

# 气相色谱法快速测定茶叶中有机氯、 拟除虫菊酯和有机磷农药残留

杨永坛<sup>1,2\*</sup>, 陈士恒<sup>1,2</sup>, 史晓梅<sup>1,2</sup>, 章晴<sup>1,2</sup>

(1. 中粮营养健康研究院, 北京 102209; 2. 北京市营养健康与食品安全重点实验室, 北京 102209)

**摘要:** **目的** 建立 QuEChERS 提取净化结合气相色谱技术同时测定茶叶中有机氯、拟除虫菊酯和有机磷 66 种农药残留的方法。**方法** 20 mL 乙腈(含 1%乙酸)提取溶剂与 5 g 干燥茶样混匀后, 加入 4 g 无水氯化钠和 1 g 乙酸钠, 漩涡振摇 2 min 后超声提取 20 min, 离心(8000 r/min, 5 min), 吸取上清液(10 mL)与净化剂(250 mg PSA、250 mg GCB、1 g MgSO<sub>4</sub>)漩涡混合 2 min 后离心(8000 r/min, 5 min), 上清液经浓缩复溶后一部分直接注入气相色谱-电子捕获检测器检测, 另一部分经气相色谱-火焰光度检测器检测。**结果** 通过对提取溶剂种类和净化剂用量等进行优化, 添加水平为 0.05~0.20 mg/kg 时, 回收率在 73.75%~117.18%之间, 精密度在 0.36%~9.29%之间, 线性范围在 0.02~4.0 mg/kg 之间( $R^2 > 0.99$ ), 检测限在 0.001~0.024 mg/kg 之间, 定量限在 0.003~0.08 mg/kg 之间, 基本满足国内外对茶叶中农药最低残留量的标准要求。**结论** 本方法简便快速, 准确性好, 成本低, 已用于市面上销售的茶叶产品中有机氯、拟除虫菊酯和有机磷类农药残留测定, 结果均低于国家标准 GB2763-2014 中规定的最大残留量要求。

**关键词:** 有机氯农药; 拟除虫菊酯农药; 有机磷农药; QuEChERS; 气相色谱法; 茶叶

## Rapid determination of multi-residues of organochlorine, pyrethroid and organophosphorus in tea by gas chromatography

YANG Yong-Tan<sup>1,2\*</sup>, CHEN Shi-Heng<sup>1,2</sup>, SHI Xiao-Mei<sup>1,2</sup>, ZHANG Qing<sup>1,2</sup>

(1. COFCO Nutrition & Health Research Institute, Beijing 102209, China; 2. Beijing Key Laboratory of Nutrition Health and Food Safety, Beijing 102209, China)

**ABSTRACT: Objective** Gas chromatography (with FPD/ECD detector) was applied to the rapid determination of 66 organochlorine, pyrethroid and organophosphorus pesticides residues in tea with sample pretreatment using QuEChERS method. **Methods** For extraction of pesticide residues, 5.0 g dry samples were dissolved in 20 mL of acetonitrile (containing 1% acetic acid), and then vortex-mixed with 4 g of NaCl and 1 g of NaAc. After 20 min of ultrasound extraction, samples were centrifuged with 8000 r/min for 5 min. Then 10 mL supernatant was taken and vortex-mixed for 2 min after the addition of 250 mg of PSA, 250 mg of GCB, 1 g of MgSO<sub>4</sub> and centrifuged with 8000 r/min for 5 min. After high speed centrifugation, nitrogen flushing concentration, and filtration, the samples were detected by GC-SPD and GC-ECD. **Results** Under the optimized conditions, the average recoveries of the method ranged from 73.75% to 117.18% at the fortification

基金项目: 中粮集团公司资助项目(2013-C2-F013)

**Fund:** Supported by the Fundamental Research Project of COFCO Corporation (2013-C2-F013)

\*通讯作者: 杨永坛, 高级工程师, 主要研究方向为色谱-质谱在食品安全中的应用。E-mail: yangyongtan@cofco.com

\*Corresponding author: YANG Yong-Tan, Senior Engineer, Food Quality & Safety Centre, COFCO Nutrition & Health Research Institute, Future Science and Technology Park South No.4 Road, Beiqijia, Changping District, Beijing 102209, China. E-mail: yangyongtan@cofco.com

level of 0.05~0.20 mg/kg with RSD of 0.36%~9.29%. The linear ranges were 0.02~4.0 mg/kg ( $R^2 > 0.99$ ), limits of detection (LOD) were 0.001~0.024 mg/kg, and limits of quantitation (LOQ) were 0.003~0.08 mg/kg.

**Conclusion** The method is simple, rapid, accurate and low-cost with few impurity disturbs and it is suitable for the detection of organochlorine, pyrethroid and organophosphorus pesticides in tea. The detection results of all organochlorine, pyrethroid and organophosphorus pesticides residues are under the maximum residue limits of GB 2763-2014.

**KEY WORDS:** organochlorine; pyrethroid; organophosphorus pesticides; dispersive solid-phase extraction; gas chromatography; tea

## 1 引言

我国种植和生产茶叶的历史悠久, 茶叶也是我国重要出口创汇的经济作物。因具有抗癌、防治突变、延缓衰老等功效, 茶叶成为国内外消费者普遍欢迎的饮品<sup>[1-2]</sup>。有机氯、拟除虫菊酯和有机磷等农药种类在茶叶的生长过程中使用频繁, 有关其安全性的报道研究越来越多, 因此它们的残留安全性受到广泛关注<sup>[3]</sup>。茶叶中农药残留量的确证检测十分重要, GB 2763-2014(将于 2014 年 8 月起实施)规定了茶叶中多种农药的最大残留量(MRL)<sup>[4]</sup>。另一方面, 作为我国茶叶进口国家的欧盟和日本也制定了严格要求, 欧盟对大多数农药采用方法检出限作为 MRL<sup>[5]</sup>。日本肯定列表中与茶叶有关的农药残留限量标准规定多达 200 多项, 其最大残留限量标准十分苛刻。

茶叶含有较多的生物碱、糖类、色素和有机酸等大分子物质<sup>[6]</sup>, 基质复杂导致对其进行痕量农药残留的检测时, 容易产生严重的基质干扰。茶叶样品的常用前处理方法有固相萃取、QuEChERS 法、加速溶剂萃取、凝胶渗透色谱等<sup>[7-10]</sup>。QuEChERS 方法, 是在 2003 年由 Anastassiades 和 Lehotay 等开发的样品前处理技术, 具有快速、简单、便宜、有效、可靠和安全等优点<sup>[11]</sup>。气相色谱法是常用的茶叶农药残留仪器检测方法, 其中电子捕获检测器(ECD)对电负性强的化合物有响应, 可以用来测定有机氯和拟除虫菊酯类农药。火焰光度检测器(FPD)对含硫、磷的化合物有特异性响应, 是有机磷类农药检测常用检测器。

目前针对茶叶中农药残留检测方法的报道已有很多, 但多是针对某一类农药<sup>[12-13]</sup>。本文参考国内外茶叶相关限量标准, 用气相色谱法测定有机氯、拟除虫菊酯和有机磷农药。茶叶经乙腈(含 1%乙酸)溶液提取, QuEChERS 方法净化后, 有机氯和拟除虫菊酯

