|  |  |
| --- | --- |
| ICS | 点击此处添加ICS号 |
| CCS | |  | | --- | | D:\000000部门项目\09标准化插件开发\程序源代码\StandardEditor_ShanDongKeXieYuan\团标首页面字母T.pngD:\000000部门项目\09标准化插件开发\程序源代码\StandardEditor_ShanDongKeXieYuan\团标首页面字母T后面的反斜杠.pngPCA |   点击此处添加CCS号 |

普洱咖啡协会团体标准

T/PCAXXXX—XXXX

咖啡中溴甲烷的测定 顶空/气相色谱质谱法

点击此处添加标准名称的英文译名

XXXX-XX-XX发布

XXXX-XX-XX实施

普洱咖啡协会  发布

1. 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。

本文件由普洱市质量技术监督综合检测中心（国家市场监管技术创新中心（咖啡质量技术与产业服务）提出。

本文件由普洱市咖啡协会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

咖啡中溴甲烷的测定 顶空/气相色谱质谱法

* 1. 范围

本文件规定了咖啡中溴甲烷残留量的顶空/气相色谱质谱法。

本文件适用于生咖啡豆、焙炒咖啡豆、焙炒咖啡粉中溴甲烷残留量的测定。

* 1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 2763 食品安全国家标准 食品中最大农药残留限量

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

* 1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

* 1. 原理

称取样品于顶空瓶中，进行加热平衡提取，然后用气相色谱-质谱联用仪（GC-MS）进行分析，外标法定量。

* 1. 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用分析纯的试剂，所有试验用水均为 GB/T 6682 规定的一级水。

* + 1. 试剂
       1. 甲醇：色谱纯
    2. 标准品
       1. 溴甲烷（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. 标准溶液配制
       1. 溴甲烷标准储备液 (100.0μg/mL)： 准确移取适量溴甲烷标准溶液，置于10mL容量瓶中，用甲醇定容，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。
       2. 溴甲烷标准曲线配制：分别准确吸取100μg/mL溴甲烷标准储备液200μL、400μL、600μL、800μL、1000μL于10mL容量瓶中，用甲醇定容、摇匀，得浓度为2μg/mL、4μg/mL、6μg/mL、8μg/mL、10μg/mL的标准系列溶液；分别移取5 mL 一级水于20mL顶空瓶中，准确吸取50μL上述各点标准溶液至20ml顶空瓶中，立即盖紧瓶盖。各顶空瓶中溴甲烷的浓度系列： 100 ng、200ng 、300 ng、400 ng、500 ng。该溶液在﹣18℃下保存一个星期。
  1. 仪器和设备
     1. 气相色谱质谱联用仪，带顶空装置。
     2. 电子天平（精确至0.1mg）
     3. 涡旋混合器
  2. 试样制备及保存
     1. 将代表性样品置于-18℃冰箱中冷冻存储 4 h 以上，25℃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。
  3. 分析步骤
     1. **样品前处理**
        1. 实际样品测定

准确称取样品5 g（精确到0.0001g）（对于干性样品，称取2.5 g）于20 mL顶空瓶中，立即盖紧瓶盖。

* + 1. 仪器参考条件
       1. 顶空进样器条件

a）顶空进样器条件如下：

b)顶空加热箱：70℃

c)顶空定量环：75℃

d)顶空传输线：110℃

e)样品平衡时间：30min

f)进样时间：0.5min

g)GC循环时间：15min

* + - 1. 气相色谱-质谱条件

1. 色谱柱：VF-624ms （60m×0.25mm×1.40μm）
2. 流速：1.0mL/min
3. 进样口温度：
4. 分流比：50:1
5. 升温程序：40°C（保持5min），35°C/min，200°C (保持0min)
   * + 1. 质谱仪条件
6. 采集模式: SIM-SCAN mode

b) 接口温度：240℃

c) 扫面范围：m/z 29-450

d）SIM扫描定性离子和定量离子：m/z 93,94,96

* + 1. 标准曲线制作

将溴甲烷标准系列工作溶液按浓度由低到高的顺序注入顶空-气相色谱质谱仪中,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。溴甲烷的色谱图和质谱图参见附录 B。

* + 1. 定性和定量
       1. 定性

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，保留时间相差小于0.5min。

* + - 1. 定量

根据标准工作溶液和待测样中溴甲烷的定量离子的响应值来定量，溴甲烷的定性离子、定量离子详见附录A，如果目标物的浓度超出标准曲线线性范围，则需要减少称样量。

* + 1. 空白实验

采用8.1.2.1空白样品定期核查顶空和气相色谱-质谱仪是否受到溴甲烷污染。

* 1. 分析结果的表述

试样中溴甲烷含量按式 (1) 计算：

()

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，单位为毫克（ng）；

注：计算结果应扣除空白值，计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示， 保留两位有效数字，含量超 1 mg/kg 时保留三位有效数字。

* 1. 重复性

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%。

* 1. 方法的检出限和定量限

本方法的检出限：0.01 mg/kg，定量限：0.02 mg/kg。

2. （规范性）  
   溴甲烷保留时间、定性离子、定量离子

| 名称 | 保留时间（min） | 定性离子(m/z) | 定量离子(m/z) |
| --- | --- | --- | --- |
| 溴甲烷 | 6.103 | 93,96 | 94 |

1. （规范性）  
   溴甲烷的色谱图和质谱图
   1. 溴甲烷色谱图



* 1. 溴甲烷质谱图

