塞,摇匀,在 20℃~25℃ 暗处浸泡 48 h。24 h 振摇一次。吸取 10.0 mL 上清液于

25 mL具塞试管中,加 2 g 氯化钠,密塞,剧烈振摇 2 min。静置 30 min 以上,供气相色谱测定用。

4.2 测定

当天做标准曲线,吸取 0.0、0.5、1.0、3.0、5.0、7.0 mL 二溴乙烷标准使用液(相当于 0.0、0.1、0.2、0.6、1.0、1.4 ng 二溴乙烷),直接进样,根据峰高绘制标准曲线。

将试样液用无水丙酮稀释 10 倍或 100 倍后进样 0.5 μL。每个试样液都进样 3 次,与标准曲线比较定量。

4.3 结果计算

见式(1)。

$$X = \frac{m_1 \times 1\,000}{m \times V \times 1\,000 \times \frac{1\,000}{125}} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X——试样中二溴乙烷的含量,单位为微克每千克(μg/kg);

m₁——进样液相当二溴乙烷的质量,单位为纳克(ng);

V——试样进样体积,单位为微升(μL);

m——试样质量,单位为克(g);

125——150 mL 浸泡液中丙酮的体积,单位为毫升(mL)。

蒸馏法(SGS 法)

5 试剂

- 5.1 己烷:重蒸馏,气相色谱仪检验无干扰峰。
- 5.2 去泡剂(Baker antifoam B)。
- 5.3 无水硫酸钠。
- 5.4 二溴乙烷标准使用液:用己烷配制成几个不同浓度的使用液,贮于冰箱。

6 仪器

6.1 气相色谱仪

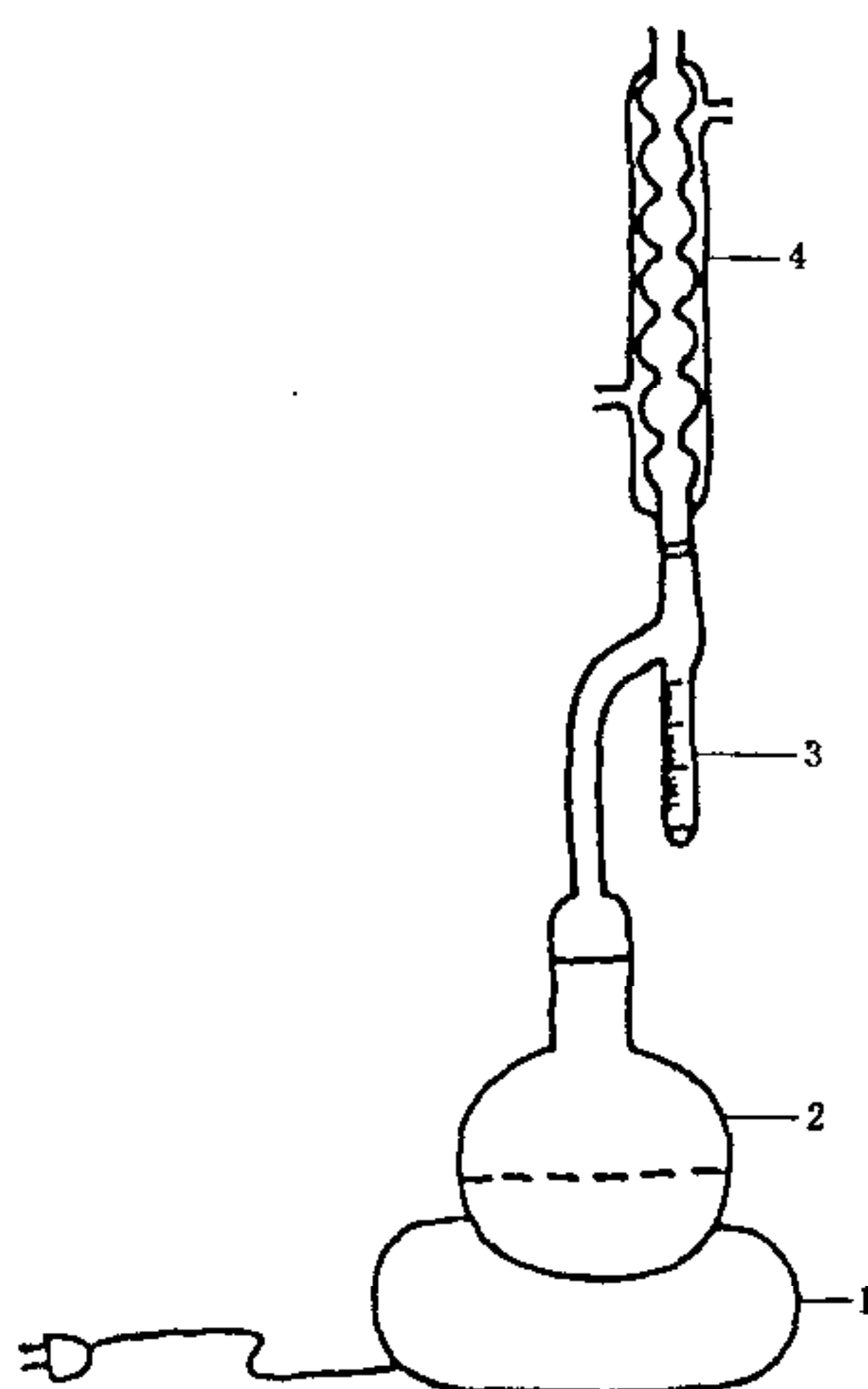
附有电子捕获检测器。

6.2 气相色谱条件

- 6.2.1 色谱柱:2 m×3 mm 不锈钢柱,内装涂有 10% Squalene 的 80 目~100 目 Chromosorb W HP。
- 6.2.2 柱温:75℃。
- 6.2.3 检测器温度:⁶³Ni 275℃或 300℃。
- 6.2.4 进样口温度:200℃。
- 6.2.5 载气:氮气。

6.3 蒸馏装置

如图 1 所示。



- 1——加热器；
2——1 000 mL 圆底烧瓶；
3——10 mL 接收管；
4——冷凝管。

图 1 蒸馏装置

7 分析步骤

7.1 试样处理

称取 50 g 试样于 1 000 mL 圆底烧瓶中,加 300 mL 水、10 mL 己烷,连接接收器、冷凝管到烧瓶上,置于加热器上缓缓加热到己烷全部蒸出(需要时,可加去泡剂除去过多的发泡),水分开始在己烷层下聚集,移去加热器。待冷却后,记下回收的己烷毫升数,并转入具塞试管内,加 2 g~3g 无水硫酸钠脱水,供气相色谱测定用。

7.2 测定

按 4.2 操作。注射等体积的不同浓度的标准使用液,根据峰高作标准曲线。

7.3 结果计算

见式(2)。

$$X = \frac{m_1 \times 1\,000}{m \times \frac{V_1}{V_2} \times 1\,000 \times 1\,000} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X ——试样中二溴乙烷的含量,单位为微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$);

m_1 ——进样液相当二溴乙烷的质量,单位为纳克(ng);

V_1 ——试样进样体积,单位为微升(μL);

V_2 ——收集的己烷蒸馏液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。