

中国茶叶农药残留检测方法标准概述

陆小磊, 周卫龙*

(中华全国供销合作总社杭州茶叶研究院/国家茶叶质量监督检验中心, 杭州 310016)

摘要: 随着中国茶叶农药残留问题越来越受到重视, 中国茶叶农药残留检测方法标准的问题也逐步显现。本文主要论述了国内外农药残留限量指标现状、中国茶叶农药残留检测方法标准现状和存在问题, 并提出完善方法标准体系的建议。目前中国涉及茶叶农药残留限量指标的项目正在逐步完善, 但与国际上的相关标准相比仍存在较大差距。中国涉及茶叶农药残留检测方法的标准总共有 19 项, 包括多农药残留和单一农药残留检测, 除了一些特殊性质的农药, 标准已经覆盖了茶叶中大部分农残检测项目。随着检测技术的改进, 最新的标准在提取、净化和定性定量方法更为高效准确, 如溶剂使用量、萃取方式、检测器等。但是中国茶叶农药残留检测方法标准存在体系不完善、采用率低和重复性高的问题, 建议通过分析中国方法标准现状、梳理现有标准和完善标准体系的手段来解决。

关键词: 茶叶; 农药残留; 方法标准; 检测技术

Overview of Chinese determination standards of pesticides residues in tea

LU Xiao-Lei, ZHOU Wei-Long*

(China National Center of Quality Supervision and Inspection of Tea, Hangzhou Tea Research Institute, China COOP, Hangzhou 310016, China)

ABSTRACT: With the increasingly serious problem of pesticide residues in tea, Chinese determination standards for pesticides residues in tea were gradually revealed. In this paper, international pesticides maximum residue limits (MRL) in tea, current situation and problem of Chinese standard determination methods and suggestion were involved. Chinese pesticides MRL in tea were gradually established, but there were still lots of distances between China and other countries. Except for some special pesticides, so far 19 kinds of related standards covered most pesticides in tea have been published in China, including multi-residue and single-residue determination methods. Moreover, with the improvement of analysis technology, latest standards were more efficient and reliable, such as solvent consumption, extraction methods and detectors, and so on. However, problems still existed in Chinese standards, containing imperfect standard system, low usage and high repetition rate. Therefore, countermeasures of investigating, cleaning up and improving standards were made for developing standards system.

KEY WORDS: tea; pesticide residues; method standards; detection technology

*通讯作者: 周卫龙, 高级工程师, 主要研究方向为茶叶质量分析检测。E-mail: z-weilong@163.com

*Corresponding author: ZHOU Wei-Long, Senior Engineer, Hangzhou Tea Research Institute, No.41, Caihe Road, Jianggan District, Hangzhou 310016, China. E-mail: z-weilong@163.com

1 引言

茶叶在中国有着悠久的历史, 作为一种重要的经济作物, 因其含有大量的营养物质深受人们喜爱。中国的茶叶种植面积、产量及出口量都居世界前列, 但随着欧盟、日本等国加强贸易壁垒, 最近几年中国出口茶叶经常由于农药残留超标而被通报^[1-4], 从 2008~2010 年, 日本、欧盟、美国共通报和扣留中国出口茶叶 117 批次, 其中农药残留超标因素占 59%, 昆虫等非茶异物污染因素占 12.8%, 农药残留问题是中国茶叶出口遇到的最多的问题, 发达国家或地区茶叶农药残留限量标准成为中国茶叶出口的瓶颈, 这严重阻碍了中国茶叶贸易的发展^[5]。同时, 随着人民生活水平的提高, 民众对于食品安全尤其是农药残留问题越来越重视。而中国茶叶农药残留的限量标准以及检测方法与国外相比, 还存在很大差距^[6-8], 应结合国外标准和中国茶叶生产实际, 尽快出台统一的茶叶农残标准和配套检测方法。

2 茶叶农残检测方法标准现状

2.1 农药残留限量指标

目前, 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会(国家卫计委)正在不断修订食品安全国家标准 GB 2763《食品中农药最大残留量》, 在 2014 年 4 月, 农业部与国家卫计委联合发布了最新的食品安全国家标准 GB 2763-2014《食品中农药最大残留限量》^[9], 同时废止了 5 部国家标准或部分内容; 废止了 10 部农业行业标准; 废止了 GB 2763-2012^[10]。GB 2763-2014 规定了 387 种农药、3650 项最大残留限量标准, 较 GB 2763-2012 新增加了 65 种农药、43 种(类)食品、1357 项限量指标^[11]。

