

# 三重四极杆气相色谱质谱联用法测定茶叶中 31种农药残留

王家磊, 曾海英\*, 李思思, 张晓丽, 马洪超

(山东时进检测服务有限公司, 荣成 264309)

**摘要: 目的** 建立 QuEChERS-三重四极杆气相色谱质谱联用法测定茶叶中的 31 种农药残留的分析方法。**方法** 以 0.5% 的乙酸-乙腈(V/V)溶液作为溶剂, 加入无水硫酸镁、醋酸钠进行浸提, 后用硅酸镁、乙二胺-N-丙基硅烷化硅胶、C<sub>18</sub> 和石墨化炭黑净化试剂净化, 后用氮吹仪浓缩至干, 用 0.5% 乙酸-乙腈定容, 采用内标法定量, 气相色谱-质谱联用法同时 2 测定 31 种农药残留。**结果** 方法的线性相关系数达到 0.999 以上, 检出限为 10~50 μg/kg。同时采用红茶和绿茶作为基基本底, 用加标回收评价该方法的精密度和重现性, 31 种农药的平均回收率为 31%~86.7%, 相对标准偏差为 0~10%。**结论** 该方法操作简便快捷、检测成本低, 方法的灵敏度、准确度和精密度符合茶叶中农药残留测定的技术要求。

**关键词:** QuEChERS; 三重四极杆气相色谱质谱联用法; 农药残留; 茶叶

## Determination of 31 kinds of pesticide residues in tea by triple quadrupole gas chromatography-mass spectrometry

WANG Jia-Lei, ZENG Hai-Ying\*, LI Si-Si, ZHANG Xiao-Li, MA Hong-Chao

(Shandong Shijin Inspection Service Co., Ltd., Rongcheng 264309, China)

**ABSTRACT: Objective** To establish a method for the determination of 31 pesticide residues in tea by triple QuEChERS- triple quadrupole gas chromatography-mass spectrometry. **Methods** 0.5% acetic acid acetonitrile (V/V) solution was used as solvent, anhydrous magnesium sulfate and sodium acetate were added for extraction. After that, magnesium silicate, ethylenediamine-n-propylsilylated silica gel, C<sub>18</sub> and graphitized carbon black purification reagents were used for purification. The purification solution was concentrated to dryness by nitrogen blowing instrument, and then diluted to volume by 0.5% acetic acid acetonitrile. The internal standard method was used for quantification, and gas chromatography-mass spectrometry was used simultaneous determination of 31 pesticide residues. **Results** The linear correlation coefficient of the method was above 0.999, and the limit of detection was 10–50 μg/kg. The average recoveries of 31 pesticides were 31%–86.7%, and the relative standard deviations were 0–10%. **Conclusion** This method is simple and quick, and low cost. The sensitivity, accuracy and precision of the method meet the technical requirements for the determination of pesticide residues in tea leaves.

**KEY WORDS:** QuEChERS; triple quadrupole gas chromatography mass spectrometry; pesticide residues; tea

\*通信作者: 曾海英, 工程师, 主要研究方向为食品检测。E-mail: 37702021@qq.com

\*Corresponding author: ZENG Hai-Ying, Shandong Shijin Inspection Service Co., Ltd., Rongcheng 264309, China. E-mail: 37702021@qq.com

## 0 引言

为除去害虫、除草等,茶叶在生长过程中茶农喷洒农药,有些农药残留量甚至超标。我国允许使用的农药均会经过毒理学试验、风险评估等方法,对各种农药规定一个足够安全的限量标准。然而,国外为打压中国茶叶出口,尤其是欧盟把茶叶的残留限量规定得很低,也在一定程度上增强了茶叶的安全性风险。防止农药残留超标的茶叶流入市场,关于残留农药的风险控制成为茶叶行业的一个重要任务<sup>[1-2]</sup>。三重四极杆气相色谱质谱联用法是目前最有效的农药残留的检测手段之一,其主要特点是可以进行多种残留同时分析、检出限低、操作方便,采用 QuEChERS 的样品处理方法,具有样品处理快、试剂消耗少、检测成本低、线性范围宽、简便、快捷的特点,在农药残留的检测方面得到广泛应用<sup>[3-6]</sup>。

