ICS 67.140.10
CCS X 55

团 体 标 准

T/CSTEA 000XX-20XX

茶叶中溴甲烷残留量的测定
顶空气相色谱法

Determination of Methyl Bromide Residue in Tea

Headspace Gas Chromatography Method

2022-XX-XX 发布 2022-XX-XX 实施

海峡两岸茶业交流协会 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》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本标准系首次发布。

本文件由本文件由福建省茶产业标准化技术委员会提出。

本标准由海峡两岸茶业交流协会归口。

本标准起草单位：福建省产品质量检验研究院、福建品品香茶业有限公司、武夷星茶叶有限公司、福建华祥苑股份有限公司、武夷山市食品卫生监督检验中心、国家茶叶质量监督检验中心(福建)、宁德市产品质量检验所、厦门市产品质量监督检验院、福建农林大学、熹茗茶业集团、桃渊茗茶叶科学研究所有限公司

本标准主要起草人：戴明、刘文菁、何丽梅、王兴进、段联勃、谢基雄、王征、陈巧、孟鹏、张雪波、钟兴旺、林伟琦、高宇、黄芊、詹重清、晁倩林、胡云飞、张建强、王春

茶叶中溴甲烷残留量的测定 顶空气相色谱法

1 范围

本标准规定了茶叶中溴甲烷残留量的测定方法。
本标准适用于绿茶、红茶、乌龙茶、白茶中溴甲烷的测定。

2 原理

低温环境下称取适量冷冻后的样品于顶空瓶中，将气体部分导入顶空气相色谱进行分析，外标法定量。

3 试剂与材料

3.1 试剂

3.1.1 丙酮（C3H6O）：分析纯。
3.1.2 液氮。

3.2 标准品

3.2.1 溴甲烷标准溶液（Methyl Bromide，CH3Br，CAS 号:74-83-9）：纯度≥99%，或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

3.3 标准溶液配制

3.3.1 溴甲烷标准储备液（10 μg/mL）：准确移取适量溴甲烷标准溶液，置于 10 mL 容量瓶中，用丙酮定容至刻度，混匀。将标准溶液转移至棕色玻璃容器内，-18 ℃避光保存，保存期 3 个月。
3.3.2 溴甲烷标准使用液（1 μg/mL）：准确吸取 1.0 ml 溴甲烷标准储备溶液（10 μg/mL），置于 10 mL 容量瓶中，用丙酮定容至刻度，混匀。将标准溶液转移至棕色玻璃容器内，-18 ℃避光保存。
3.3.3 溴甲烷标准曲线制备：分别准确吸取溴甲烷标准使用液(1 μg/mL)10 μL、20 μL、100 μL、200 μL 标准使用液（1.0 μg/mL）以及 50 μL、100 μL 标准储备液（10.0 μg/mL）于含 1.0 g 空白样品的顶空瓶中，立即压盖封口，标准曲线系列各点所含标样量（μg），分别为 0.010、0.020、0.10、0.20、0.50、1.0，用于气相色谱测定。也可根据实际需要配制适用标准曲线系列浓度范围。

4 仪器和设备

4.1 顶空气相色谱仪：配电子俘获检测器（ECD）。
4.2 电子天平：感量为0.001 g。

5 分析步骤

5.1 样品前处理

5.1.1 试样制备及保存

将代表性样品置于-18 ℃冰箱中冷冻存储4小时以上，在较低室温环境下，取代表性样品于容器内倒入液氮后捣碎或采用冷冻粉碎机粉碎，制备成均匀试样，装入洁净的容器，密封并做好标识。试样于-18 ℃冷冻保存，备用。

5.1.2 前处理

在较低室温环境下，且冷冻状态下迅速称取样品1.0 g（精确到0.1 mg）放入顶空瓶中，立即压盖封口，用于气相色谱测定。

5.2 仪器参考条件

5.2.1 顶空进样器

5.2.2 气相色谱条件

a）色谱柱：ZB-1，30 m×530 μm×1.5 μm，或相当者；
b）流速：2 ml/min；
c）进样口温度：200 ℃；
d）分流：分流比10:1；
e）升温程序：35 ℃保持5.5 min，以35℃/min升温到220℃，保持2 min。