农药使用 ECD 检测器测定, 有机磷农药经 FPD 检测器测定。

## 2 材料与方法

### 2.1 仪器与试剂

7890A 气相色谱仪(配 FPD 检测器, 安捷伦科技有限公司, 美国); GC-2010 Plus 气相色谱仪(配 ECD 检测器, 日本岛津公司); TG 16-II 台式高速离心机(平凡仪器仪表, 长沙); BSA 224S-CW 电子天平(赛多利斯集团, 德国); SB-3200 DTDN 超声波清洗机(新芝生物科技股份有限公司, 宁波); HGC-24A 氮吹仪(恒奥科技发展有限公司, 天津); QL-902 旋涡混合器(其林贝尔仪器制造有限公司, 海门)。

66 种有机氯、拟除虫菊酯和有机磷农药标准品(纯度在 81.0%~99.6% 之间, 均购自德国 Dr. Ehrenstorfer GmbH 公司); 无水硫酸镁、无水氯化钠、无水乙酸钠、乙酸(分析纯, 国药集团化学试剂有限公司); 乙二胺-*N*-丙基硅烷(PSA)、石墨化碳(北京 BESEP 公司); 乙腈、正己烷(色谱纯, 美国 Fisher 公司)。

所有茶叶样品购自市场和超市。

### 2.2 方法

#### 2.2.1 标准溶液的配制

精确称取农药标准品, 用甲苯-丙酮混合溶液或正己烷配制成 1 g/L 的单一农药标准储备液, 于 -20 °C 条件下储存。逐一吸取一定体积的单个农药标准储备液分别注入同一容量瓶中, 有机氯、拟除虫菊酯农药用正己烷稀释至刻度, 有机磷农药用丙酮稀释至刻度, 配制成 10 mg/L 的混合农药标准储备液, 于 -20 °C 条件下储存。

#### 2.2.2 色谱条件

有机氯、拟除虫菊酯农药: 色谱柱: DB-35ms(30 m×0.25 mm×0.25 μm); 程序升温: 100 °C 保持 2 min,

然后以 10 °C/min 升温至 300 °C, 保持 18 min; 载气: 高纯氮气, 恒流模式, 流速为 1.0 mL/min; 进样口温度: 220 °C; 进样方式: 分流进样, 分流比: 10:1; 进样量: 1  $\mu$ L; 检测器温度 320 °C。

有机磷农药: 色谱柱: DB-5ms(30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25  $\mu$ m); 程序升温: 80 °C 保持 1 min, 然后以 10 °C/min 升温至 280 °C, 保持 5 min, 以 20 °C/min 升温至 300 °C, 保持 18 min; 载气: 高纯氮气, 恒流模式, 流速为 1.0 mL/min; 进样口温度: 220 °C; 进样方式: 不分流进样; 进样量: 1  $\mu$ L; 检测器温度 250 °C; H<sub>2</sub> 流量: 75 mL/min, 空气流量: 100 mL/min。

### 2.2.3 前处理方法

称取 5.00 g 茶叶精确至 0.01 g, 于 50 mL 离心管中, 加入 20 mL 乙腈(含 1% 乙酸), 然后加入 4 g 无水氯化钠和 1 g 无水乙酸钠, 充分振荡涡旋 2 min, 然后超声 20 min, 8000 r/min 离心 5 min。取 10 mL 上清液于装有 250 mg GCB、250 mg PSA 和 1 g 无水硫酸镁的 10 mL 离心管中, 充分振荡涡旋 2 min, 8000 r/min 离心 5 min, 取 4 mL 上层清液于刻度试管中, 常温条件下氮吹至 1 mL 以下, 使用乙腈定容至 1.0 mL, 过 0.25  $\mu$ m 有机滤膜后 FPD 检测; 另取 1 mL 上层清液于 10 mL 塑料离心管中, 常温条件下氮吹至干, 使用正己烷定容至 1.0 mL, 过 0.25  $\mu$ m 有机滤膜后 ECD 检测。

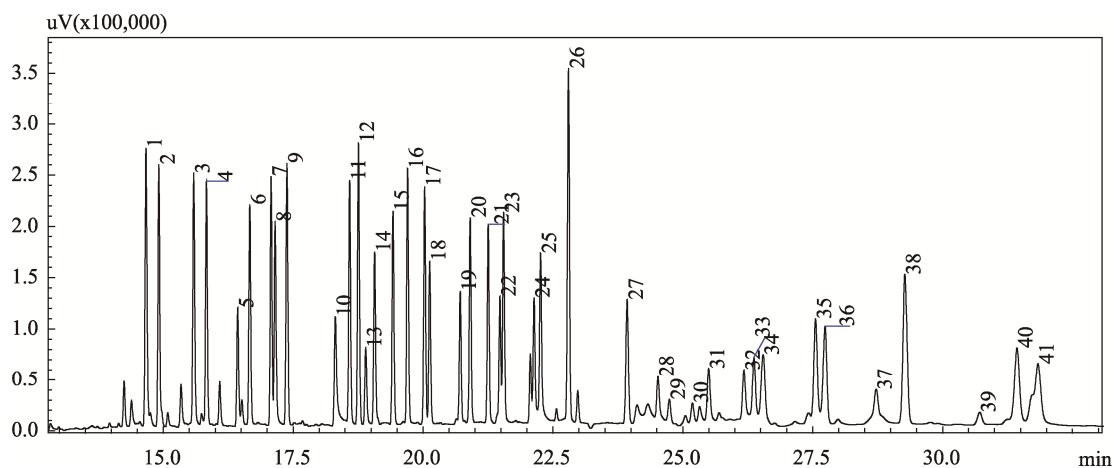
## 3 结果与讨论

### 3.1 色谱柱的选择

实验选用 DB-5ms 和 DB-35ms 两种毛细管色谱柱, 规格均为 30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25  $\mu$ m。DB-5ms 的固定相类似于含 5% 苯基聚甲基硅氧烷, 是弱极性毛细管柱; DB-35ms 的固定相类似于含 35% 苯基聚甲基硅氧烷, 是中等极性毛细管柱。在选定色谱条件下, DB-5ms 对有机氯和拟除虫菊酯农药的分离不佳。DB-35ms 具有更好的耐高温性能, 可在检测时通过设置更高的柱箱温度净化色谱柱, 降低基线升高对下一次分析造成的干扰, 因此本实验选择 DB-35ms 分离有机氯和拟除虫菊酯农药; DB-35ms 对有机磷农药均分离效果不佳, 其中马拉硫磷和毒死蜱、丙溴磷和杀扑磷基线未分开, 选择 DB-5ms 作为分离有机磷农药的色谱柱。优化条件下的有机氯、拟除虫菊酯农药基质匹配标准溶液色谱图见图 1(a)。优化条件下的有机磷农药基质匹配标准溶液色谱图见图 1(b)。