GB 2763-2014 标准中涉及茶叶农药最大残留限量值由 25 项增加至 28 项, 部分涉茶指标一日允许摄入量(acceptable daily intake, ADI)和检验方法有小幅调整, 新增了啶螨醚、氯噻啉和噻嗪酮 3 种农药的限量指标, 调整了草铵膦和噻虫嗪的 ADI 值, 调整了多菌灵和杀螟硫磷的检验方法。但是在茶树上登记的农药有 57 种, 仅有 31 种农药制定了农药残留标准, 这与国际食品法典委员会(codex alimentarius commission, CAC)、欧盟和日本等比较起来标准数量较少, 并且三氯杀螨醇、氰戊菊酯等 37 种禁限用农药标准尚未制定^[11]。

2.2 方法标准

按照标准的适用范围, 中国的标准分为国家标准、行业标准、地方标准和企业标准 4 个级别^[12]。茶叶农残检测方法作为一种技术标准, 与之相关的标准主要有国家标准(GB)、农业行业标准(NY)和商检行业标准(SN), 除此之外, 地方标准(DB)和企业标准(QB)相对较少。目前, 可以检索

到针对茶叶农药残留检测的国家标准有 5 项, 农业行业标准 2 项, 商检行业标准 10 项, 地方标准 2 项^[13-31]。

2.2.1 检测项目

目前中国正在实施的方法标准中已经覆盖了大部分茶叶中农药残留检测项目, 从表 1 可以看出, 目前茶叶农残检测项目的标准方法按类别可分多农残和单农残检测。

多农残的检测方法有 GB/T 23204-2008^[13]、GB/T 23205-2008^[14]、SN/T 0711-2011^[15]、SN/T 0497-1995^[16]、SN/T 1950-2007^[17]等, 单一农残检测方法有 GB/T 23379-2009^[18]、GB/T 5009.176-2003^[19]、SN/T 1594-2005^[20]、SN/T 0348.1-2010^[21]、SN/T 0348.2-1995^[22]、SN/T 2072-2008^[23]、SN/T 1774-2006^[24]、NY/T 1721-2009^[25]和 NY/T 1724-2009^[26]等。

可以看出, 目前的方法标准能够应对大部分茶叶农药残留检测, 其中 GB/T 23204-2008 和 GB/T 23205-2008 能够检测茶叶中 400~500 种农药残留, 而且该方法简单快速准确, 对环境的污染也更少。但是随着中国和国外农残限量标准的不断更新, 方法标准中还未涉及一些新农药和特殊性质的农药的检测方法, 比如 GB 2763-2014 中规定了氯噻啉和草铵膦的限量指标, 但目前的方法标准中还未出现针对这些农药的限量标准。

2.2.2 前处理

茶叶作为一种特殊的农产品, 其含有大量的营养物质和化合物, 这就对茶叶中农药残留检测的前处理过程提出了更高的要求^[32-37]。因此, 在进行提取和净化过程中, 应在保证提取率的前提下去除更多的基质, 以防基质对定性定量的干扰。

在提取方法方面, 从目前的方法标准(表 1)来看, 丙酮、石油醚、正己烷、乙酸乙酯和二氯甲烷均可以用于茶叶中农药残留的提取, 但是丙酮和石油醚等溶剂主要用于有机氯类农药的提取, 而乙腈作为一种通用型提取溶剂, 在较新的方法标准里用得越来越普遍, 这与乙腈对大部分农药的溶解性较好、溶解出的茶叶基质较少等特点有关^[38]。在提取方式方面, 大多数方法标准采用振荡提取, 但振荡提取所需要的溶剂较多, 且花费时间较长, 因此较新的方法标准里普遍采用均质提取, 均质提取具有快速、消耗溶剂少等特点^[39]。此外, GB/T 23376-2009^[27]采用了加速溶剂萃取(accelerated solvent extraction, ASE)来作为提取方式, 但适用性不广, 需要配备加速溶剂萃取仪。SN/T 0711 在提取二硫代氨基甲酸酯(盐)类农药则需要进行衍生化, 这与二硫代氨基甲酸酯(盐)类农药的特殊理化性质有关。GB/T 23379、DB34/T 1075^[30]和 DB34/T 1076^[31]在用乙腈进行提取后, 还通过盐析来提高提取效率, 同时去除一定量的茶叶基质。