茶叶富含茶多酚、生物碱、黄酮,具有醒脑提神、抗衰老等保健功能,是人们品茶待客的佳品;目前检测农药残留的方法和文献的前处理提取方法多数以传统的固相萃取、液液萃取为主<sup>[7-8]</sup>,上机检测技术主要采用气相色谱法、液相色谱法、气相色谱-质谱法、液相色谱-串联质谱联用法和三重四极杆气相色谱质谱联用法为主<sup>[9-16]</sup>,本研究主要采用 QuEChERS 进行前处理提取,采用内标法用内标克服仪器信号漂移及样品基体效应的影响,使用灵敏度高的三重四极杆气相色谱质谱联用仪,建立同时测定茶叶中31种农药残留的检测方法,实现准确测定,为批量检测茶叶样品提供参考。

## 1 材料与方法

### 1.1 仪器、试剂与样品

GCMS-TQ8040NX 三重四极杆气相色谱质谱联用仪(日本岛津公司); Allegrax-22R 高速冷冻离心机(德国 BECKMAN COULTER 公司); GM-200 刀式研磨仪(德国莱驰公司); ARA520 电子天平(美国奥豪斯公司); IKAT18 高速匀浆机(广州仪科公司); JYL-C93T 组织捣碎机(九阳股份有限公司); HSC-24A 氮气吹干仪(天津恒奥科技有限公司); IKA MS3 涡旋振荡器(广州仪科有限公司); V-700 旋转蒸发仪(德国 BUCHI R-215 公司)。

乙腈(75-05-8)、乙酸乙酯(色谱纯,德国默克公司); 醋酸(分析纯,55896-93-0,烟台市双双化工有限公司); 硫酸镁(分析纯,7487-88-9,天津市凯信化学工业有限公司); 醋酸钠(分析纯,6131-90-4,天津市瑞金特化学有限公司)。

乙二胺-N-丙基硅烷化硅胶(PSA,天津博纳艾杰尔科技有限公司)、十八烷基硅烷键合硅胶(C<sub>18</sub>,天津博纳艾杰尔科技有限公司); 陶瓷均质子:2 cm(长)×1 cm(外径)(天津

博纳艾杰尔科技有限公司); 微孔滤膜(有机相,13 mm×0.22 μm)(天津津腾实验设备有限公司)。

31种农药储备液(含苯醚甲环唑、哒螨灵、氟氯氰菊酯和高效氟氯氰菊酯、氰戊菊酯、甲胺磷、甲拌磷、甲基对硫磷、甲氰菊酯、克百威、联苯菊酯、硫丹、硫环磷、氯氟氰菊酯和高效氯氟氰菊酯、氯唑磷、灭线磷、氰戊菊酯和S-氰戊菊酯、三氯杀螨醇、杀螟硫磷、水胺硫磷、特丁硫磷、溴氰菊酯、氧乐果、乙酰甲胺磷、p,p'-滴滴涕、o,p'-滴滴涕、p,p'-滴滴伊、p,p'-滴滴滴、α-六六六、β-六六六、γ-666和δ-六六六(浓度50 mg/L)、内标贮备液(100 μg/mL)(阿尔塔科技有限公司)。

### 1.2 标准系列制备

混合标准使用溶液(CatalogNo: 1ST27671-50E、CatalogNo: 1ST27672-50E):用31种农药混合贮备液,用乙酸乙酯逐级稀释至浓度为5 mg/L的元素混合标准使用溶液。

混合标准工作溶液:取适量混合标准使用溶液,用乙酸乙酯配制成浓度为20、50、100、200、300、400、500 μg/L的标准系列。可依据样品中农药残留的浓度适当调节标准系列浓度范围。