### 3.2 提取溶剂的优化选择

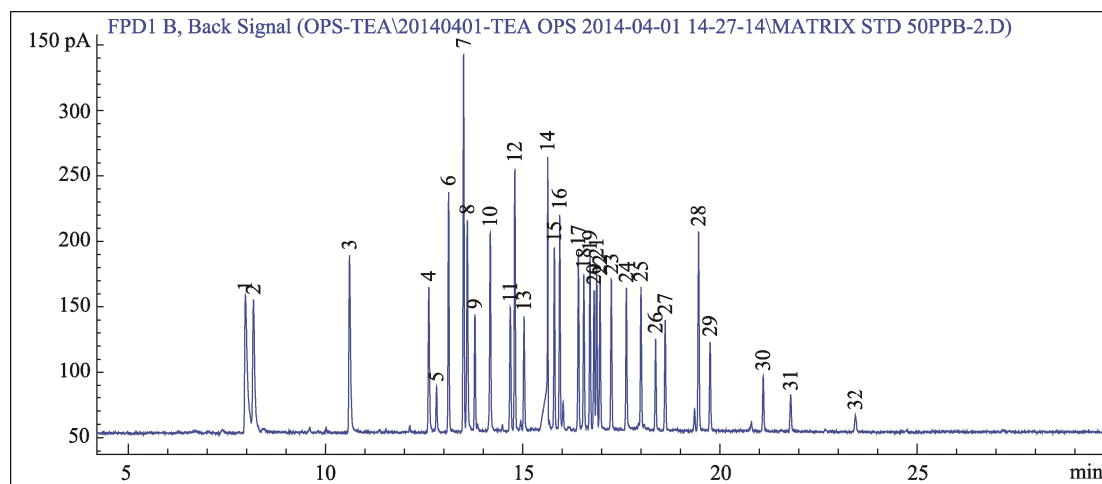
实验分别考察了乙腈、乙酸乙酯和乙酸乙酯-正己烷(1:1, v:v) 3 种提取溶剂对目标农药添加回收率的影响。乙酸乙酯是中等极性溶剂, 在提取一些极性较大的有机磷农药时回收率较差, 例如甲胺磷、乙酰甲



(1-六氯苯; 2- $\alpha$ -六六六; 3-五氯硝基苯; 4- $\gamma$ -六六六; 5- $\beta$ -六六六; 6-七氯; 7- $\delta$ -六六六; 8-百菌清; 9-艾氏剂; 10-三氯杀螨醇; 11-环氧七氯 B; 12-环氧七氯 A; 13-腐霉利; 14-*o,p'*-滴滴伊; 15- $\alpha$ -硫丹; 16-*p,p'*-滴滴伊; 17-狄氏剂; 18-*o,p'*-滴滴涕; 19-*o,p'*-滴滴涕; 20-*p,p'*-滴滴涕; 21- $\beta$ -硫丹; 22-*p,p'*-滴滴涕; 23-联苯菊酯; 24-硫丹硫酸酯; 25-甲氰菊酯; 26-高效氯氟氰菊酯; 27-灭蚁灵; 28/29-氯菊酯; 30-吡蚜灵; 31/35/36-氟胺氰菊酯; 32/33/34-氯氟菊酯; 37/38-高效氟戊菊酯; 39/40-溴氰菊酯; 41-苯醚甲环唑)

图 1(a) 34 种有机氯和拟除虫菊酯农药基质匹配标准溶液色谱图

Fig.1 (a) The chromatograms of the 34 organochlorine and pyrethroid pesticides matrix-match standard solutions



(1-甲胺磷; 2-敌敌畏; 3-乙酰甲胺磷; 4-氧乐果; 5-内吸磷; 6-灭线磷; 7-治螟磷; 8-久效磷; 9-甲拌磷; 10-乐果; 11-特丁硫磷; 12-地虫硫磷; 13-氯唑磷; 14-磷胺; 15-甲基毒死蜱; 16-甲基对硫磷; 17-杀螟硫磷; 18-马拉硫磷; 19-毒死蜱; 20-倍硫磷; 21-对硫磷; 22-水胺硫磷; 23-甲基异柳磷; 24-硫环磷; 25-杀扑磷; 26-苯线磷; 27-丙溴磷; 28-乙硫磷; 29-三唑磷; 30-亚胺硫磷; 31-伏杀硫磷; 32-蝇毒磷)

图 1(b) 32 种有机磷农药基质匹配标准溶液色谱图

Fig.1 (b) The chromatograms of the 32 organophosphorous pesticides matrix-match standard solutions

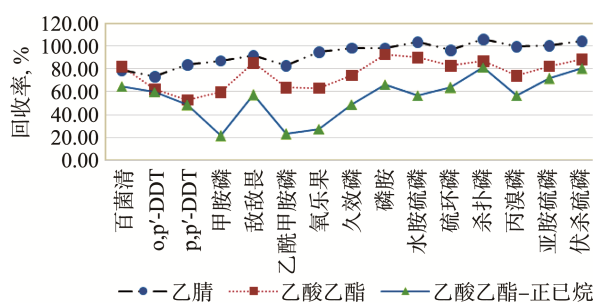


图 2 不同提取溶剂对农药添加回收率的影响

Fig. 2 The effect of different extraction solvents on the multi-pesticides recoveries

胺磷和氧乐果的添加回收率分别为 59.8%、63.6%和 63.6%。乙酸乙酯-正己烷(1:1, v:v)对基质中的杂质提取较少, 对后续的净化较为有利, 但对多数有机磷农药的提取率低, 尤其甲胺磷的添加回收率小于 30%, 因此也不适合选作提取溶剂。乙腈是极性较强的溶剂, 能够渗透到茶叶组织内部, 增加提取效果, 所有目标农药的添加回收率在 73.1%~109.1%之间。因此实验中采用乙腈作为提取溶剂, 而在提取溶剂中添加 1% 体积分数的乙酸, 能保证不同极性农药的回收率均能达到要求。

### 3.3 GCB 用量的优化选择

PSA 是弱阴离子交换吸附剂, 可以有效去除脂肪酸、糖以及其他能形成氢键的成分<sup>[14]</sup>。GCB 的使

用通常是用来去除色素, 特别是胡萝卜素<sup>[15]</sup>。PSA 和 GCB 同时使用可以去除大部分基质干扰物。然而 GCB 对平面结构的农药化合物具有强烈的吸附作用<sup>[16]</sup>。选择不含农药的茶叶空白样品, 添加一定浓度的农药混合标准品, 按照 2.2 所述的前处理过程, 在净化步骤固定选用 250 mg PSA, GCB 的用量从 50 mg 增加到 300 mg, 考察 GCB 对目标分析物回收率的影响。结果表明 GCB 的用量小于 100 mg 时, 不会产生明显的吸附作用, 66 种农药的添加回收率在 80%~110%之间, 但是样品处理完后颜色较重, 基质干扰严重。GCB 的用量增加到 300 mg 时, 乙酰甲胺磷、氧乐果和六氯苯的添加回收率都小于 60%(见图 3)。综合考虑添加回收率和茶叶样品的净化效果, 在前处理过程中选择 GCB 的用量为 250 mg, 用以净化 10 mL 的样品提取溶液。

### 3.4 方法的线性范围和检出限

用空白茶叶样品制备样品空白提取液, 作为基质匹配标准溶液的稀释液。将 10 mg/L 的混合标准储备液逐级稀释, 配制成基质匹配混合标准溶液, 按照 2.2 的实验条件进行测定, 以 66 种农药的质量浓度对相应的峰面积绘制标准曲线, 求得线性方程及相关系数。以  $S/N=3$  计算方法中农药的检出限 (LOD), 以  $S/N=10$  计算方法中农药的定量限 (LOQ), 详见表 1。

