



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

中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会

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 8.0×10^{-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 1.6×10^{-2} mg/kg, 测定下限为 9.6×10^{-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 1.6×10^{-2} mg/kg, 测定下限为 9.6×10^{-2} mg/kg。

本方法的最佳线性范围: 8.0×10^{-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°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