

调查研究

珠海市市售茶叶中有机氯农药残留量调查

白艳玲 冯翠霞 林丽玲 陈剑刚

(广东省珠海市疾病预防控制中心, 广东 珠海 519002)

摘要:目的 了解珠海市市售茶叶中有机氯农药残留状况。方法 2006年在珠海市茶叶销售店抽取茶叶样本132份,参照GB/T 5009.19—2003食品中六六六、滴滴涕残留量的测定之第一法,采用毛细管气相色谱法进行检测。结果 所测132份样品中,六六六检出率40.9%,检出量均未超过国家标准。滴滴涕检出率58.3%,超标率19.7%,所检4种茶叶中只有乌龙茶有样品超标,超标率达27.1%。结论 珠海市市售茶叶中乌龙茶的有机氯农药残留状况比较严重,应引起重视,加强监管。

关键词:农药残留量;林丹;滴滴涕;茶叶

Investigation on Organochlorine Pesticide Residues in Tea Samples Sailed in Zhuhai City

BAI Yan-ling, FENG Cui-xia, LIN Li-ling, CHEN Jian-gang

(Zhuhai Municipal Center for Disease Control and Prevention, Guangdong Zhuhai 519002, China)

Abstract: **Objective** To understand the situation of organochlorine pesticide residues in tea sailed in Zhuhai city. **Method** In 2006, the contents of HCH and DDT of 132 tea samples randomly collected from markets were determined by capillary gas chromatography according to national standard GB/T 5009.19—2003 "Determination of HCH and DDT residues in foods". **Results** The detection rate of HCH was 40.9% and concentration was below the standard limit in all samples. The detection rate of DDT was 58.3%, and the over standard rate was 19.7%. Oolong tea exceeded the standard with the rate at 27.1%. **Conclusion** The Oolong tea sailed in Zhuhai city could be seriously contaminated by organochlorine pesticides. **Key word:** Pesticide Residues; Lindane; DDT; FOLIUM CAMELLIAE

茶叶是我国的特产,饮茶是我国的传统习惯,随着人民生活水平的提高,茶文化的兴起,茶叶的需求越来越大,人们对食品安全也越来越重视,对茶叶的卫生质量更加关注。1972年农业部明文规定禁止在茶叶、果树和蔬菜上使用高残留农药(六六六、滴滴涕),为了解茶叶中有机氯农药的残留情况,2006年抽取珠海市市售茶叶132份进行六六六、滴滴涕农药的检测。

1 材料与方法

1.1 样品来源 来自2006年在珠海市茶叶销售店抽取的茶叶样本132份,按所采样品种类分为4种,其中乌龙茶(铁观音、乌龙茶)96份,普洱茶21份,绿茶10份,红茶5份。

1.2 仪器 日本岛津2010气相色谱仪带电子捕获检测器,自动进样器。

1.3 测定方法 参照GB/T 5009.19—2003食品中六六六、滴滴涕残留量的测定第一法^[1],改用毛细管气相色谱法进行检测。色谱条件:DB-1毛细管柱

30 m × 0.25 mm × 0.25 μm,检测器温度280℃,进样口温度250℃,柱温:起始160℃,保持1 min,以10℃/min升至200℃,保持6 min,再以10℃/min升至220℃,保持7 min,最后以50℃/min升至250℃,保持3 min。载气(高纯氮)1 ml/min;尾吹气(高纯氮)28 ml/min;分流比1:10。

1.4 质量控制 有机氯农药标准溶液购自国家标准物质中心。各组分的检出限分别为(μg/kg):α-六六六:0.005、β-六六六:0.011、γ-六六六:0.0075、δ-六六六:0.0095、p,p'-DDE:0.016、p,p'-DDD:0.037、o,p'-DDT:0.034和p,p'-DDT:0.034;加标回收:取未检出六六六、滴滴涕的铁观音茶,添加六六六(4种异构体合计)、滴滴涕(DDE、DDD、o,p'-DDT和p,p'-DDT合计)标准液混合,添加浓度分别为0.10 mg/kg,重复测定3次,平均回收率六六六为94.0%、滴滴涕为95.0%。

茶叶是多年根生植物,本身杂质含量较高,为排除杂峰的干扰,对检出的阳性样品,通过改变色谱条件重分析——柱温条件,将起始170℃,保持1 min,以10℃/min升至220℃,保持10 min,改为起始160℃,保持1 min,以10℃/min升至200℃,保持6