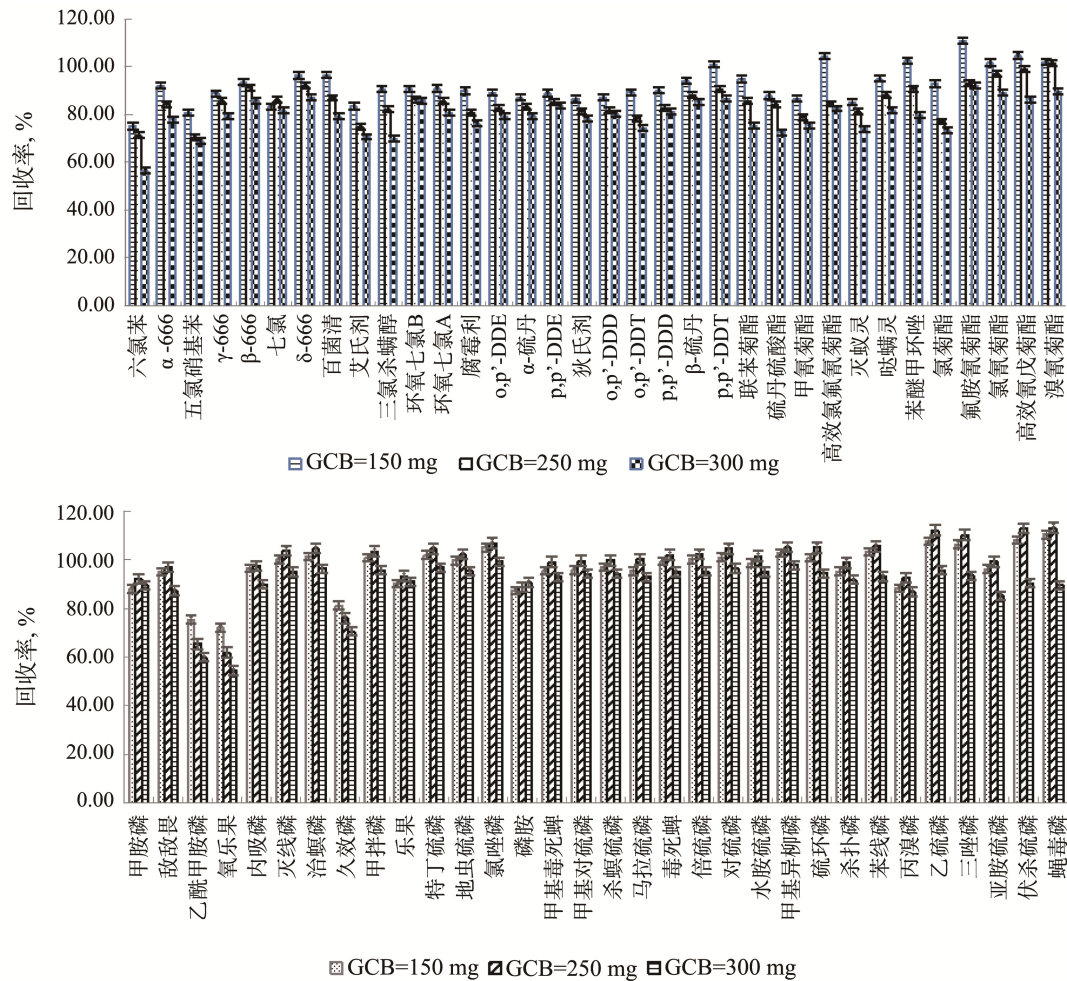


图 3 GCB 用量对有机氯、拟除虫菊酯和有机磷农药加标回收率的影响

Fig. 3 The effect of different dosage of GCB on the organochlorine, pyrethroid and organophosphorus pesticides recoveries

### 3.5 方法的加标回收和精密度实验

为考察方法的准确度,按照 2.2 所确定的方法,在相应线性范围内进行了三个水平(0.05、0.10、0.20 mg/kg)的添加回收率实验,每个水平做 5 个平行,茶叶中 66 种有机氯、拟除虫菊酯和有机磷农药的回收率均在 70%~120%之间(详见表 2),相对标准偏差(RSD)均小于 10%。

### 3.6 方法应用

为了验证方法的可行性,应用本方法对市场购买的茶叶样品进行上述 66 种有机氯、拟除虫菊酯和有机磷类农药的测定,结果见表 3。实验显示 6 个茶叶样品均被检出农药残留,但未超过 GB 2763-2014 中对茶叶最大残留限量的规定,但超过其他食品中的限量要求,如样品 5 中灭线磷的残留量为

0.278 mg/kg,远大于其他食品中 0.02 mg/kg 的限量要求;样品 3、4 中毒死蜱的残留量为 0.164 mg/kg,远大于其他食品中 0.05 mg/kg 的限量要求。

## 4 结论

建立了 QuEChERS-气相色谱法测定茶叶中 66 种有机氯、拟除虫菊酯和有机磷类农药残留量的方法,方法灵敏度能满足国内外食品安全标准对茶叶的最大残留限量要求。在 0.05~0.20 mg/kg 的添加水平,66 种农药的平均回收率是 74.98%~117.18%,相对标准偏差( $n=5$ )是 1.46%~9.29%,检出限是 0.001~0.024 mg/kg,定量是 0.003~0.08 mg/kg。本方法简便快速,准确性好,操作步骤少,采用 GC-ECD/FPD 作为 QuEChERS 技术后续的检测方法,成本低廉,较适用于在基层企业进行推广。

表 1 有机氯、拟除虫菊酯和有机磷农药的线性范围、相关系数  $R^2$ 、检出限和定量限(mg/kg)  
 Table 1 Linear equations, correlation coefficients, limits of detection (LOD) and limits of quantitation (LOQ) of organochlorine, pyrethroid and organophosphorus pesticides matrix-match standard solutions(mg/kg)