净化作为农残检测前处理中的一个重要步骤, 对农药残留的定性定量以及仪器设备的损耗都有着重要影响。从表 1 可以看出, 目前针对茶叶农药残留检测中的净化方法,

表1 茶叶农药残留检测方法标准的检测项目、前处理和定性定量^[13-31]Table 1 Determination items, precondition, and quantitative and qualitative standard methods of pesticide residues of tea^[13-31]

| 序号 | 方法标准 | 检测项目 | 提取 | 净化 | 定性定量 |
|----|--------------------|-------------------------|-----------------------|--------------------------------|---------|
| 1 | GB/T 23379-2009 | 吡虫啉 | 乙腈振荡提取, 盐析 | 固相萃取 | HPLC-UV |
| 2 | GB/T 23376-2009 | 有机磷、有机氯、拟除虫菊酯等三类 36 种农药 | 乙腈、二氯甲烷加速溶剂萃取 (ASE)提取 | 凝胶渗透色谱 (GPC)净化 | GC-MS |
| 3 | GB/T 23204-2008 | 519 种农药及相关化学品 | 乙腈均质提取 | 固相萃取 | GC-MS |
| 4 | GB/T 23205-2008 | 448 种农药及相关化学品 | 乙腈均质提取 | 固相萃取 | LC-MSMS |
| 5 | GB/T 5009.176-2003 | 三氯杀螨醇 | 石油醚振荡提取 | 浓硫酸磺化 | GC-ECD |
| 6 | SN/T 1594-2005 | 噻嗪酮 | 丙酮均质提取 | 液液分配萃取 | GC-NPD |
| 7 | SN/T 1591-2005 | 有机杂环类农药 | 丙酮、正己烷提取 | 活性炭小柱萃取 | GC-MS |
| 8 | SN 0147-1992* | 六六六、滴滴涕 | 丙酮、石油醚提取 | 浓硫酸磺化 | GC-ECD |
| 9 | SN/T 0348.1-2010 | 三氯杀螨醇 | 丙酮、正己烷均质提取 | 石墨化碳黑、中性氧化铝柱萃取, 氢氧化钾碱解 | GC-ECD |
| 10 | SN/T 0348.2-1995 | 三氯杀螨醇 | 丙酮、正己烷旋涡提取 | 浓硫酸磺化 | HPLC-UV |
| 11 | SN/T 0711-2011 | 二硫代氨基甲酸酯(盐)类农药 | 乙腈提取, 衍生化 | HLB 固相萃取柱、无水硫酸镁和石墨化碳极性填料分散固相萃取 | LC-MSMS |
| 12 | SN/T 2072-2008 | 三氯杀螨醇 | 丙酮、正己烷混振荡提取 | 活性炭小柱萃取 | GC-ECD |
| 13 | SN 0497-1995 | 有机氯农药 | 丙酮、正己烷混振荡提取 | 弗罗里硅土-活性炭柱萃取 | GC-ECD |
| 14 | SN/T 1774-2006 | 八氯二丙醚 | 水和丙酮提取, 正己烷反萃取 | 浓硫酸磺化 | GC-ECD |
| 15 | SN/T 1950-2007 | 有机磷农药 | 乙酸乙酯、正己烷振荡提取 | 活性炭小柱萃取 | GC-FPD |
| 16 | NY/T 1721-2009 | 炔螨特 | 丙酮均质提取 | 弗罗里硅土柱萃取 | GC-FPD |
| 17 | NY/T 1724-2009 | 吡虫啉 | 乙腈振荡提取, 碱性盐溶液萃取 | ENVI-18 柱萃取 | HPLC-UV |
| 18 | DB34/T 1075-2009 | 30 种有机氯和拟除虫菊酯类农药 | 乙腈超声提取, 盐析 | Florasil 小柱萃取 | GC-ECD |
| 19 | DB34/T 1076-2009 | 40 种有机磷和氨基甲酸酯类农药 | 乙腈超声提取, 盐析 | CARB/NH ₂ 柱萃取 | GC-NPD |

