

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.176—2003

---

## 茶叶、水果、食用植物油中 三氯杀螨醇残留量的测定

Determination of dicofol residues in tea,  
fruits, edible vegetable oils

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

## 前 言

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准负责起草单位：福建省卫生防疫站；参加起草单位：福建师范大学化学系、福建省茶叶质量检测中心站。

本标准主要起草人：赵道辉、林国斌、林升清、连锦明、张莹。

## 引 言

三氯杀螨醇(dicofol)是一种低毒杀螨剂,已在我国柑橘、苹果、梨及棉花上获得登记。由于有些三氯杀螨醇纯度不高,含有滴滴涕杂质,所以禁止在茶树上使用。我国规定三氯杀螨醇在柑橘、苹果、梨等水果中的残留限量为 5 mg/kg,在棉籽油中的残留限量为 0.1 mg/kg,在茶叶中的残留限量为 0.1 mg/kg。本标准提供测定三氯杀螨醇残留量的方法,作为以上残留限量国家标准的配套测定方法。

## 茶叶、水果、食用植物油中 三氯杀螨醇残留量的测定

### 1 范围

本标准规定了茶叶、水果、食用植物油中三氯杀螨醇残留量的测定方法。

本标准适用于茶叶、水果、食用植物油中三氯杀螨醇残留量的测定。

本方法的最低检测量为  $8.0 \times 10^{-3}$  ng。当取水果、茶叶试样量为 5.0 g 定容体积为 10 mL, 本方法最低检测浓度为  $1.6 \times 10^{-2}$  mg/kg, 测定下限为  $9.6 \times 10^{-2}$  mg/kg。当取油样量 1.0 g 定容 2 mL, 本方法最低检测浓度为  $1.6 \times 10^{-2}$  mg/kg, 测定下限为  $9.6 \times 10^{-2}$  mg/kg。

本方法的最佳线性范围:  $8.0 \times 10^{-3}$  ng~1.0 ng。

### 2 原理

试样中的三氯杀螨醇经提取, 其提取液与标准系列同时用酸净化后, 用配有电子捕获检测器的气相色谱仪测定, 根据色谱峰的保留时间定性, 与标准比较定量。

### 3 试剂

3.1 苯。

3.2 石油醚: 沸程  $30^{\circ}\text{C} \sim 60^{\circ}\text{C}$ 。

3.3 丙酮。

3.4 硫酸(GR)。

3.5 无水硫酸钠:  $650^{\circ}\text{C}$  灼烧 4 h, 置于干燥器内备用。

3.6 硫酸钠溶液: 20 g/L。

3.7 三氯杀螨醇标准溶液: 准确称取(精确至 0.0001 g)三氯杀螨醇标准品(dicofol, 纯度  $\geq 99\%$ ), 用苯配制成 100.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的标准储备液。

3.8 三氯杀螨醇标准使用液: 将上述标准储备液以石油醚稀释至适宜浓度, 一般为 0.05  $\mu\text{g}/\text{mL} \sim 1.00 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。

### 4 仪器和设备

4.1 气相色谱仪, 具有电子捕获检测器(ECD)。

4.2 小型粉碎机。

4.3 组织捣碎机。

4.4 超声波清洗器。

4.5 离心机: 4 000 r/min。

### 5 分析步骤

#### 5.1 预处理

5.1.1 水果: 称取梨或苹果等水果试样约 200 g, 于捣碎机中捣碎、混匀。称取匀浆约 5 g(精确至 0.01 g), 于 50 mL 具塞三角瓶中, 加 10 mL~15 mL 丙酮, 超声波振荡 15 min, 过滤于 125 mL 分液漏斗中, 残渣用丙酮洗涤 4 次, 每次 4 mL, 用少许丙酮洗涤漏斗和滤纸, 合并滤液 30 mL~40 mL, 加石油醚 20 mL, 振荡 1 min。加 20 mL 硫酸钠溶液(20 g/L), 振荡 1 min, 静置分层, 弃去下层水溶液。用滤纸擦干分液漏斗颈内外的水, 然后将石油醚缓缓放出, 经盛有约 10 g 无水硫酸钠的漏斗, 滤入 50 mL 三角瓶中。再以少量石油醚分 3 次洗涤原分液漏斗、滤纸和漏斗, 洗液并入滤液中, 将石油醚浓缩, 移入

10 mL 具塞试管中,定容至 10.0 mL。

5.1.2 茶叶:取具有代表性的茶叶试样 100 g,粉碎后混匀称取约 5 g 的试样(精确至 0.01 g),置于 125 mL 具塞锥形瓶中,加 20 mL 石油醚,于超声波清洗器上振荡 30 min,滤入 50 mL 具有刻度比色管中,以 15 mL 石油醚分 3 次洗涤残渣,洗液并入比色管中,将石油醚浓缩,最后以石油醚定容至 10.0 mL。