内标溶液(CAS:1024-57-3):取适量内标贮备液(100 μg/mL),用乙酸乙酯稀释至浓度为10 μg/mL。

### 1.3 样品前处理

茶叶用四分法分成2份,1份留样(>100 g),另1份切细后用研磨仪粉碎混匀供分析用(>100 g),装于食品级塑料袋中,一份留样,另一份供测试用。在样品制备过程中应注意试样不受到污染。

称取2 g试样(精确至0.01 g)于50 mL塑料离心管中,加10 mL水涡旋混匀,静置30~40 min(茶饼类茶可以适当延长浸泡时间)。加入20 mL乙腈-醋酸溶液(99.5:0.5, V:V),5 g无水硫酸镁,1.5 g醋酸钠及陶瓷均质子,盖上离心机盖,剧烈振荡1~2 min后4000 r/min离心5 min,吸取10 mL上清液加到内含1500 mg硅酸镁、500 mg PSA、500 mg C<sub>18</sub>及200 mg GCB的15 mL塑料管中,斡旋混匀1 min,4000 r/min离心5 min,准确吸取2 mL上清液于10 mL试管中,40 °C水浴中氮吹至干,加入20 μL的内标溶液,加入1 mL乙酸乙酯复溶,过微孔滤膜,用于测定。同时做试剂空白。

### 1.4 仪器条件

#### 1.4.1 色谱条件:

色谱柱:SH-Rx1-5Sil MS 色谱柱(30 m×0.25 mm,0.25 μm)

柱温:程序升温,请见表1。

表1 程序升温参考条件

Table 1 Temperature programmed reference conditions

	速率/(°C/min)	数值/°C	保持/min
初始温度		50	1
阶段 1	25	125	0
阶段 2	10	300	8.5

进样口温度: 250°C离子传输线温度: 280 °C, 载气: 氦气(99.99%), 流速: 1.0 mL/min。

## 1.4.2 质谱条件:

电离方式: EI 电离能量: 70 eV, 离子源温度: 200 °C, 传输线温度: 280 °C监控模式: MRM。每种农药的定量离子对、定性离子对和碰撞电压, 参见表 2。

表2 31种农药的和内标化合物的定量离子对、定性离子对

Table 2 Quantitative and qualitative ion pairs of 31 pesticides and internal standard compounds

序号	名称	定量离子对	碰撞电压/V	定性离子对	碰撞电压/V
内标	环氧七氯	352.8~262.9	15	354.8~264.9	15
被测农药					
1	苯醚甲环唑	136.0~94.0	10	136.0~42.0	5
2	哒螨灵	147.2~117.1	20	147.2~132.2	10
3	氟氯氰菊酯和高效氟氯氰菊酯	226.0~206.0	15	198.9~170.1	25
4	氟氰戊菊酯	156.9~107.1	15	198.9~157.0	10
5	甲基对硫磷	262.9~109.0	10	232.9~109.0	10
6	甲氰菊酯	207.9~181.0	5	264.9~210.0	10
7	甲胺磷	141.0~95.0	5	141.0~79.0	15
8	甲拌磷	260.0~75.0	5	230.9~128.9	25
9	氯唑磷	161.0~119.1	5	161.0~146.0	5
10	氯氟氰菊酯和高效氯氟氰菊酯	197.0~141.0	10	197.0~161.0	5
11	硫环磷	196.0~140.0	10	168.0~140.0	5
12	$\alpha$ -硫丹	194.9~159	5	194.9~125	20
13	联苯菊酯	181.2~165.2	25	181.2~166.2	10
14	乙酰甲胺磷	136.0~94.0	10	136.0~42.0	5
15	氧乐果	155.9~110.0	5	109.9~79.0	15
16	溴氰菊酯	252.9~93	15	250.7~172.0	5
17	特丁硫磷	230.9~175.0	10	230.9~129.0	20
18	水胺硫磷	135.9~108.0	15	135.9~69.0	30
19	杀螟硫磷	277.0~260.0	5	277.0~109.0	20
20	氰戊菊酯和 <i>S</i> -氰戊菊酯	167.0~125.1	5	224.9~119.0	15
21	三氯杀螨醇	139.0~111.0	15	250.9~138.9	15
22	灭线磷	157.9~97.0	15	157.9~114.0	5
23	克百威	164.2~149.1	10	164.2~131.1	15
24	p,p,-滴滴涕	235.0~165.2	20	237.0~165.2	20
25	o,p,-滴滴涕	235.0~165.2	20	237~165.2	20
26	p,p,-滴滴伊	246.1~176.2	30	315.8~246.0	15
27	p,p,-滴滴滴	234.9~165.1	20	236.9~165.2	20
28	$\alpha$ -六六六	218.9~183.0	5	216.9~181.0	5
29	$\beta$ -六六六	181.0~145.0	15	216.9~181.0	5
30	$\gamma$ -666	181.0~145.0	15	216.9~181.0	5
31	$\delta$ -六六六	217.0~181.1	5	181.1~145.1	15