| 农药名称          | 保留时间(min) |       |       | 线性范围<br>(mg/L) | 线性方程                   | $R^2$ | 检出限   | 定量限   |
|---------------|-----------|-------|-------|----------------|------------------------|-------|-------|-------|
| 六氯苯           | 14.67     |       |       | 0.02~1.0       | $Y=2163018.1X+90338.9$ | 0.990 | 0.001 | 0.003 |
| $\alpha$ -六六六 | 14.91     |       |       | 0.02~1.0       | $Y=1899586.2X+26207.4$ | 0.994 | 0.001 | 0.004 |
| 五氯硝基苯         | 15.59     |       |       | 0.02~1.0       | $Y=1781874.4X+58498.2$ | 0.991 | 0.001 | 0.003 |
| $\gamma$ -六六六 | 15.83     |       |       | 0.02~1.0       | $Y=1727614.5X+4991.5$  | 0.996 | 0.001 | 0.004 |
| $\beta$ -六六六  | 16.43     |       |       | 0.02~1.0       | $Y=1003618.6X+22321.9$ | 0.994 | 0.001 | 0.004 |
| 七氯            | 16.66     |       |       | 0.02~1.0       | $Y=1321344.5X+5383.2$  | 0.998 | 0.001 | 0.003 |
| $\delta$ -六六六 | 17.07     |       |       | 0.02~1.0       | $Y=1391764.7X-2587.1$  | 0.997 | 0.001 | 0.003 |
| 百菌清           | 17.15     |       |       | 0.02~1.0       | $Y=888614.9X-27383.8$  | 0.999 | 0.001 | 0.003 |
| 艾氏剂           | 17.38     |       |       | 0.02~1.0       | $Y=2022418.3X+44808.1$ | 0.992 | 0.001 | 0.003 |
| 三氯杀螨醇         | 18.31     |       |       | 0.08~4.0       | $Y=262275.2X+55359.9$  | 0.992 | 0.007 | 0.022 |
| 环氧七氯 B        | 18.59     |       |       | 0.02~1.0       | $Y=1883074.5X+54124.4$ | 0.993 | 0.001 | 0.003 |
| 环氧七氯 A        | 18.76     |       |       | 0.02~1.0       | $Y=2117769.8X+59148.6$ | 0.993 | 0.001 | 0.003 |
| 腐霉利           | 18.90     |       |       | 0.02~1.0       | $Y=513996.5X+41118.7$  | 0.991 | 0.002 | 0.008 |
| $o,p'$ -滴滴伊   | 19.07     |       |       | 0.02~1.0       | $Y=1389871.5X+56842.8$ | 0.990 | 0.001 | 0.004 |
| $\alpha$ -硫丹  | 19.42     |       |       | 0.02~1.0       | $Y=1672785.3X+41671.1$ | 0.994 | 0.001 | 0.004 |
| $p,p'$ -滴滴伊   | 19.70     |       |       | 0.02~1.0       | $Y=2051267.2X+47494.7$ | 0.993 | 0.001 | 0.003 |
| 狄氏剂           | 20.03     |       |       | 0.02~1.0       | $Y=1896553.6X+40658.4$ | 0.994 | 0.001 | 0.004 |
| $o,p'$ -滴滴滴   | 20.13     |       |       | 0.02~1.0       | $Y=1337541.1X+67630.7$ | 0.994 | 0.001 | 0.004 |
| $o,p'$ -滴滴涕   | 20.72     |       |       | 0.02~1.0       | $Y=836576.1X-21107.5$  | 0.999 | 0.003 | 0.009 |
| $p,p'$ -滴滴滴   | 20.91     |       |       | 0.02~1.0       | $Y=1614715.2X+51570.9$ | 0.997 | 0.001 | 0.003 |
| $\beta$ -硫丹   | 21.25     |       |       | 0.02~1.0       | $Y=1437219.2X+46497.3$ | 0.994 | 0.001 | 0.003 |
| $p,p'$ -滴滴涕   | 21.48     |       |       | 0.02~1.0       | $Y=717563.3X-34327.9$  | 0.995 | 0.003 | 0.011 |
| 联苯菊酯          | 21.55     |       |       | 0.08~4.0       | $Y=429337.2X+84559.5$  | 0.992 | 0.004 | 0.012 |
| 硫丹硫酸酯         | 22.14     |       |       | 0.02~1.0       | $Y=539776.6X+8289.3$   | 0.999 | 0.001 | 0.003 |
| 甲氰菊酯          | 22.26     |       |       | 0.02~1.0       | $Y=308494.0X+46982.9$  | 0.994 | 0.002 | 0.008 |
| 高效氯氟氰菊酯       | 22.80     |       |       | 0.02~1.0       | $Y=751518.1X+46362.1$  | 0.997 | 0.003 | 0.009 |
| 灭蚊灵           | 23.93     |       |       | 0.02~1.0       | $Y=1439115.1X+40042.3$ | 0.995 | 0.002 | 0.006 |
| 氯菊酯           | 24.52     |       |       | 0.08~4.0       | $Y=213011.1X+38294.6$  | 0.990 | 0.024 | 0.080 |
| 吡螨灵           | 25.18     |       |       | 0.08~4.0       | $Y=44870.4X+9965.0$    | 0.990 | 0.007 | 0.022 |
| 氟胺氰菊酯         | 25.50     | 27.56 | 27.73 | 0.08~4.0       | $Y=801031.8X-42473.5$  | 0.999 | 0.016 | 0.053 |
| 氯氰菊酯          | 26.18     | 26.37 | 26.55 | 0.08~4.0       | $Y=716532.1X+38564.7$  | 0.997 | 0.014 | 0.046 |
| 高效氰戊菊酯        | 28.72     | 29.28 |       | 0.08~4.0       | $Y=639457.4X-1480.8$   | 0.999 | 0.011 | 0.036 |
| 溴氰菊酯          | 30.71     | 31.44 |       | 0.08~4.0       | $Y=344686.1X-21913.4$  | 0.999 | 0.013 | 0.044 |

