

T B

团 体 标 准

T/ NAIA×××-××××

葡萄酒中 2, 4, 6-三氯苯甲醚和 2, 6-二氯
苯甲醚的测定
气相色谱法

×××××-×××××发布

×××××-×××××实施

前 言

本文件按照 GB/T1.1-2020 《标准化工作导则第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》规定编写。
本文件由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：宁夏回族自治区食品检测研究院（国家市场监管重点实验室（枸杞和葡萄酒质量安全））、宁夏回族自治区标准化研究院、宁夏化学分析测试协会、宁夏农产品质量标准与检测技术研究所。

本文件主要起草人：马桂娟、刘继辉、张瑶、王紫昕、汤丽华、吴明、吕毅、张小飞、杨春霞、陈盼盼、王琛、王泽岚。

本文件为首次发布。

葡萄酒中 2, 4, 6-三氯苯甲醚和 2, 6-二氯苯甲醚的测定 气相色谱法

1 范围

本文件规定了葡萄酒中 2,4,6-三氯苯甲醚和 2,6-二氯苯甲醚的气相色谱法检测方法。
本文件适用于葡萄酒中 2,4,6-三氯苯甲醚和 2,6-二氯苯甲醚含量的测定。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

葡萄酒中残留的 2,4,6-三氯苯甲醚和 2,6-二氯苯甲醚在一定温度和时间会达到气液平衡状态，取一定量的葡萄酒于密闭容器中，采用固相微萃取方法富集待测组分，气相色谱法测定，外标法定量。

5 试剂与材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 无水乙醇：色谱纯。

5.1.2 氯化钠：优级纯。

5.2 溶液配制

乙醇溶液（12%，体积分数）：吸取 12mL 无水乙醇（5.1.1）至 100mL 容量瓶中，用水定容混匀。

5.3 标准品

5.3.1 2,4,6-三氯苯甲醚(2,4,6-Trichloroanisole, CAS 号：87-40-1, $C_7H_5Cl_3O$): 纯度 $\geq 99\%$

5.3.2 2,6-二氯苯甲醚(2,6-Dichloroanisole, CAS 号：1984-65-2, $C_7H_6Cl_2O$): 纯度 $\geq 99\%$

5.4 标准溶液制备

5.4.1 标准储备液(1000mg/L)：分别准确称取适量 2,4,6-三氯苯甲醚和 2,6-二氯苯甲醚于容量瓶中用无水乙醇配制成 1000mg/L 标准储备液， $-18^{\circ}C$ 保存，有效期为一周。

5.4.2 标准工作液：根据需要，用乙醇溶液（5.2）配制适当浓度的标准工作液，临用现配。

6 仪器和设备

6.1 气相色谱仪： μ -ECD 电子捕获检测器。

6.2 分析天平：感量 0.1mg 和 0.01g。

6.3 涡旋混合器。

6.4 恒温水浴锅：配有磁力搅拌功能

6.5 固相微萃取装置。

6.6 固相微萃取头：涂层厚为 100 μ m 的聚二甲硅烷纤维头

6.7 顶空进样瓶：20mL

7 分析步骤

7.1 试样制备

平静葡萄酒：样品混匀后装入清洁容器内作为试样，加封并标明标记，待测。

起泡葡萄酒：取 100 mL 样品在室温下，使用水平振荡器或超声波水浴脱气，直至无气泡逸出，加封并标明标记，待测。

7.2 试样的提取

将待测葡萄酒按 5.0 mL 每份转移至顶空瓶中，加入 1.0g 氯化钠并加入磁子，密封后并振摇 10min。将样品瓶放在恒温磁力搅拌器中，在 40℃ 水浴锅中不断搅拌，使用固相微萃取装置在顶空瓶中萃取 30min 然后上机测定。