## 1.5 上机测定

调整仪器至最佳工作状态,采用 GC-MS/MS 分析方法中内标校正定量分析方法测定。待仪器稳定后,按顺序依次对标准溶液、空白溶液和试样溶液和加标回收样品进行测定。按照上述分析条件绘制目标化合物标准曲线。样品溶液中目标化合物响应值均应在仪器测定线性范围内。以目标化合物标准溶液含量与定量离子强度,绘制标准曲线或计算直线回归方程,样品定量(纵坐标)是定量离子与内标定量离子的相对强度。

## 2 结果与分析

### 2.1 净化材料的选择

针对茶叶样品,对农药残留检测有干扰的物质主要有叶绿素、叶黄素等色素类物质,以及黄酮类、生物碱和酸类化合物最终选择等成分,通常选中性氧化铝、弗罗里硅土、活性炭、氨基柱子、C<sub>8</sub>、C<sub>18</sub>等填料都进行净化,单

一的填料都难以完全消除干扰。再去除色素方面,石墨化炭黑(graphitized carbon black, GCB)效果最优,去除黄酮类、生物碱和酸类化合物乙二胺-N-丙基硅烷化硅胶和 C<sub>18</sub>效果最佳,去除样品中的水分硫酸镁效果最佳。摒除传统的固相萃取,使用更加方便、快捷、准确、节俭的 QuEChERS<sup>[10-11]</sup>。

### 2.2 线性回归方程与检出限

在上述实验条件检测下,31种农药在20~500 μg/L的浓度范围内线性关系良好,相关系数均大于0.99,灵敏度很高,检出限为10~50 μg/kg,如表3。

### 2.3 回收率结果

分别用红茶和绿茶进行加标实验,向称量好的样品中分别添加混合标准溶液100、200、250 μg/kg 3个水平的待测农药,按方法操作步骤,每个水平平行测定6次,并计算回收率。进行3水平的31种农药加标回收测,结果见表4,满足实际检测需要。