5.3 标准曲线的制作

将溴甲烷标准系列工作样按浓度由低到高的顺序注入顶空气相色谱仪中，以标准系列工作样中溴甲烷的质量为横坐标，以溴甲烷的峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。溴甲烷的气相色谱图参见附录A。

5.4 定性定量

5.4.1 定性测定

被测试样中目标物色谱峰的保留时间与相应标准色谱峰的保留时间相比较，相对误差应在±2.5%。

5.4.2 定量测定

根据样品中溴甲烷含量情况，选定浓度相近的标准工作溶液，标准工作溶液和待测样中溴甲烷的响应值均应在仪器检测的线性范围内。

5.5 空白试验

除不加试样外，均按5.1及5.2所述操作步骤进行，必要时，进行环境空白的测定。

6 分析结果的表述

试样中溴甲烷含量按式（1）计算：

$$X = \frac{M}{m} \times \frac{1000}{1000} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots（1）$$

式中：

X ——试样中溴甲烷的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

M ——试样中溴甲烷的质量，单位为微克（μg）；

m ——试样量，单位为克（g）；

注：计算结果应扣除空白值，结果保留两位有效数字。

7 精密度

在重复性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 15%。

8 其他

本方法检出限为0.010 mg/kg，定量限为0.020 mg/kg。

附　录　A

（资料性附录）

溴甲烷标准溶液气相色谱图

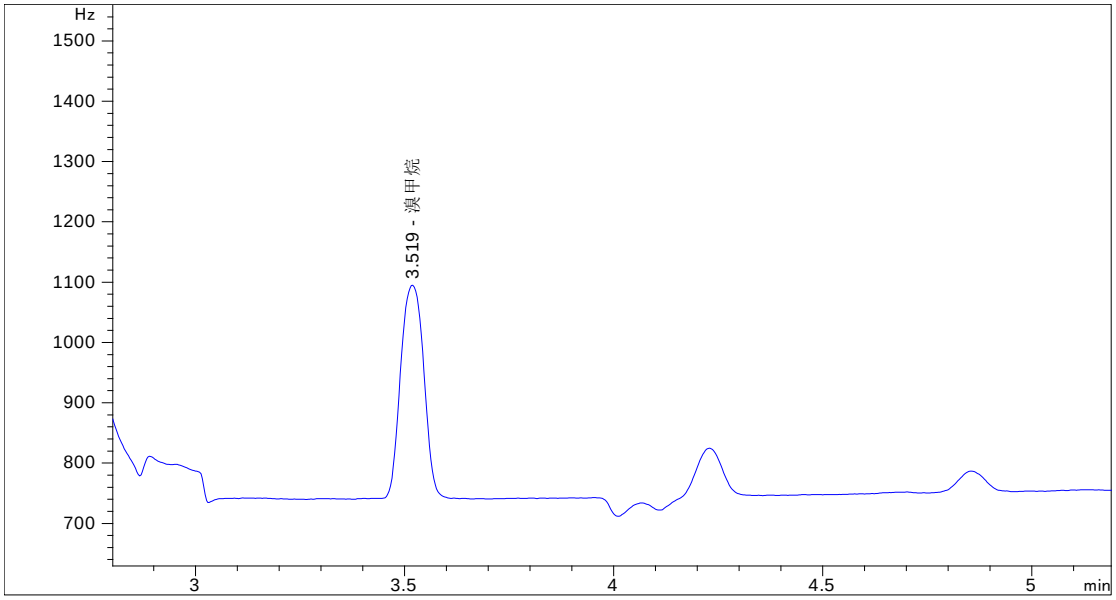

图 A.1溴甲烷农药标准品气相色谱图