5.1.3 称取具有代表性的均匀食用油试样约 1.00 g(精确至 0.01 g),以石油醚溶解于 10 mL 试管中,定容至 10.0 mL。

### 5.2 净化

吸取试样提取液 5.0 mL 至 10 mL 比色管中,加 0.5 mL 浓硫酸,盖上试管塞。振摇数次后,打开塞子放气,然后振摇 1 min,于 1 600 r/min 离心 15 min,用吸管把上清液分别移入干净具塞试管中(油试样需将上清液浓缩至 1.00 mL),供气相色谱法测定。

### 5.3 标准曲线绘制

配制三氯杀螨醇标准系列 0、0.05、0.10、0.25、0.50、0.75、1.00  $\mu\text{g}/\text{mL}$  分别各取 5.0 mL,加 0.5 mL 浓硫酸酸化,振摇 1 min,于 1 600 r/min 的离心机离心 15 min 之后,上清液分别吸入另一组具塞比色管中待进样,进样量均为 1.0  $\mu\text{L}$ 。

### 5.4 测定

#### 5.4.1 色谱分析

吸取已净化过的三氯杀螨醇标准使用液和试样净化液各 1.0  $\mu\text{L}$  进样,分别重复 3 次。以保留时间定性,以试样的峰面积与标准的峰面积比较定量。在上述色谱条件下,三氯杀螨醇的保留时间为 6.9 min。

#### 5.4.2 气相色谱参考条件

色谱柱:DB-1 型弹性石英毛细管柱,30 m $\times$ 0.25 mm(内径)。

色谱柱温度:240 $^{\circ}\text{C}$ ;进样口温度:280 $^{\circ}\text{C}$ ;检测器温度:300 $^{\circ}\text{C}$ 。