表3 标准曲线及检出限  
Table 3 Standard curve and detection limit

检测项目	线性回归方程	相关性系数 <i>r</i>	检出限/(μg/kg)
苯醚甲环唑	$Y=0.9950255X-0.339312$	0.9936	50
哒螨灵	$Y=13.12993X-3.185484$	0.9993	50
氟氰氰菊酯和高效氟氰氰菊酯	$Y=0.2672898X-7.53261e-002$	0.9988	50
氟氰戊菊酯	$Y=2.734837X-0.7106755$	0.9988	50
甲基对硫磷	$Y=0.927893X-0.1451604$	0.9988	10
甲氰菊酯	$Y=1.185705X-0.2112939$	0.9996	50
甲胺磷	$Y=1.328918X-8.604381e-002$	0.9998	10
甲拌磷	$Y=1.16441X-7.949164e-002$	0.9995	10
氯唑磷	$Y=2.683146X-9.360099e-002$	0.9995	10
氯氟氰菊酯和高效氯氟氰菊酯	$Y=2.303401X-0.6308733$	0.9985	50
硫环磷	$Y=2.310513X-0.4621138$	0.9994	10
硫丹	$Y=0.5385731X+4.324232e-002$	0.9989	10
联苯菊酯	$Y=18.64569X+5.422815$	0.9634	50
乙酰甲胺磷	$Y=1.270734X-0.8100957$	0.9984	50
氧乐果	$Y=2.437785X-0.3433224$	0.9988	50
溴氰菊酯	$Y=0.7884207X-0.2765507$	0.9958	50
特丁硫磷	$Y=3.020777X-0.1773316$	0.9997	10
水胺硫磷	$Y=4.46207X-0.5801517$	0.9991	50
杀螟硫磷	$Y=1.368424X-0.2826877$	0.9986	50
氰戊菊酯和 S-氰戊菊酯	$Y=1.473483X-0.457993$	0.9968	10
三氯杀螨醇	$Y=8.750405X-2.110646$	0.9973	10

表 3(续)

检测项目	线性回归方程	相关性系数 $r$	检出限/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
灭线磷	$Y=2.507946X-2.078247e-002$	0.9994	10
克百威	$Y=4.108984X-9.433396e-002$	0.9992	10
p,p、-滴滴涕	$Y=7.744765X-1.120421$	0.9996	10
o,p、-滴滴涕	$Y=8.755851X-0.5726405$	0.9993	10
p,p、-滴滴伊	$Y=6.192274X+0.4806593$	0.9988	10
p,p、-滴滴滴	$Y=11.75734X-0.2840926$	0.9992	10
$\alpha$ -六六六	$Y=1.917302X+0.1642962$	0.9988	10
$\beta$ -六六六	$Y=3.373844X+0.3465052$	0.9986	10
$\gamma$ -666	$Y=3.580035X+0.3634322$	0.9981	50
$\delta$ -六六六	$Y=1.268123X+5.242667e-002$	0.9989	10

表 4 添加回收率及标准偏差( $n=6$ )Table 4 Addition recoveries and standard deviations ( $n=6$ )

名称	加标浓度 /( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均回收率 /%(红茶)	相对标准偏差 /%(红茶)	平均回收率 /%(绿茶)	相对标准偏差 /%(绿茶)
苯醚甲环唑	100	86.7	3.84	83.2	2.76
	200	80.6	2.81	80.0	0.89
	250	80.1	1.45	80.4	1.96
哒螨灵	100	83.8	2.15	82.1	1.21
	200	83.3	0.42	86.7	4.51
	250	81.8	0.62	80.2	1.46
氟氯氰菊酯和高效氟氯氰菊酯	100	55.2	2.75	78.5	3.88
	200	60.2	1.37	76.4	3.43
	250	58.3	2.15	78.9	2.44
氟氰戊菊酯	100	61.2	2.05	69.4	1.74
	200	65.6	1.59	76.8	2.36
	250	69.3	0.78	79.2	1.68
甲基对硫磷	100	59.1	1.98	69.2	5.90
	200	66.7	1.97	75.2	3.67
	250	66.9	0.99	78.5	2.14
甲氰菊酯	100	56.8	3.26	71.1	6.09
	200	59.6	1.97	77.5	1.49
	250	60.5	0.29	75.5	1.99
甲胺磷	100	46.3	4.51	64.6	7.98
	200	43.4	3.19	68.0	7.54
	250	41.5	0.94	76.6	4.17
甲拌磷	100	39.7	1.31	60.3	3.27
	200	46.2	1.69	66.8	1.83
	250	40.5	1.06	69.7	2.01

