

LS

中华人民共和国粮食行业标准

XX/T XXXXX—XXXX

粮油检验 粮食中硫酰氟残留量的测定
气相色谱法

Inspection of grain and oils—Determination of Sulfuryl fluoride residues in grains—
Gas chromatography

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

国家粮食和物资储备局 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。

本文件由国家粮食和物资储备局提出。

本文件由全国粮油标准化技术委员会（SAC/TC 270）归口。

本文件起草单位：国家粮食和物资储备局科学研究院、中储粮成都储藏研究院有限公司、山东省粮油检测中心、中检集团中原农食产品检测（河南）有限公司、奥普乐科技集团（成都）有限公司。

本文件主要起草人：张艳、吴乾坤、陈恺、宋晓杰、王佳雅、严晓平、韩逸陶、谢刚、任凌云、刘稼骏、宗珊盈、李文。

粮油检验 粮食中硫酰氟残留量的测定 气相色谱法

1 范围

本文件规定了粮食中硫酰氟残留量的气相色谱检测方法。
本文件适用于粮食中硫酰氟残留量的测定。

2 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/T 5491 粮食、油料检验 扦样、分样法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样在密闭容器中经加热使硫酰氟释放，经过一定时间后可达到平衡，采用顶空进样注入具有电子捕获检测器的气相色谱仪分析测定，以保留时间定性，外标法定量。

5 试剂和材料

5.1 硫酰氟标准气体

经国家认证并授予标准物质证书的标准气体。

5.2 气密进样针：100 μL ，最小分度值 2 μL 。

5.3 气密进样针：25 μL ，最小分度值 1 μL 。

5.4 顶空瓶：容积 20 mL。

5.5 气体采样袋：0.5 L~2 L，装配直通阀和硅胶垫，材质为聚全氟乙丙烯膜（FEP）或其他具有相同性能的材质。

5.6 导管：硅胶材质软管，直径与气体采样袋的管口适配。

5.7 温度计：最小分度值 1 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.8 压力计：最小分度值 100 Pa。

6 仪器和设备

6.1 气相色谱仪：配有电子捕获检测器（ECD）和顶空进样器。

6.2 天平：感量 0.01 g。

7 分析步骤

7.1 扦样与分样

按GB/T 5491执行。实验室收到样品后应立即进行样品制备。

7.2 样品制备

称取试样5.00 g±0.05 g于顶空瓶内，立即旋紧瓶盖，冷藏保存。

注：如试样不能立即上机测试，应冷藏保存。

7.3 气相色谱参考条件

气相色谱柱：HP-PLOT Q柱（30 m×0.53 mm，40 μm），或性能相当者；

检测器温度：230 ℃；

进样口温度：200 ℃；

色谱柱升温程序：50 ℃保持4 min，20 ℃/min升温至150 ℃，保持2 min，20 ℃/min降温至50 ℃，保持1 min；

分流比：20：1；

流速：4 mL/min；

顶空进样器条件：平衡温度为80 ℃，平衡时间为30 min，针温为110 ℃，传输线温度为110 ℃；

进样量：2 s；

载气：氮气；

7.4 试样测定

将制备的试样上机分析，测得其峰面积，根据相应标准曲线，计算出试样中硫酰氟残留的含量，每个样品进行2次独立测定。气相色谱图参见附录A。

7.5 标准曲线的制作

7.5.1 标准使用气的取用

用导管连接标准气体钢瓶与气体采样袋，缓慢充入约三分之一体积，关闭钢瓶阀门和采样袋阀门，在采样袋的各个接口处涂抹肥皂水，检查确认无漏气。打开气体采样袋阀门，按压排出袋内气体，置换袋内空气。重复置换3次后充装，现用现取。

警告——硫酰氟具有中等毒性，操作过程应在通风柜中进行并配戴手套，减少暴露。

7.5.2 标准曲线的配制

采用基质标准曲线法：顶空瓶内加入与待测样品同种类的空白样品5.00 g±0.05 g，旋紧瓶盖，用进样针抽取硫酰氟标准使用气6 μL、8 μL、10 μL、20 μL、50 μL、60 μL注入顶空瓶内，摇匀。针孔应靠近隔垫边缘。经顶空-气相色谱分析后，以标准各点含硫酰氟的量为横坐标，相对应色谱峰峰面积为纵坐标，得到标准曲线回归方程。配制标准曲线时应记录环境温度和大气压强。

根据标准曲线，计算出试样中硫酰氟残留含量。

7.6 空白试验

称取5.00 g±0.05 g空白试样，按7.4的步骤做空白试验，确定在硫酰氟的保留时间没有干扰峰。

8 结果计算

8.1 标准曲线各级别含量

标准曲线各级别中硫酰氟含量按公式（1）计算：

$$\omega = \frac{\beta \times 273.15 \times P \times v \times 10^6}{(t + 273.15) \times 101325 \times 10^6} \dots \dots \dots (1)$$

式中：

ω ——标准曲线某一级别中硫酰氟的量，ng；

β ——标准状态下标准气体的质量浓度，mg/L；

P ——温度 t 下的大气压强，Pa；

v ——所取标准使用气的体积，μL；

t ——采集标准使用气时的温度，℃；

273.15 ——标准状态下的绝对温度，K；

101325 ——标准大气压强，Pa。

注：标准状态指温度273.15K（0℃）压力101.325kPa时的气体状态。
结果保留至小数点后一位。

8.2 样品中硫酰氟的含量

样品中硫酰氟的含量按公式（2）计算：

$$X = \frac{\omega \times 1000}{m \times 1000 \times 1000} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

X ——样品中硫酰氟的含量，mg/kg；

ω ——由标准曲线得到样品中硫酰氟的量，ng；

m ——样品质量，g；

1000 ——换算系数。

计算结果以重复性条件下获得的2次独立测定结果的算术平均值表示，保留两位有效数字。

9 精密度

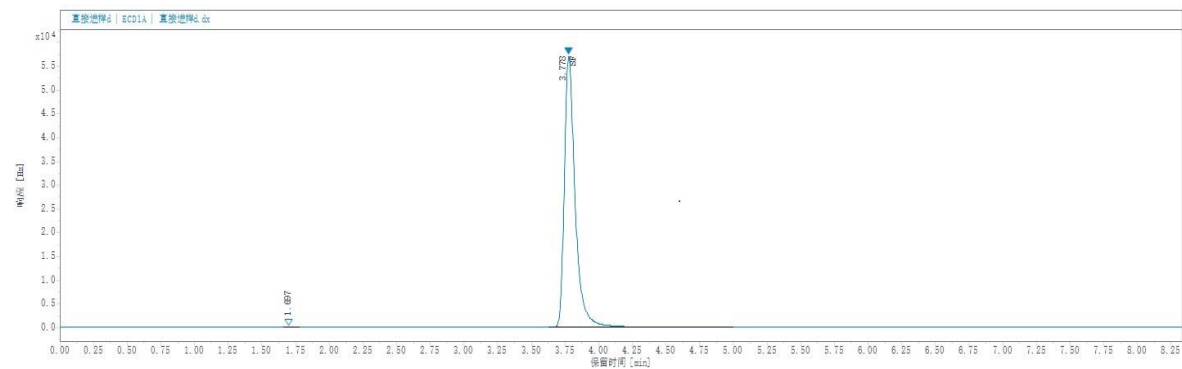
在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的20%。

10 其他

本方法检出限为3 μg/kg，定量限为10 μg/kg。

附 录 A
(资料性)
气相色谱图

A. 1 标准物质色谱图见 A. 1



图A. 1 硫酰氟标准物质气相色谱图