载气( $\text{N}_2$ ):纯度 $\geq$ 99.99%,流量:50 mL/min,压力:150 kPa,分流比:50:1。

#### 5.4.3 气相色谱图

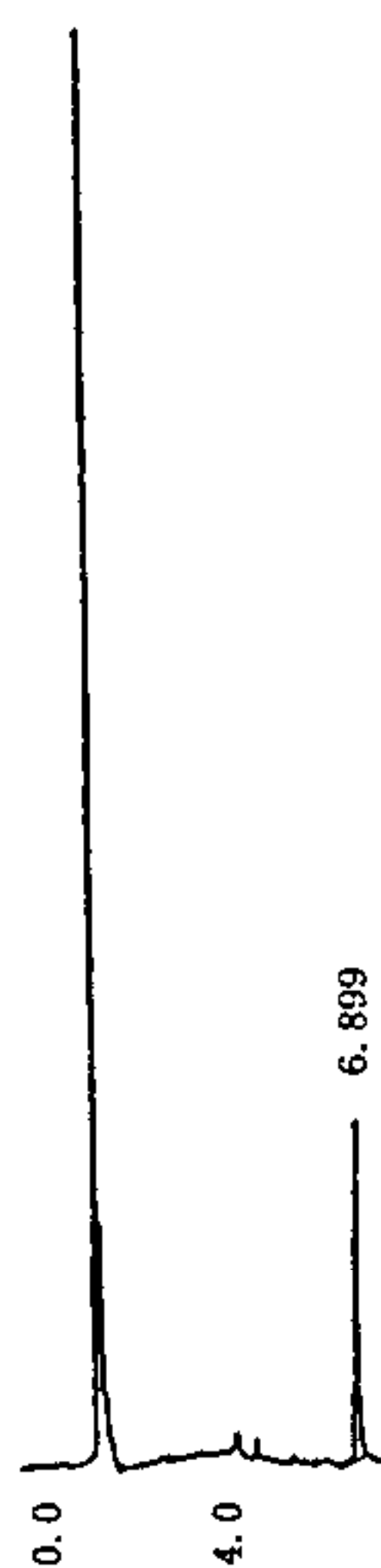


图 1 三氯杀螨醇标准谱图

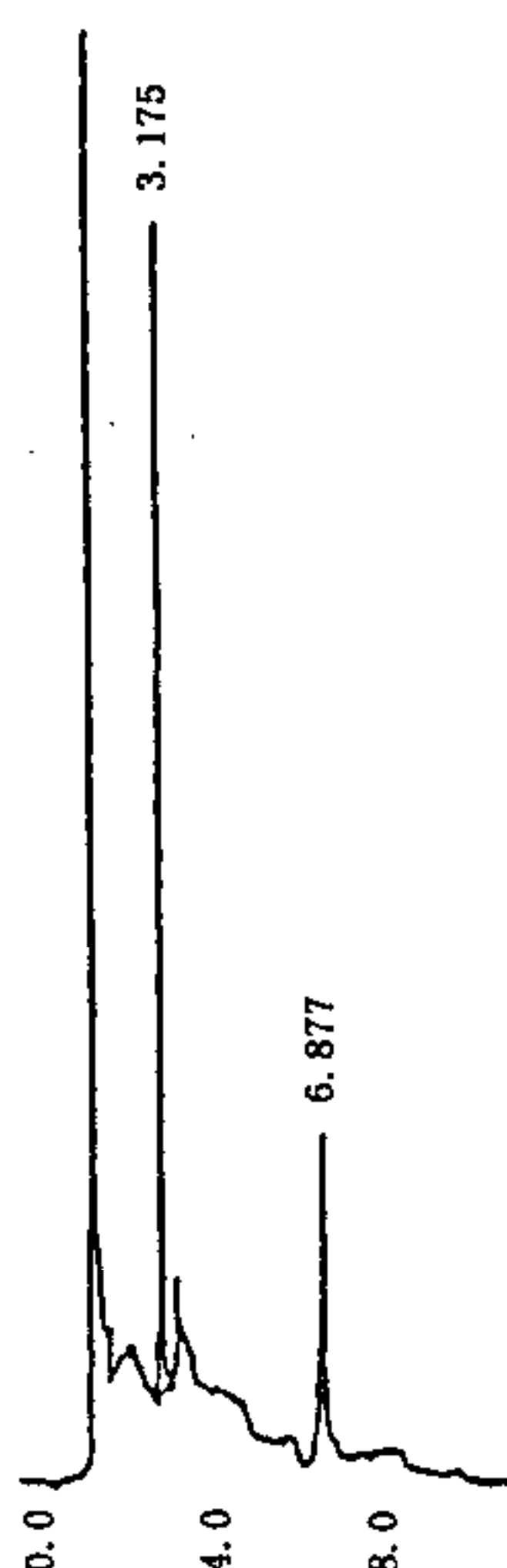


图 2 梨样加标回收色谱图

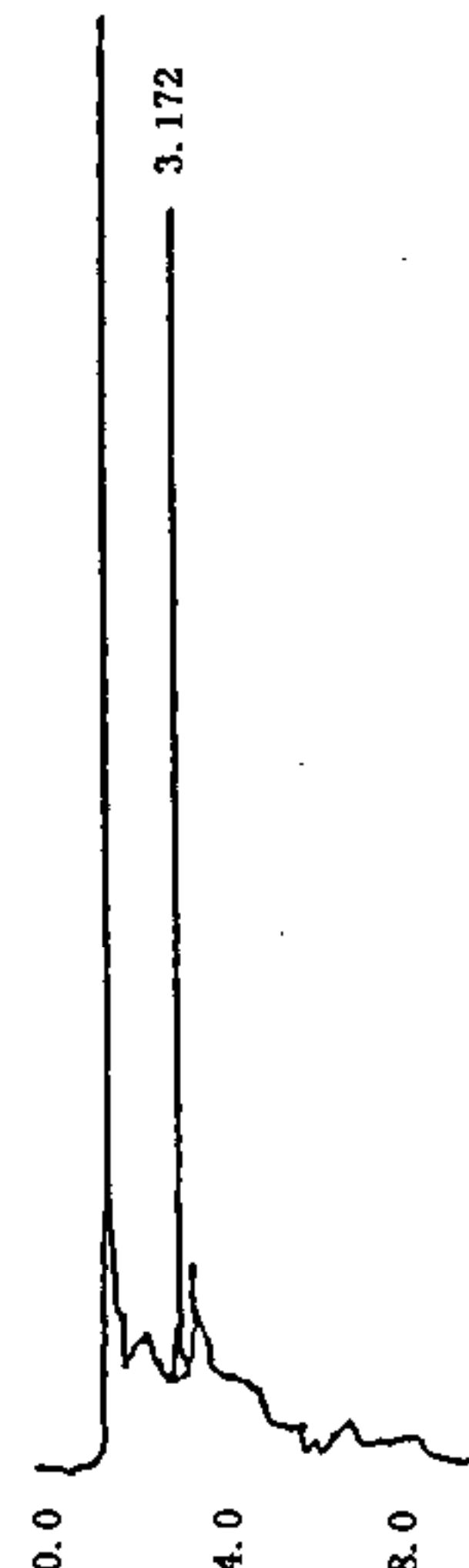


图 3 梨试样色谱图

## 6 结果计算

食品中三氯杀螨醇残留量按下式计算：

$$\rho = \frac{A_x \times c_0 \times V_0 \times V_1}{A_0 \times V_2 \times m}$$

式中：

- $\rho$ ——试样中三氯杀螨醇残留量，单位为毫克每千克(mg/kg)；  
 $A_x$ ——试样峰面积；  
 $c_0$ ——标样质量浓度，单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ )；  
 $A_0$ ——标样峰面积；  
 $V_0$ ——标样进样量，单位为微升( $\mu\text{L}$ )；  
 $V_1$ ——试样定容体积，单位为毫升(mL)；  
 $V_2$ ——试样进样体积，单位为微升( $\mu\text{L}$ )；  
 $m$ ——试样质量，单位为克(g)。

## 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10%。

---