表 4(续)

名称	加标浓度 /( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均回收率 /%(红茶)	相对标准偏差 /%(红茶)	平均回收率 /%(绿茶)	相对标准偏差 /%(绿茶)
氯唑磷	100	44.4	1.36	51.0	6.51
	200	53.9	1.75	65.4	5.43
	250	50.9	1.27	69.2	4.68
氯氟氰菊酯和高效氯氟氰菊酯	100	55.2	1.84	67.4	2.84
	200	60.4	0.62	77.4	8.55
	250	58.9	0.59	79.7	6.76
硫环磷	100	53.1	2.95	63.7	3.84
	200	47.0	2.06	66.9	4.82
	250	51.0	0.92	70.8	3.89
硫丹	100	44.1	1.79	68.2	7.72
	200	48.2	1.31	86.1	2.52
	250	48.9	7.69	69.1	8.60
联苯菊酯	100	65.3	2.80	79.8	4.16
	200	58.2	1.36	68.5	4.36
	250	62.2	0.58	69.9	1.99
乙酰甲胺磷	100	42.5	4.05	62.1	5.88
	200	48.1	0.67	66.2	2.45
	250	47.6	0.91	60.2	3.74
氧乐果	100	37.1	2.28	51.0	4.55
	200	43.3	2.46	66.7	6.66
	250	42.1	1.04	59.6	5.97
溴氰菊酯	100	58.2	1.65	68.4	4.15
	200	58.4	1.03	66.9	2.80
	250	58.5	1.45	69.3	1.82
特丁硫磷	100	35.7	3.84	53.5	5.09
	200	43.5	2.81	66.5	6.98
	250	41.2	1.45	59.6	1.89
水胺硫磷	100	72.9	2.15	80.6	6.17
	200	74.9	4.42	81.7	3.98
	250	71.2	6.62	79.3	5.69
杀螟硫磷	100	59.0	6.75	78.1	4.77
	200	65.1	1.37	74.9	4.05
	250	67.3	4.36	78.2	3.05
氰戊菊酯和 S-氰戊菊酯	100	56.3	2.05	68.9	4.07
	200	62.9	1.59	76.1	3.06
	250	60.2	4.78	69.4	5.90

表4(续)

名称	加标浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均回收率 /%(红茶)	相对标准偏差 /%(红茶)	平均回收率 /%(绿茶)	相对标准偏差 /%(绿茶)
三氯杀螨醇	100	32.9	5.98	49.8	6.53
	200	33.1	4.97	51.2	4.64
	250	32.7	2.99	43.1	4.18
灭线磷	100	45.9	3.26	49.7	3.65
	200	51.9	6.97	67.3	7.16
	250	50.2	0.29	59.9	2.22
克百威	100	64.7	4.51	69.7	5.27
	200	76.1	3.19	78.0	8.61
	250	71.5	2.94	78.9	1.53
p,p'-滴滴涕	100	49.0	1.31	52.0	2.94
	200	46.5	4.69	56.4	4.49
	250	41.6	1.06	50.0	2.36
o,p'-滴滴涕	100	40.6	1.36	51.3	1.65
	200	43.4	1.75	56.2	4.14
	250	41.9	3.27	50.0	3.39
p,p'-滴滴伊	100	45.0	1.84	52.1	2.15
	200	43.4	0.62	56.2	7.27
	250	51.5	0.59	50.2	2.00
p,p'-滴滴滴	100	41.8	2.95	41.6	4.37
	200	45.9	2.06	47.4	2.05
	250	41.2	0.92	48.9	2.13
$\alpha$ -六六六	100	38.9	1.79	41.7	3.64
	200	46.0	1.31	47.0	2.79
	250	51.7	4.17	58.2	3.83
$\beta$ -六六六	100	32.5	2.80	40.6	3.37
	200	35.2	3.36	46.7	4.01
	250	34.7	2.58	39.1	3.81
$\gamma$ -666	100	33.0	2.05	40.4	3.62
	200	33.6	0.67	47.1	5.03
	250	31.0	5.91	40.1	4.15
$\delta$ -六六六	100	43.0	2.28	51.1	5.19
	200	46.1	2.46	47.2	4.75
	250	42.6	1.04	49.9	3.62