* 检测样品为茶汤。

固相萃取法由于简便、快速、污染少等优点^[21], 使得大部分方法标准采用该方法。根据检测项目的不同, 固相萃取柱的填料也有差异, 使用最多的填料主要有弗罗里硅土、氨基、活性炭和石墨化碳^[41-45], 如 GB/T 23204 等检测多农残的方法标准则采用复合柱来净化, 复合柱可以吸附更多茶叶基质, 减少定性定量时的基质干扰。不过, 如 SN 0147 等检测性质稳定的有机氯类农药的方法, 采用了更简便的浓硫酸磺化净化方式, 该法更为快捷、成本更低, 但是其使用范围不广, 只能净化六六六、DDT 和三氯杀螨醇之类难降解的农药。另外, GB/T 23376 采用了凝胶渗透色谱法(gel permeation chromatography, GPC)进行净化, GPC 可根据分子流体力学体积大小在分离柱上分离化合物, 净化效果更好^[46,47], 但是使用范围不广, 而且需要使

用大量的洗脱溶剂^[5]。

2.2.3 仪器测定

目前农药残留的仪器测定主要采用色谱分离, 然后通过不同类型的检测器来进行测定。由表 1 可以看出, 测定茶叶中农药残留含量的仪器方法主要包括气相色谱-电子捕获检测器(gas chromatography-electron capture detector, GC-ECD)、气相色谱-火焰光度检测器(gas chromatography-flame photometric detector, GC-FPD)、气相色谱-氮磷检测器(gas chromatography-nitrogen phosphorous detector, GC-NPD)、气相色谱-质谱联用仪(gas chromatography-mass spectrometer, GC-MS)、高效液相色谱-紫外检测器(high-pressure liquid chromatography with UV detector, HPLC-UV)和液相色谱-串联质谱联用仪(liquid chromatography-

tandem mass spectrometer, LC-MSMS)。对有机氯和菊酯类农药的测定主要采用 GC-ECD, 对有机磷和氨基甲酸酯类农药的测定主要采用 GC-FPD 或者 GC-NPD, 而对吡虫啉这类农药, 因为吡虫啉不易气化且不易在毛细管色谱柱中保留^[48], 因此不适合采用气相色谱法进行测定, 方法标准中采用了液相色谱进行测定, 如 GB/T 23379 和 NY/T 1724 采用了紫外检测器对吡虫啉进行测定, GB/T 23205 采用了三重四级杆质谱仪对其进行测定。

随着仪器设备的不断更新和升级, 具有通用性强、灵敏度高等特点的质谱仪被更多的方法标准逐步采用。传统的检测器只能检测一类农药化合物, 而质谱仪则克服了这一缺点, 使得农药残留检测效率大大提高, 而三重四级杆质谱仪的推广, 更是极大提高了农药残留的定量限, 降低了假阳性。目前针对茶叶中农药残留检测的质谱检测方法主要有 GB/T 23376、GB/T 23204、GB/T 23205、NY/T 1591^[28]和 NY/T 0711, 除 SN/T 0711 外, 其他几种方法均可以对多种农药残留进行定性定量。

3 存在的问题

中国茶叶农药残留检测方法标准虽然能在一定程度上满足茶叶行业的农药残留检测要求, 但也存在很多突出的问题, 比如标准数量不多但分类复杂, 检测范围不够广泛, 有些标准陈旧, 不适合现代检测实验室等, 因此, 中国的检测方法标准亟待完善^[49]。

3.1 体系不完善

相对蔬菜、水果等农药残留检测方法标准, 针对茶叶的农药残留检测方法标准数量比较少。这是由于中国茶叶品类的多样性, 使得茶叶方法标准的制(修)定难度较大。尽管中国茶叶方法标准能够覆盖大多数农药检测项目, 但仍有不少农药缺乏标准, 无标准可依, 这就难以实现茶叶在生产、加工、流通过程中的质量安全保证, 不适应茶叶生产发展的要求。

3.2 采用率低

国家强制性标准 GB 2763-2014《食品中农药最大残留量》规定了茶叶中 28 项农药残留最大限量(MRL), 同时也规定了 25 项农药残留检测所需要按照或参照的检测方法标准, 但是其中有噻虫嗪、灭多威等 9 项所参照的方法标准并未提及适用于茶叶中农药残留检测, 而可以适用于这些项目的方法标准却未列入参照方法, 造成了部分标准的难以实施。茶叶种类繁多, 不同茶叶所包含的营养成分也有很大差别, 如果采用统一的植物性食品中农药残留检测方法, 可能会造成假阳性、回收率过低、灵敏度不高等问题。另外, 丁醚脲、草铵膦和氯噻啉这 3 项未推荐方法标准, 目前也未出现针对草铵膦和氯噻啉的检测方法标准, 这为茶叶质量安全带来了一定隐患。