续表 1

| 农药名称  | 保留时间(min) | 线性范围<br>(mg/L) | 线性方程                  | $R^2$ | 检出限   | 定量限   |
|-------|-----------|----------------|-----------------------|-------|-------|-------|
| 苯醚甲环唑 | 31.84     | 0.08~4.0       | $Y=553119.5X+26083.5$ | 0.996 | 0.011 | 0.038 |
| 甲胺磷   | 7.95      | 0.02~0.5       | $Y=10614.3X-22.3$     | 0.994 | 0.004 | 0.013 |
| 敌敌畏   | 8.18      | 0.02~0.5       | $Y=7810.8X-9.9$       | 0.995 | 0.003 | 0.009 |
| 乙酰甲胺磷 | 10.60     | 0.02~0.5       | $Y=8067.7X-8.2$       | 1.000 | 0.003 | 0.010 |
| 氧乐果   | 12.61     | 0.02~0.5       | $Y=5116.3X-8.0$       | 0.998 | 0.003 | 0.010 |
| 内吸磷   | 12.81     | 0.02~0.5       | $Y=1626.0X-6.6$       | 0.999 | 0.005 | 0.016 |
| 灭线磷   | 13.12     | 0.02~0.5       | $Y=7167.2X-7.5$       | 1.000 | 0.001 | 0.004 |
| 治螟磷   | 13.50     | 0.02~0.5       | $Y=11578.1X-8.9$      | 0.999 | 0.001 | 0.003 |
| 久效磷   | 13.57     | 0.02~0.5       | $Y=7661.7X-10.9$      | 0.992 | 0.002 | 0.006 |
| 甲拌磷   | 13.79     | 0.02~0.5       | $Y=3857.6X-9.1$       | 0.993 | 0.005 | 0.016 |
| 乐果    | 14.17     | 0.02~0.5       | $Y=6923.6X-13.4$      | 0.995 | 0.002 | 0.006 |
| 特丁硫磷  | 14.68     | 0.02~0.5       | $Y=4448.6X-4.8$       | 0.991 | 0.005 | 0.018 |
| 地虫硫磷  | 14.79     | 0.02~0.5       | $Y=7474.8X+14.6$      | 1.000 | 0.001 | 0.003 |
| 氯唑磷   | 15.03     | 0.02~0.5       | $Y=3632.8X-1.6$       | 0.996 | 0.003 | 0.011 |
| 磷胺    | 15.57     | 0.02~0.5       | $Y=4031.5X+163.2$     | 0.994 | 0.001 | 0.003 |
| 甲基毒死蜱 | 15.78     | 0.02~0.5       | $Y=5402.8X-0.13$      | 1.000 | 0.002 | 0.006 |
| 甲基对硫磷 | 15.92     | 0.02~0.5       | $Y=6503.6X-8.8$       | 0.997 | 0.002 | 0.006 |
| 杀螟硫磷  | 16.40     | 0.02~0.5       | $Y=5450.3X-3.9$       | 0.999 | 0.002 | 0.007 |
| 马拉硫磷  | 16.54     | 0.02~0.5       | $Y=4899.8X-0.68$      | 0.999 | 0.002 | 0.007 |
| 毒死蜱   | 16.70     | 0.02~0.5       | $Y=4639.3X+20.3$      | 0.992 | 0.001 | 0.004 |
| 倍硫磷   | 16.80     | 0.02~0.5       | $Y=4281.1X-1.7$       | 0.991 | 0.004 | 0.013 |
| 对硫磷   | 16.87     | 0.02~0.5       | $Y=5151.6X-2.6$       | 1.000 | 0.002 | 0.007 |
| 水胺硫磷  | 16.95     | 0.02~0.5       | $Y=4482.5X+0.56$      | 0.995 | 0.002 | 0.008 |
| 甲基异柳磷 | 17.24     | 0.02~0.5       | $Y=4562.6X+3.6$       | 1.000 | 0.002 | 0.008 |
| 硫环磷   | 17.62     | 0.02~0.5       | $Y=3768.1X+21.3$      | 0.994 | 0.002 | 0.008 |
| 杀扑磷   | 17.99     | 0.02~0.5       | $Y=4134.4X+11.6$      | 0.996 | 0.002 | 0.008 |
| 苯线磷   | 18.41     | 0.02~0.5       | $Y=2334.4X+10.5$      | 0.992 | 0.006 | 0.020 |
| 丙溴磷   | 18.61     | 0.02~0.5       | $Y=3156.7X+11.2$      | 0.996 | 0.003 | 0.009 |
| 乙硫磷   | 19.45     | 0.02~0.5       | $Y=5655.6X+23.9$      | 0.997 | 0.002 | 0.005 |
| 三唑磷   | 19.75     | 0.02~0.5       | $Y=2364.6X+17.7$      | 0.998 | 0.003 | 0.009 |
| 亚胺硫磷  | 21.09     | 0.02~0.5       | $Y=1536.5X+13.9$      | 1.000 | 0.004 | 0.014 |
| 伏杀硫磷  | 21.78     | 0.02~0.5       | $Y=1109.1X+13.7$      | 0.995 | 0.006 | 0.019 |
| 蝇毒磷   | 23.42     | 0.02~0.5       | $Y=639.8X+8.5$        | 0.999 | 0.007 | 0.020 |

表 2 有机氯、拟除虫菊酯和有机磷农药添加回收实验的平均回收率(%)和相对标准偏差(%)

Table 2 Average spiked recoveries (%) and relative standard deviations (RSD, %) of the organochlorine, pyrethroid and organophosphorus pesticides

| 序号 | 农药名称             | 添加浓度 0.05 mg/kg |      | 添加浓度 0.10 mg/kg |      | 添加浓度 0.20 mg/kg |      |
|----|------------------|-----------------|------|-----------------|------|-----------------|------|
|    |                  | 平均回收率           | RSD  | 平均回收率           | RSD  | 平均回收率           | RSD  |
| 1  | 六氯苯              | 106.11          | 6.56 | 87.76           | 3.48 | 89.67           | 1.25 |
| 2  | $\alpha$ -六六六    | 112.68          | 5.28 | 106.16          | 1.55 | 104.79          | 1.98 |
| 3  | 五氯硝基苯            | 110.66          | 4.31 | 97.09           | 1.59 | 96.56           | 1.57 |
| 4  | $\gamma$ -六六六    | 79.71           | 3.82 | 85.42           | 5.33 | 93.30           | 2.07 |
| 5  | $\beta$ -六六六     | 106.17          | 3.56 | 101.06          | 1.98 | 92.94           | 1.18 |
| 6  | 七氯               | 108.08          | 2.44 | 92.24           | 4.42 | 94.54           | 4.63 |
| 7  | $\delta$ -六六六    | 115.61          | 3.59 | 109.47          | 1.42 | 98.89           | 0.36 |
| 8  | 百菌清              | 78.50           | 4.56 | 80.57           | 3.78 | 80.06           | 2.32 |
| 9  | 艾氏剂              | 112.16          | 7.78 | 99.37           | 3.97 | 96.50           | 2.19 |
| 10 | 三氯杀螨醇            | 103.72          | 6.69 | 108.36          | 4.14 | 86.97           | 6.36 |
| 11 | 环氧七氯 B           | 100.32          | 4.54 | 104.74          | 2.58 | 96.00           | 0.53 |
| 12 | 环氧七氯 A           | 115.50          | 7.89 | 103.67          | 0.91 | 101.02          | 0.57 |
| 13 | 腐霉利              | 105.54          | 4.77 | 102.85          | 3.22 | 99.79           | 0.61 |
| 14 | <i>o,p'</i> -DDE | 105.59          | 5.70 | 106.11          | 0.90 | 98.96           | 1.55 |
| 15 | $\alpha$ -硫丹     | 95.44           | 4.66 | 104.71          | 2.88 | 99.91           | 0.69 |
| 16 | <i>p,p'</i> -DDE | 112.82          | 6.47 | 104.27          | 7.22 | 95.22           | 3.09 |
| 17 | 狄氏剂              | 86.70           | 3.00 | 104.11          | 2.43 | 101.55          | 0.41 |
| 18 | <i>o,p'</i> -DDD | 82.51           | 2.85 | 105.00          | 2.56 | 104.06          | 2.80 |
| 19 | <i>o,p'</i> -DDT | 83.42           | 5.05 | 95.06           | 8.41 | 73.75           | 0.78 |
| 20 | <i>p,p'</i> -DDD | 99.04           | 6.40 | 105.38          | 3.39 | 106.13          | 3.58 |
| 21 | $\beta$ -硫丹      | 109.83          | 5.01 | 102.18          | 1.40 | 101.76          | 0.38 |
| 22 | <i>p,p'</i> -DDT | 93.28           | 3.65 | 95.93           | 8.34 | 87.13           | 5.09 |
| 23 | 联苯菊酯             | 117.18          | 3.99 | 113.82          | 5.32 | 110.81          | 1.97 |
| 24 | 硫丹硫酸酯            | 112.61          | 5.53 | 86.75           | 7.47 | 89.46           | 3.15 |
| 25 | 甲氰菊酯             | 82.32           | 7.69 | 91.53           | 1.62 | 109.69          | 1.22 |
| 26 | 高效氯氟氰菊酯          | 101.61          | 5.21 | 107.27          | 3.53 | 108.69          | 1.41 |
| 27 | 灭蚊灵              | 109.76          | 1.94 | 99.21           | 1.54 | 94.11           | 2.97 |
| 28 | 氯菊酯              | 103.12          | 5.31 | 96.46           | 6.59 | 109.89          | 2.92 |
| 29 | 哒螨灵              | 113.21          | 4.49 | 106.05          | 3.23 | 100.61          | 1.45 |
| 30 | 氟胺氰菊酯            | 111.60          | 5.77 | 94.44           | 1.61 | 104.83          | 1.63 |
| 31 | 氯氰菊酯             | 88.35           | 7.58 | 112.90          | 4.63 | 103.27          | 0.51 |
| 32 | 高效氰戊菊酯           | 107.55          | 7.25 | 108.72          | 4.09 | 101.46          | 0.44 |