### 3 结 论

本研究选择 QuEChERS 方法进行样品前处理、气相色谱质谱联用法作为分析手段,以内标进行干扰校正,测定的标准参考物质以及加标回收实验结果满意,表明本研究确定的方法操作简单、快速准确、灵敏度高、检出限低、回收率高、成本低,适合对茶叶中 31 种农药残留的测定。便于茶叶的农药残留监测,为茶叶的质量安全提供有利保障。

### 参考文献

- [1] 王金鑫. 基于欧盟官网通报不合格茶叶信息分析茶叶农药残留现状及应对措施[J]. 中国茶叶, 2018, 40(1): 37-39.  
WANG JX. Analysis of the present situation of tea pesticide residues and countermeasures based on the information of unqualified tea noticed by EU official website [J]. China Tea, 2018, 40(1): 37-39
- [2] 唐海芹, 兰建彬. 我国茶叶安全状况及控制的研究进展[J]. 中国园艺文摘, 2014, (9): 218-220  
TANG HQ, LAN JB. Teasafety situation and the research progress on control in ourcountry [J]. China Horticult Abstracts, 2014, (9): 218-220.
- [3] 李春燕, 孔祥虹, 何强, 等. 改进的 QuEChERS-GC-MS 法快速分析茶叶中 30 种农药残留[J]. 中国食品与营养, 2010, (2): 57-60.  
LI CY, KONG XH, HE Q, *et al.* Determination of 30 pesticide residues in tea using modified QuEChERS-gas chromatography-mass spectrometry [J]. Food Nutr China, 2010, 2: 57-60.
- [4] 姚建花, 胡明友, 王芳, 等. QuEChERS 结合三重四级杆气质联用法测定茶叶中 15 种有机氯和拟除虫菊酯类农药残留[J]. 中国卫生检验杂志, 2020, 30(20): 2460-2463.  
YAO JH, HU MY, WANG F, *et al.* Determination of 15 organochlorine pesticides and pyrethroid pesticides residues in tea by QuEChERS combined with GC-MS/MS method [J]. Chin J Health Lab Tee, 2020, 30(20): 2460-2463.
- [5] 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): 299-301.  
XU Q, LIU JN, ZU SY, *et al.* The research on purification material of organ phosphorous and tyrethrin pesticide residues in tea [J]. Food Sci, 2005, 26(8): 299-301.
- [6] 鲍慶天, 裴少芬, 唐杏燕, 等. QuEChERS 结合高效液相色谱串联质谱快速检测速溶茶粉中八种农药残留[J]. 食品与发酵工业, 2018, 44: 5232-236.  
BAO AT, PEI SF, TANG XY, *et al.* Rapid determination of 8 pesticide residues in instant tea power by QuEChERS-HPLC-MS/MS [J]. Food Ferment Ind, 2018, 44: 5232-236.
- [7] 黄微, 李娜, 徐瑞晗, 等. 加速溶剂萃取-固相萃取净化-气相色谱-串联质谱法检测茶叶中 9 种拟除虫菊酯类农药残留[J]. 色谱, 2018, 36(12): 1303-1310.  
HUANG W, LI N, XU RH, *et al.* Determination of nine pyrethroid pesticide residues in tea by gas chromatography-tandem mass spectrometry combined with accelerated solvent extraction and solid phase extraction [J]. Chin J Chromatogr, 2018, 36(12): 1303-1310.
- [8] 陈华凤, 陈霞, 刘刚, 等. 固相萃取技术在茶叶农药残留检测中的应用[J]. 四川农业科技, 2018, (6): 45-46.  
CHEN HF, CHEN X, LIU G, *et al.* Application of solid phase extraction in the detection of pesticide residues in tea [J]. Sichuan Sci Technol, 2018, (6): 45-46.