3.3 重复性高

由于中国茶叶标准政出多门, 体系不健全, 部分国家标准、行业标准及地方标准统一性不够, 一些标准之间相互交叉重复, 一些技术指标要求不一, 甚至存在冲突^[50]。比如检测三氯杀螨醇的方法就有 3 项, 检测有机氯类农药就有 4 项。从前处理过程来看, 大部分方法标准的提取和净化方法大同小异。方法标准的重复性容易造成检测部门在检测过程中的混乱, 不利于建立良好、统一的检测体系。

4 对策

面对中国方法标准出现的种种问题, 认真分析、整理、完善方法标准体系是十分必要的。构建完善合理的方法标准体系, 有助于各检测机构对茶叶农药残留检测能力的标准化、统一化, 为茶叶质量安全提供有力保障。

4.1 研究方法标准现状

2009 年国家标准化管理委员会决定, 组织实施国家标准化体系建设工程^[50], 茶叶标准化和卫计委相关部门应充分利用这一契机, 对茶叶标准现状进行认真分析, 包括国家标准、行业标准和地方标准的现状分析, 标准数量和质量分析, 标准的缺失和滞后分析, 标准的适用性分析等。

4.2 梳理现有标准

对中国现有茶叶方法标准进行清理, 废止与国家标准交叉重复、没有出版、长期无人使用、存在严重问题及技术内容陈旧落后的标准, 解决行业标准存在的标准老化、采标率低、适用性较差等问题, 建立与国家标准协调配套、先进科学、适应社会主义市场经济体制的方法标准体系。

4.3 完善方法标准体系

加快茶叶标准体系建设, 加强标准制定的科学性与合理性, 根据国际贸易需要, 规划茶叶方法标准的体系构架, 建立能够适应中国茶叶质量安全要求和国际贸易的农药残留检测方法体系^[51]。鼓励农业、商检系统和地方与国家标准化管理委员会共同努力, 建立一套适合现代茶叶行业发展的方法标准体系。各相关部门根据职责, 制定相关的行业标准以辅助和支撑国家标准。由国家标准和行业标准组成中国茶叶标准的主干体系, 地方标准作为补充标准。而企业标准根据自身生产环境, 以建立企业最佳秩序、稳定和提高茶叶质量、保护企业自身及消费者的利益为目标进行制定。

参考文献

- [1] European Union: Pesticide residues and maximum residue levels [DB/OL]. http://ec.europa.eu/sanco_pesticides/public/?event=commodity.resultat.
- [2] 日本茶叶中农药残留限量[EB/OL]. <http://www.xmtbt-sps.gov.cn/detail.asp?id=40885>.