续表 2

| 序号 | 农药名称  | 添加浓度 0.05 mg/kg |      | 添加浓度 0.10 mg/kg |      | 添加浓度 0.20 mg/kg |      |
|----|-------|-----------------|------|-----------------|------|-----------------|------|
|    |       | 平均回收率           | RSD  | 平均回收率           | RSD  | 平均回收率           | RSD  |
| 33 | 溴氰菊酯  | 114.31          | 4.75 | 102.82          | 4.02 | 108.64          | 2.22 |
| 34 | 苯醚甲环唑 | 116.16          | 3.05 | 102.88          | 0.92 | 108.03          | 8.52 |
| 35 | 甲胺磷   | 106.68          | 5.86 | 87.22           | 7.84 | 81.47           | 2.19 |
| 36 | 敌敌畏   | 114.12          | 5.73 | 91.68           | 5.39 | 88.76           | 1.96 |
| 37 | 乙酰甲胺磷 | 75.65           | 7.53 | 82.85           | 8.38 | 78.29           | 5.69 |
| 38 | 氧乐果   | 74.98           | 8.08 | 84.67           | 6.79 | 79.84           | 4.43 |
| 39 | 内吸磷   | 99.99           | 4.79 | 92.72           | 2.33 | 97.02           | 4.08 |
| 40 | 灭线磷   | 94.24           | 9.29 | 107.01          | 5.82 | 105.47          | 2.28 |
| 41 | 治螟磷   | 101.38          | 1.96 | 94.71           | 2.95 | 98.09           | 1.18 |
| 42 | 久效磷   | 111.68          | 4.18 | 98.48           | 8.72 | 77.59           | 2.18 |
| 43 | 甲拌磷   | 98.46           | 3.21 | 92.79           | 3.99 | 96.26           | 2.56 |
| 44 | 乐果    | 103.36          | 2.87 | 97.10           | 7.22 | 85.53           | 2.60 |
| 45 | 特丁硫磷  | 99.46           | 3.14 | 90.49           | 2.06 | 97.40           | 1.22 |
| 46 | 地虫硫磷  | 98.90           | 3.31 | 92.76           | 3.20 | 96.62           | 1.25 |
| 47 | 氯唑磷   | 100.83          | 5.03 | 91.50           | 3.07 | 97.39           | 1.01 |
| 48 | 磷胺    | 111.97          | 3.83 | 98.25           | 5.12 | 94.92           | 2.63 |
| 49 | 甲基毒死蜱 | 110.49          | 5.35 | 92.78           | 3.26 | 92.81           | 2.66 |
| 50 | 甲基对硫磷 | 111.04          | 3.99 | 98.03           | 5.94 | 93.06           | 1.77 |
| 51 | 杀螟硫磷  | 107.06          | 4.55 | 97.69           | 5.22 | 94.99           | 2.35 |
| 52 | 马拉硫磷  | 107.83          | 3.56 | 103.70          | 8.02 | 95.79           | 4.80 |
| 53 | 毒死蜱   | 101.11          | 3.28 | 95.59           | 3.57 | 95.89           | 0.74 |
| 54 | 倍硫磷   | 102.83          | 3.07 | 96.26           | 3.38 | 96.30           | 0.96 |
| 55 | 对硫磷   | 104.25          | 3.32 | 98.26           | 3.27 | 97.10           | 1.01 |
| 56 | 水胺硫磷  | 109.83          | 5.88 | 103.45          | 3.41 | 96.81           | 2.23 |
| 57 | 甲基异柳磷 | 102.81          | 4.97 | 96.49           | 2.01 | 97.87           | 1.09 |
| 58 | 硫环磷   | 105.80          | 6.71 | 96.38           | 3.67 | 94.58           | 2.73 |
| 59 | 杀扑磷   | 111.38          | 6.44 | 105.97          | 5.46 | 91.67           | 3.34 |
| 60 | 苯线磷   | 98.74           | 3.36 | 95.72           | 3.60 | 95.61           | 3.77 |
| 61 | 丙溴磷   | 103.45          | 8.62 | 99.53           | 4.10 | 85.92           | 2.95 |
| 62 | 乙硫磷   | 104.41          | 2.48 | 95.93           | 3.66 | 99.15           | 1.24 |
| 63 | 三唑磷   | 104.27          | 4.06 | 95.79           | 4.45 | 97.72           | 1.61 |
| 64 | 亚胺硫磷  | 112.50          | 6.07 | 100.25          | 9.06 | 92.14           | 4.58 |
| 65 | 伏杀硫磷  | 103.89          | 1.46 | 104.29          | 3.82 | 100.36          | 5.39 |
| 66 | 蝇毒磷   | 102.37          | 2.70 | 109.06          | 3.85 | 97.17           | 2.84 |



续表 3

| 序号 | 农药名称  | 样品 1 | 样品 2 | 样品 3  | 样品 4  | 样品 5  | 样品 6  | MRL(mg/kg) |
|----|-------|------|------|-------|-------|-------|-------|------------|
| 35 | 甲胺磷   | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | n.d.  | n.d.  | 0.05*      |
| 36 | 敌敌畏   | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | n.d.  | n.d.  | 0.1*       |
| 37 | 乙酰甲胺磷 | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | n.d.  | n.d.  | 0.1        |
| 38 | 氧乐果   | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | n.d.  | n.d.  | 0.02*      |
| 39 | 内吸磷   | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | n.d.  | n.d.  | 0.02*      |
| 40 | 灭线磷   | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | 0.278 | n.d.  | 0.02*      |
| 41 | 治螟磷   | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | n.d.  | n.d.  | 0.01*      |
| 42 | 久效磷   | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | n.d.  | n.d.  | 0.02*      |
| 43 | 甲拌磷   | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | n.d.  | n.d.  | 0.01*      |
| 44 | 乐果    | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | n.d.  | n.d.  | 0.05*      |
| 45 | 特丁硫磷  | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | n.d.  | n.d.  | 0.01*      |
| 46 | 地虫硫磷  | n.d. | n.d. | 0.011 | 0.011 | n.d.  | n.d.  | 0.01*      |
| 47 | 氯唑磷   | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | n.d.  | n.d.  | 0.01*      |
| 48 | 磷胺    | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | n.d.  | n.d.  | 0.02*      |
| 49 | 甲基毒死蜱 | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | n.d.  | n.d.  | 0.02*      |
| 50 | 甲基对硫磷 | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | n.d.  | n.d.  | 0.01*      |
| 51 | 杀螟硫磷  | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | n.d.  | n.d.  | 0.5        |
| 52 | 马拉硫磷  | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | n.d.  | n.d.  | 0.01*      |
| 53 | 毒死蜱   | n.d. | n.d. | 0.164 | 0.164 | n.d.  | 0.048 | 0.05*      |
| 54 | 倍硫磷   | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | n.d.  | n.d.  | 0.01*      |
| 55 | 对硫磷   | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | n.d.  | n.d.  | 0.01*      |
| 56 | 水胺硫磷  | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | n.d.  | n.d.  | 0.01*      |
| 57 | 甲基异柳磷 | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | n.d.  | n.d.  | 0.01*      |
| 58 | 硫环磷   | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | n.d.  | n.d.  | 0.03*      |
| 59 | 杀扑磷   | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | n.d.  | n.d.  | 2*         |
| 60 | 苯线磷   | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | n.d.  | n.d.  | 0.02*      |
| 61 | 丙溴磷   | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | n.d.  | n.d.  | 0.02*      |
| 62 | 乙硫磷   | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | n.d.  | n.d.  | 0.2*       |
| 63 | 三唑磷   | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | n.d.  | n.d.  | 0.05*      |
| 64 | 亚胺硫磷  | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | n.d.  | n.d.  | 0.05*      |
| 65 | 伏杀硫磷  | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | n.d.  | n.d.  | 0.05*      |
| 66 | 蝇毒磷   | n.d. | n.d. | n.d.  | n.d.  | n.d.  | n.d.  | 0.05*      |