- [9] 许祯毅, 姜威彪. 茶叶中农药残留检测技术应用进展[J]. 福建茶叶, 2020, 5: 8-10.  
XU ZY, JIANG XB. Application progress of pesticide residue detection technology in tea [J]. Tea Fujian, 2020, 5: 8-10.
- [10] 陈思敏, 林腾奕, 李星星, 等. QuEChERS 结合液相色谱-串联质谱法检测茶叶中 34 种农药残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(2): 507-515.  
CHEN SM, LIN TY, LI XX, *et al.* Determination of 34 kinds of pesticide residues in tea by QuEChERS combined with liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2020, 11(2): 507-515.
- [11] 唐加敏, 马荣宪, 熊佳梁, 等. 采用双柱毛细管气相色谱法测定茶叶农药残留量[J]. 农业工程技术, 2018, 38(5): 15-18.  
TANG JM, MA RX, XIONG JL, *et al.* Determination of pesticide residues in tea by two-column capillary gas chromatography [J]. Agric Eng Technol, 2018, 38(5): 15-18.
- [12] 鲍慶天, 裴少芬, 唐杏燕, 等. QuEChERS 结合高效液相色谱串联质谱快速检测速溶茶粉中八种农药残留[J]. 食品与发酵工业, 2018, 44(5): 232-236.  
BAO AT, PEI SF, TANG XY, *et al.* Rapid determination of 8 pesticide residues in instant tea power by QuEChERS-HPLC-MS/MS [J]. Food Fement Ind, 2018, 44(5): 232-236.
- [13] 宋淑玲, 李重九, 马晓东. 蔬菜农药多残留分析中基质共提物净化方法的研究[J]. 分析测试学报, 2008, 27(8): 795-799.  
SONG SL, LI CJ, MA XD. Study on clean-up method for co-extractions of multiple pesticide residues in vegetables [J]. J Instr Anal, 2008, 27(8): 795-799.
- [14] 徐娟, 陈捷, 王岚, 等. QuEChERS 提取与超高效液相色谱-电喷雾电离串联质谱联用法检测果蔬中的 230 种农药残留[J]. 分析测试学报, 2013, 32(3): 293-301.  
XU J, CHEN J, WANG L, *et al.* Large-scale analysis of pesticides in fruits and vegetables by liquid chromatography-electrospray tandem mass spectrometry with QuEChERS as clean up step [J]. J Instr Anal, 2013, 32(3): 293-301.
- [15] 贾玮, 黄峻榕, 凌云, 等. 高效液相色谱-串联质谱法同时测定茶叶中 290 种农药残留组分[J]. 分析测试学报, 2013, 32(1): 9-22.  
JIA W, HUANG JR, LING Y, *et al.* Determination of 290 Pesticide Residues in Tea by High Performance Liquid Chromatography-Tandem



Mass Spectrometry [J]. J Instr Anal, 2013, 32(1): 9–22.

- [16] 庞国芳, 范春林, 李岩, 等. 茶叶中 653 种农药化学品残留 GC-MS、GC-MS/MS 与 LC-MS/MS 分析方法: 国际 AOAC 方法评价预研究[J]. 分析测试学报, 2012, 31(9): 1017–1030.

PANG GY, FAN ChL, LI Y, *et al.* Determination of 653 pesticides and chemical contaminants residues in tea by GC-MS, GC-MS/MS and LC-MS/MS: The pre-collaborative study of AOAC method efficiency evaluation [J]. J Instr Anal, 2012, 31(9): 1017–1030.

(责任编辑: 王 欣)

## 作者简介



王家磊, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全检测。

E-mail: 13863108156@163.com



曾海英, 工程师, 主要研究方向为食品检测。

E-mail: 37702021@qq.com