- [3] 孙新涛, 林乃铨, 周先治. 《SPS 协定》下的欧盟茶叶农药残留新标准解读[J]. 中国农学通报, 2011, 27(24): 119-122.
Sun XT, Lin NQ, Zhou XZ. In view of new standards of EU MRL for tea under SPS agreement [J]. Chin Agric Sci Bulletin, 2011, 27(24): 119-122.
- [4] 陈石榕. 对欧盟茶叶农药残留新标准的思考[J]. 世界标准化与质量管理, 2000, (7)7: 28-29.
Chen SR. Thinking on new standards of EU MRL for tea [J]. World Standard Qual Manag, 2000, (7)7: 28-29.
- [5] 张荷丽, 舒友琴. 茶叶中农药多残留检测方法概述[J]. 湖北农业科学, 2010, 49(2): 476-478.
Zhang HL, Shu YQ. Summary of detection technologies for pesticide multi-residues in tea [J]. Hubei Agric Sci, 2010, 49(2): 476-478.
- [6] 马惠民, 王永强, 钱和. 国内外茶叶农药残留限量标准的比较分析[J]. 中国茶叶加工, 2012, 11(4): 18-22.
Ma HM, Wang YQ, Qian H. International comparative analysis of standards for tea pesticide residue limits [J]. China Tea Proc, 2012, 11(4): 18-22.
- [7] 鲁成银, 刘翔. 国内外茶叶标准现状及对比分析[J]. 农业质量标准, 2003, (5): 11-13.
Lu CY, Liu X. International comparative analysis of standards for tea [J]. Agric Qual Standards, 2003, (5): 11-13.
- [8] 张贵生. 国内外茶叶标准研究进展[J]. 国外医学(卫生学分册), 2009, 36(6): 395-398.
Zhang GS. Discussion of international standards for tea [J]. Foreign Med Sci (Section Hyg), 2009, 36(6): 395-398.
- [9] GB 2763-2014 食品中农药最大残留限量[S].
GB 2763-2014 Maximum residue limits for pesticides in food [S].
- [10] GB 2763-2012 食品中农药最大残留限量[S].
GB 2763-2012 Maximum residue limits for pesticides in food [S].
- [11] 郑尊涛. 国内外茶叶农药残留标准法规现状及对比分析. [J]. 饮料工业, 2014, 17(9): 5-7.
Zheng ZT. International comparative analysis of standards and regulations for tea [J]. Bev Ind, 2014, 17(9): 5-7.
- [12] 翁昆, 方晨, 张亚丽. 茶叶标准体系研究[J]. 中国茶叶加工, 2011(4): 14-17.
Weng K, Fang C, Zhang YL. Research on the tea standardization system [J]. China Tea Proc, 2011, (4): 14-17.
- [13] GB/T 23204-2008 茶叶中 519 种农药及相关化学品残留量的测定-气相色谱-质谱法[S].
GB/T 23204-2008 Determination of 519 kinds of pesticides and related chemicals residues in teas—GC-MS method [S].
- [14] GB/T 23205-2008 茶叶中 448 种农药及相关化学品残留量的测定-液相色谱串联质谱法[S].
GB/T 23205-2008 Determination of 448 kinds of pesticides and related chemicals residues in tea—LC-MS-MS method [S].
- [15] SN/T 0711-2011 出口茶叶中二硫代氨基甲酸酯(盐)类农药残留量的检测方法液相色谱-质谱/质谱法[S].
SN/T 0711-2011 Determination of dithiocarbamate (salt) residues in tea products for export—LC-MS/MS method [S].
- [16] SN 0497-1995 出口茶叶中多种有机氯农药残留量检验方法[S].
SN 0497-1995 Method for the determination of the multiple residues of organochlorine pesticides in tea for export [S].
- [17] SN/T 1950-2007 进出口茶叶中多种有机磷农药残留量的检测方法-气相色谱法[S].
SN/T 1950-2007 Determination of organophosphorus pesticides multiresidues in tea for import and export—gas chromatography [S].
- [18] GB/T 23379-2009 水果、蔬菜及茶叶中吡虫啉残留的测定[S].
GB/T 23379-2009 Determination of imidacloprid residues in fruits, vegetables and teas—High performance liquid chromatographic method [S].
- [19] 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[S].
GB/T 5009.176-2003 Determination of dicofol residues in tea, fruits, edible vegetable oils [S].
- [20] SN/T 1594-2005 进出口茶叶中噻嗪酮残留量检验方法[S].
SN/T 1594-2005 Inspection of buprofezin residue in tea for import and export—Gas chromatographic method [S].
- [21] SN/T 0348.1-2010 进出口茶叶中三氯杀螨醇残留量检测方法[S].
SN/T 0348.1-2010 Determination of dicofol residues in tea for import and export [S].
- [22] SN/T 0348.2-1995 出口茶叶中三氯杀螨醇残留量检验方法-液相色谱法[S].
SN/T 0348.2-1995 Method for the determination of dicofol residues in tea for export—Liquid chromatography [S].
- [23] SN/T 2072-2008 进出口茶叶中三氯杀螨醇残留量的测定[S].
SN/T 2072-2008 Determination of tetradifon residues in tea for import and export [S].
- [24] SN/T 1774-2006 进出口茶叶中八氯二丙醚残留量检测方法-气相色谱法[S].
SN/T 1774-2006 Determination of octachlorodipropyl ether residue in tea for import and export—Gas chromatographic method [S].
- [25] NY/T 1721-2009 茶叶中炔螨特残留量的测定-气相色谱法[S].
NY/T 1721-2009 Determination of propargite residues in tea by GC [S].
- [26] NY/T 1724-2009 茶叶中吡虫啉残留量的测定-高效液相色谱法[S].
NY/T 1724-2009 De-termination of Imidacloprid Residues in Tea by HPLC [S].
- [27] GB/T 23376-2009 茶叶中农药多残留测定-气相色谱/质谱法[S].
GB/T 23376-2009 Determination of pesticides residues in tea—GC/MS method [S].
- [28] SN/T 1591-2005 进出口茶叶中 9 种有机杂环类农药残留量的检验方法[S].
SN/T 1591-2005 Inspection of 9 kinds of organic heterocyclic pesticides in tea for import and export [S].
- [29] SN 0147-1992 出口茶叶中六六六、滴滴涕残留量检验方法[S].
SN 0147-1992 Method for determination of BHC, DDT residues in tea for export [S].
- [30] DB34/T 1076-2009 蔬菜、水果、粮食、茶叶中 40 种有机磷和氨基甲酸酯类农药多残留同时测定方法-气相色谱法[S].
DB34/T 1076-2009 Method for determination of 40 organo-phosphorus and carbamate pesticide multi-residue at the same time in the vegetables, fruits, foodstuffs and teas—Gas chromatography [S].
- [31] DB34/T 1075-2009 蔬菜、水果、粮食、茶叶中 30 种有机氯和拟除虫菊酯类农药多残留同时测定方法-气相色谱法[S].
DB34/T 1075-2009 Method for determination of 30 organochlorine and pyrethroid pesticide multi-residue at the same time in the vegetables, fruits, foodstuffs and teas—Gas chromatography [S].