7.3 气相色谱参考条件

7.3.1 色谱柱：HP-5 MS 60 m×0.25 mm×0.25 μm 或性能相当者。

7.3.2 进样口温度(℃)：260

7.3.3 进样方式：不分流

7.3.4 流速(mL/min)：1.0

7.3.5 μ-ECD 检测器温度(℃)：330

7.3.6 气相色谱升温条件见表 1

表 1：气相色谱程序升温条件

	速率 (°C/min)	温度 (min)	保持时间 (min)
(初始温度)	---	80	2
阶升(1)	7	180	3
阶升(2)	8	280	8

7.4 标准曲线的制作

分别准确吸取 5mL 标准工作溶液 (5.4.2)，按照 7.2 进行富集，将标准曲线工作液按浓度由低到高的顺序分别注入气相色谱仪，以标准曲线工作液中 2,4,6-三氯苯甲醚和 2,6-二氯苯甲醚的质量浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。2,4,6-三氯苯甲醚和 2,6-二氯苯甲醚标准品的色谱图参见附录 A。

7.5 试样溶液的测定

将试样溶液注入气相色谱仪中，得到色谱峰的保留时间和峰面积，根据标准曲线得到待测液中 2,4,6-三氯苯甲醚和 2,6-二氯苯甲醚的浓度。待测样液中 2,4,6-三氯苯甲醚和 2,6-二氯苯甲醚的响应值应在标准工作曲线的线性范围内，超过线性范围则应稀释后再进样分析。

7.6 空白试验

空白除不加试样外，均按上述步骤进行。

8 结果计算和表述

试样中 2,4,6-三氯苯甲醚和 2,6-二氯苯甲醚含量按式 (1) 进行计算：

$$X = \frac{(c - c_0) \times V_1}{V_2} \dots \dots \dots (1)$$

式中：

X —试样中 2,4,6-三氯苯甲醚和 2,6-二氯苯甲醚含量，单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$)；

C —测定溶液浓度，单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$)；

C_0 —空白溶液浓度，单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$)；

V_1 —试样定容体积，单位为毫升 (mL)；

V_2 —试样体积，单位为毫升 (mL)；

计算结果应扣除空白值，结果保留三位有效数字。

9 精密度

在重复性测定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%。

10 定量限

本方法的 2,4,6-三氯苯甲醚和 2,6-二氯苯甲醚的分别为定量限为 0.2ng/L 和 20ng/L。

附录 A
(资料性附录)

2,4,6-三氯苯甲醚和 2,6-二氯苯甲醚标准品的色谱图

2,4,6-三氯苯甲醚和 2,6-二氯苯甲醚的色谱图见图 A。

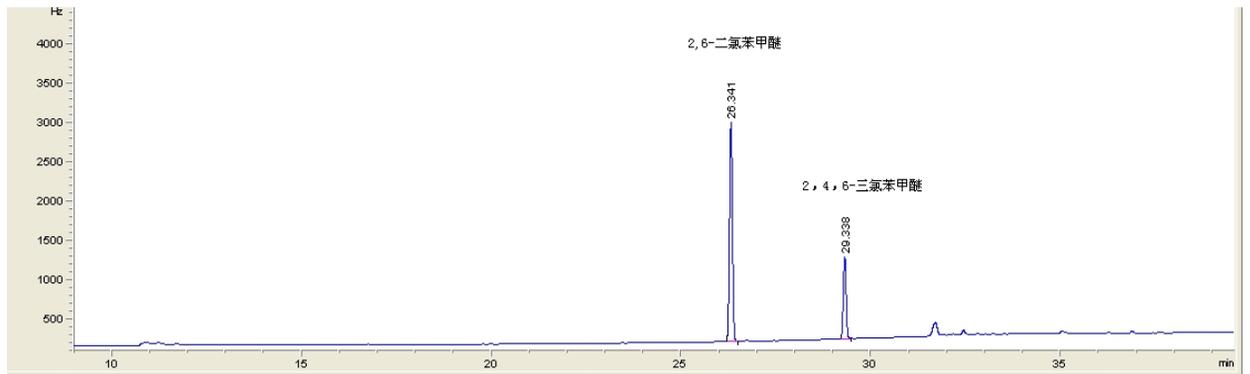


图 A 2,4,6-三氯苯甲醚和 2,6-二氯苯甲醚的色谱图