作者简介:白艳玲 女 主任技师

min ,再以 10 /min升至220 ,保持 7 min ,最后以 50 /min升至250 ,保持 3 min。 更换色谱柱,将 DB - 1 毛细管柱改为 DB - 5 毛细管柱。通过改变柱温条件,提高分离效果,特别是最后在250 ,保持 3 min ,将保留时间长的杂质赶跑,以免影响下一试样的结果。改变色谱柱可进一步确证阳性结果。

1.5 评价方法 GB 9679 —1988 茶叶卫生标准 ,六六六 ≤0.2 mg/kg (紧压茶 0.4 mg/kg) ,滴滴涕 ≤0.2 mg/kg。

2 结果

有机氯农药检测结果见表 1、表 2。

表 1 茶叶中六六六残留量检测结果

品种	样品份数	检出份数	检出率 (%)	超标份数	超标率 (%)	检出范围 (mg/kg)	均值 (mg/kg)	标准差 (s)
乌龙茶	96	45	46.9	0	0	0.00092 ~ 0.097	0.015	0.019
普洱茶	21	4	19.0	0	0	0.0082 ~ 0.022	0.012	0.0067
绿茶	10	2	20.0	0	0	0.014 ~ 0.027	0.020	0.0092
红茶	5	3	60.0	0	0	0.0023 ~ 0.0071	0.0053	0.0026
合计	132	54	40.9	0	0	-	-	-

注 :“ - ”为无此数据。

表 2 茶叶中滴滴涕残留量检测结果

品种	样品份数	检出份数	检出率 (%)	超标份数	超标率 (%)	检出范围 (mg/kg)	均值 (mg/kg)	标准差 (s)
乌龙茶	96	69	71.9	26	27.1	0.0039 ~ 3.8	0.33	0.54
普洱茶	21	1	4.76	0	0	0.072	0.072	-
绿茶	10	5	50.0	0	0	0.011 ~ 0.16	0.10	0.058
红茶	5	2	40.0	0	0	0.045 ~ 0.050	0.048	0.0035
合计	132	77	58.3	26	19.7	-	-	-

注 :“ - ”为无此数据。

3 讨论

经检测 ,茶叶的六六六总检出率为 40.9 % ,检出率最高是红茶 ,普洱茶最低 ;检出量均未超过国家标准。滴滴涕总检出率为 58.3 % ,检出率最高是乌龙茶 ,最低是普洱茶 ,总超标率 19.7 % ,所检茶叶中只有乌龙茶的滴滴涕超标 ,超标率达到 27.1 % ,其中一份铁观音样品的滴滴涕含量达到 3.8 mg/kg ,是国家标准的 19 倍。检测结果表明珠海市市售的茶叶中有机氯农药普遍存在 ,乌龙茶的有机氯农药残留状况比较严重。我国已于 20 世纪 70 年代末期停止使用有机氯农药 ,但从本次调查发现 ,茶叶中的有机氯还是普遍存在 ,而且有些样品的滴滴涕严重超标。经查阅有关文献^[3] ,造成滴滴涕超标的原因是使用了三氯杀螨醇农药 ,生产三氯杀螨醇的主要原

料为滴滴涕原液 ,在氯化段的转化率一般为 70 %左右 ,若后续未进行提纯 ,或提纯不彻底则成品中就不同程度地含有滴滴涕 ,当茶农使用了该农药时 ,实际上间接使用了难降解的滴滴涕农药 ,因此应控制三氯杀螨醇在茶叶种植上的使用 ,加强管理和监测 ,防止农药残留超标的茶叶进入市场 ,保障食品安全。

参考文献

[1] 中华人民共和国国家标准. 食品卫生检验方法. 理化部分 (一) [M]. 北京 :中国标准出版社 ,2004 :153-155.

[2] 中华人民共和国国家标准. 食品卫生国家标准汇编 (2) [M]. 北京 :中国标准出版社 ,2002 :55.

[3] 赵道辉,吴晶文,倪蕾,等. 茶叶中三氯杀螨醇、六六六及滴滴涕农药残留量检测与现状分析[J]. 中国卫生检验杂志 ,2004 ,14 (3) :327-328.

[收稿日期 :2008 - 04 - 17]