- [32] 刘韶光, 蒋顾伟, 罗国武. 茶叶农药残留检测技术概述[J]. 茶叶通讯, 2006, 33(2): 14-17, 22.
Liu SG, Jiang GW, Luo GW. Summary of detection technologies of pesticide residues in tea [J]. Tea Comm, 2006, 33(2): 14-17.
- [33] 王兴宁, 蔡秋, 朱明, 等. 固相萃取净化-气相色谱/串联质谱法测定茶叶中54种农药残留量[J]. 分析实验室, 2011, 30(11): 110-116.
Wang XN, Cai Q, Zhu M, *et al.* Determination of 54 pesticide residues in tea using solid-phase extraction and gas chromatography-triple quadrupole mass spectrometry [J]. Chin J Anal Lab, 2011, 30(11): 110-116.
- [34] Hu BZ, Song WH, Xie LP, *et al.* Determination of 33 pesticides in tea using accelerated solvent extraction/gel permeation chromatography and solid phase extraction/gas chromatography-mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2008, 26(1): 22-28.
- [35] 赵琼晖, 靳保辉, 谢丽琪, 等. 气相色谱-质谱法测定茶叶中的25种有机氯农药残留[J]. 色谱, 2006, 24(6): 629-632.
Zhao QH, Jin BH, Xie LQ, *et al.* Determination of 25 kinds of organochlorine pesticides in tea by gas chromatography-mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2006, 24(6): 629-632.
- [36] 张均娟, 薛刚, 刘伟娟. 气相色谱-质谱法测定茶叶中12种农药残留的方法[J]. 食品研究与开发, 2005, 26(3): 157-159.
Zhang JM, Xue G, Liu WJ. Determination of 12 kinds of pesticide re-sidues in tea by GC/MS [J]. Food Res Devel, 2005, 26(3): 157-159.
- [37] Journal of Chromatography B, 853(2007): 154-162.
- [38] 颜鸿飞, 黄志强, 张莹, 等. 气相色谱-质谱法测定茶叶中29种酸性除草剂的残留量[J]. 色谱, 2009, 27(3): 288-293.
Yan HF, Huang ZQ, Zhang Y, *et al.* Determination of 29 acidic herbicide residues in tea by gas chromatography-mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2009, 27(3): 288-293.
- [39] 张新忠, 罗逢健, 陈宗懋, 等. 分散固相萃取净化超高效液相色谱串联质谱法研究茶叶与茶汤中啉虫威残留讲解规律[J]. 分析测试学报, 2013, 32(1): 1-8.
Zhang XZ, Luo FJ, Chen ZM, *et al.* Study of indoxacarb residue degradation in tea and tea infusion by ultra high performance liquid chromatography coupled with tandem mass spectrometry after dispersive solid phase extraction cleanup [J]. J Instrum Anal, 2013, 32(1): 1-8.
- [40] 王军, 刘丰茂, 温家钧, 等. 苯醚甲环唑在茶叶中的残留量及其在茶汤中的进出动态研究[J]. 农药学报, 2010, 12(3): 299-302.
Wang J, Liu FM, Wen JJ, *et al.* Study on residue of difeno-conazole in tea and its transfer from made tea to infusion [J]. Chin J Pesticide Sci, 2010, 12(3): 299-302.
- [41] 蔡亚萍. HPLC-MS/MS法测定茶叶中灭多威、除虫脲和杀螟丹的残留量[J]. 台湾农业探索, 2012, 4(8): 70-72.
Cai YP. Determination on residual quantity of methomyl, diflubenzuron and cartap in tea by HPLC-MS/MS [J]. Taiwan Agric Res, 2012, 4(8): 70-72.
- [42] 洪萍, 李峰, 徐陆妹, 等. QuEChERS-气相色谱法快速检测茶叶中拟除虫菊酯农药残留的方法研究[J]. 中国卫生检验杂志, 2009, 19(2): 263-265.