注: \*表示 GB2763-2014 中未对茶叶有最大残留限量规定, 以其他食品类别的最小值代替;

\*N.D. 表示未检出

/表示 GB2763-2014 未有规定最大残留限量。

## 参考文献

- [1] 李娟, 活泼, 杨海燕. 茶叶功效成分研究进展[J]. 浙江科技学院学报, 2005, 17(4): 285-289.  
Li J, Huo P, Yang HY. Research advances in functional compositions of tea [J]. J Zhejiang Univ Sci Technol, 2005, 17(4): 285-289.
- [2] 梁杏秋, 王晓琴, 黄兵兵. 茶叶籽油组成分析及其抗氧化机理研究进展[J]. 中国粮油学报, 2013, 28(11): 123-127.  
Liang XQ, Wang XQ, Huang BB. Research progress of composition analysis and antioxidant mechanism of tea seed oil [J]. J Chin Cereals and Oils Assoc, 2013, 28(11): 123-127.
- [3] Chen GQ, Cao PY, Liu RJ. A multi-residue method for fast determination of pesticides in tea by ultra performance liquid chromatography-electrospray tandem mass spectrometry combined with modified QuEChERS sample preparation procedure [J]. Food Chem, 2011, 125 (4): 1406-1411.
- [4] GB 2763-2014 食品安全国家标准-食品中农药最大残留限量[S].  
GB 2763-2014 National food safety standard-maximum residue limits for pesticides in food [S].
- [5] (EU)08-04 欧盟食品中农药残留限量(按食品分类) [S].  
(EU) 08-04 EU residue limits for pesticides in food (by food category) [S].
- [6] 陈健航, 叶瑜霏, 张少丰, 等. Carb/PSA 固相萃取净化-气相色谱质谱法测定茶叶中的 34 种农药成分[J]. 现代食品科技, 2012, 28(8): 1080-1083.  
Chen JH, Ye YF, Zhang SF, *et al.* Determination of 34 pesticide residues in tea by GC-MS with Carb/PSA solid-phase extraction [J]. Mod Food Sci Technol, 2012, 28(8): 1080-1083.
- [7] Huang ZQ, Zhang Y, Wang LB, *et al.* Simultaneous determination of 103 pesticide residues in tea samples by LC-MS/MS [J]. J Sep Sci, 2009, 32(9): 1294-1301.
- [8] 叶江雷, 金贵娥, 庄婉娥, 等. 分散固相萃取净化茶叶中 20 种农药残留量的 GC- $\mu$ ECD 测定[J]. 分析试验室, 2011, 30 (10): 115-119.  
Ye JL, Jin GE, Zuang WE, *et al.* Determination of 20 pesticide residues in tea by DSPE and GC- $\mu$ ECD [J]. Chin J Anal Lab, 2011, 30 (10): 115-119.
- [9] 胡贝贞, 宋伟华, 谢丽萍, 等. 加速溶剂萃取/凝胶渗透色谱-固相萃取净化/气相色谱-质谱法测定茶叶中残留的 33 种农药[J]. 色谱, 2008, 26(1): 22-28 .  
Hu BZ, Song WH, Xie LP, *et al.* Determination of 33 pesticides in tea by accelerated solvent extraction-gel permeation and solid-phase extraction purification-gas chromatography-mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2008, 26(1): 22-28 .
- [10] 丁慧瑛, 谢文, 蒋晓英, 等. 凝胶渗透色谱-固相萃取净化测定茶叶中 16 种菊酯残留量[J]. 分析试验室, 2009, 28(增刊): 14-19.  
Ding HY, Xie W, Jiang XY, *et al.* Determination of 16 pesticides in tea by gel permeation and solid-phase extraction purification [J]. Chin J Anal Lab, 2009, 28(zl): 14-19.
- [11] Anastassiades M, Lehotay SJ, Štajnbaher D, *et al.* Fast and easy multiresidue method employing acetonitrile extraction/partitioning and "dispersive solid-phase extraction" for the determination of pesticide residues in produce [J]. J AOAC Int, 2003, 86(2): 412-431.
- [12] 章晴, 陈士恒, 杨永坛. 分散固相萃取-气相色谱法测定茶叶中 25 种有机氯与拟除虫菊酯农药残留[J]. 分析仪器, 2013, (4): 16-22.  
Zhang Q, Chen SH, Yang YT. Determination of 25 organochlorine and pyrethroid pesticides residues in tea by dispersive solid phase extraction-gas chromatography [J]. Chin J Anal Instrum, 2013, (4): 16-22.
- [13] 陈士恒, 章晴, 史晓梅, 等. 声提取分散固相萃取气相色谱法测定绿茶中有机磷类农药残留[J]. 食品科学技术学报, 2014, 32(1): 43-48.  
Chen SH, Zhang Q, Shi XM, *et al.* Determination of 13 organophosphorus pesticides residues in green tea by ultrasonic assisted extraction-dispersive solid phase extraction-gas chromatography [J]. J Food Sci Technol, 2014, 32(1): 43-48.
- [14] Paula P, Michelangelo A, Dorothea M, *et al.* Analysis of pesticide residues using the Quick Easy Cheap Effective Rugged and Safe (QuEChERS) pesticide multiresidue method in combination with gas and liquid chromatography and tandem mass spectrometric detection [J]. Anal Bioanal Chem, 2007, 389 (6): 1697-1714.
- [15] Angelika W, Marek B. Determination of pesticide residues in food matrices using the QuEChERS methodology [J]. Food Chem, 2011, 125(3): 803-812.
- [16] Steven JL, Kyung AS, Hyeyoung K, *et al.* Comparison of QuEChERS sample preparation methods for the analysis of pesticide residues in fruits and vegetables [J]. J Chromatogr A, 2010, 1217 (16): 2548-2560.

(责任编辑: 赵静)

## 作者简介



杨永坛, 中粮营养健康研究院副总工程师, 主要研究方向为色谱-质谱在食品安全中的应用。

E-mail: yangyongtan@cofco.com