Hong P, Ling F, Xu LM, *et al.* Detection of pyrethroid pesticide residues in tea by QuEChERS-GC [J]. Chin J Health Lab Tech, 2009, 19(2): 263-265.
- [43] Li X, Zhang ZW, Li PW, *et al.* Determination for major chemical contaminants in tea (*Camellia sinensis*) matrices: A review [J]. Food Res Int, 2013, (53): 649-658.
- [44] 徐倩, 刘静明, 诸思燕, 等. 茶叶有机磷及菊酯类农药残留检测中净化处理的研究[J]. 食品科学, 2005, 26(8): 299-302.
Xu Q, Liu JM, Zhu SY, *et al.* The research on purification material of organ phosphorous and pyrethrin pesticide residues in tea [J]. Food Sci, 2005, 26(8): 299-302.
- [45] 张新忠, 罗逢建, 刘光明, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定茶叶和土壤中丁醚脲及其代谢物的残留 [J]. 分析化学, 2011, 39(9): 1329-1335.
Zhang XZ, Luo FJ, Liu GM, *et al.* Determination of diafenthiuron and its metabolites in tea and soil by ultra performance liquid chromatography-electrospray ionization tandem mass spectrometry [J]. Chin J Anal Chem, 2011, 39(9): 1329-1335.
- [46] 邓美林, 陈俊赤, 段云鹏. 凝胶色谱-气相色谱-串联质谱法筛查茶叶中27种禁用农药[J]. 分析实验室, 2011, 33(3): 351-355.
Deng ML, Chen JC, Duan YP. Analysis of 27 banned pesticides in tea by GPC and gas chromatography-triple quadrupole mass spectrometry [J]. Chin J Anal Lab, 2011, 33(3): 351-355.
- [47] 李军明, 钟读波, 王亚琴. 在线凝胶渗透色谱-气相色谱/质谱法检测茶叶中的153种农药残留[J]. 色谱, 2010, (28)9: 840-848.
Li JM, Zhong DB, Wang YQ. Determination of 153 kinds of pesticide residues in tea using on-line gel permeation chromatography-gas chromatography/mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2010, (28)9: 840-848.
- [48] 廖国会, 金星, 陈文龙. 高效液相色谱法同时检测茶叶中吡虫啉和啉虫威残留的方法[J]. 贵州农业科学, 2011, 29(4): 130-132.
Liao GH, Jin X, Chen WL. Application of high performance liquid chromatography in detection of imidacloprid and acetamiprid residue in tea [J]. Guizhou Agric Sci, 2011, 29(4): 130-132.
- [49] 赵红霞, 肖冠云, 彭光良, 等. 农药残留问题与茶叶检测方法标准化[J]. 食品科学, 2006, 27(12): 894-896.
Zhao HX, Xiao GY, Peng GL, *et al.* The pesticide residue and standardization of tea detection methods [J]. Food Sci, 2006, 27(12): 894-896.
- [50] 郭桂义, 王广铭, 夏晓娟, 等. 我国的茶叶产品和安全标准现状及建议 [J]. 食品科技, 2011, 36(1): 289-296.
Guo GY, Wang GM, Xia XJ, *et al.* The current situation and suggestion on standard of tea products and safety in China [J]. Food Sci Technol, 2011, 36(1): 289-296.
- [51] 刘振, 赵洋, 梁国强, 等. 我国茶叶标准现状问题及对策[J]. 茶叶通讯, 2010, 37(3): 21-24.
Liu Z, Zhao Y, Liang GQ, *et al.* The status and corresponding strategy for tea criteria of China [J]. Tea Comm, 2010, 37(3): 21-24.

(责任编辑: 杨翠娜)

作者简介



陆小磊, 工程师, 主要研究方向为茶叶质量安全检测。

E-mail: luxl@outlook.com



周卫龙, 高级工程师, 主要研究方向为茶叶质量分析检测。

E-mail: z-weilong@163.com