DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20250812001
引用格式: 许恒誉, 刘博, 吴舜尧, 等. 顶空-气相色谱法测定茶多酚中 7 种有机溶剂残留及其风险分析[J]. 食品安全质量检测学报, 2026, 17(1): 180–186.
XU HY, LIU B, WU SY, *et al*. Determination of 7 kinds of organic solvent residues in tea polyphenols by headspace-gas chromatography and its risk analysis [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2026, 17(1): 180–186. (in Chinese with English abstract).

顶空-气相色谱法测定茶多酚中 7 种有机溶剂残留及其风险分析

许恒誉[1,2], 刘　博[1], 吴舜尧[1], 乔跃辉[1], 蔡兴华[1], 邰胜梅[2], 左小博[3,4], 彭池方[2*]

(1. 浙江中烟工业有限责任公司, 宁波　315502; 2. 江南大学食品学院, 无锡　214122;
3. 中华全国供销合作总社杭州茶叶研究院, 杭州　310016;
4. 浙江省茶资源跨界应用技术重点实验室, 杭州　310016)

摘　要: 目的　建立顶空-气相色谱法(headspace-gas chromatography, HS-GC)测定茶多酚中 7 种有机溶剂残留并进行风险分析。**方法**　以 50% N,N-二甲基乙酰胺溶液为基质, 经 DB-23 毛细管柱(60 m×0.32 mm, 0.25 μm)分离, 氢火焰离子化检测器(flame ionization detector, FID)检测, 建立了同时测定茶多酚中 7 种有机溶剂残留(正己烷、甲醇、二氯甲烷、丙酮、乙醇、三氯甲烷和乙酸乙酯)的分析方法。**结果**　HS-GC 可以将 7 种待测溶剂很好地进行分离, 其日内精密度和日间精密度良好。标准曲线在所考察的浓度范围内呈良好的线性关系, 检出限为 0.03~1.71 μg/g, 定量限为 0.12~5.77 μg/g。同时, 对市场上 27 批茶多酚样品进行残留检测和风险分析发现, 参照《中国药典》规定, 部分茶多酚样品中检出甲醇、乙酸乙酯、正己烷和乙醇, 其中有 33.33%样品的正己烷和 14.81%样品的乙醇超标, 但通过每日允许暴露量(permissible daily exposure, PDE)分析, 正己烷和乙醇带来的健康风险较低。**结论**　本研究方法简便、准确, 可用于茶多酚中 7 种有机溶剂残留的测定。

关键词: 有机溶剂残留; 茶多酚; 顶空-气相色谱法; 风险分析

Determination of 7 kinds of organic solvent residues in tea polyphenols by headspace-gas chromatography and its risk analysis

XU Heng-Yu[1,2], LIU Bo[1], WU Shun-Yao[1], QIAO Yue-Hui[1], CAI Xing-Hua[1], TAI Sheng-Mei[2], ZUO Xiao-Bo[3,4], PENG Chi-Fang[2*]

(1. *Zhejiang Industrial Co*., *Ltd*., *China Tobacco*, *Ningbo* 315502, *China*; 2. *School of Food Science and Technology*, *Jiangnan University*, *Wuxi* 214122, *China*; 3. *Hangzhou Tea Research Institute*, *China COOP*, *Hangzhou* 310016, *China*; 4. *Zhejiang Key Laboratory of Tea Resource Transboundary Application Technology*, *Hangzhou* 310016, *China*)

ABSTRACT: Objective　To establish a method for the determination of 7 kinds of organic solvent residues in tea

收稿日期: 2025-08-12
基金项目: 国家重点研发计划项目(2022YFD2101105); 浙江中烟工业有限责任公司研发项目(QG/ZY-SK-005/01x)
第一作者: 许恒誉(1994—), 女, 硕士, 助理工程师, 主要研究方向为分析化学。E-mail: xuhengyu@zjtobacco.com
***通信作者:** 彭池方(1975—), 男, 博士, 教授, 主要研究方向为食品危害物检测、真实性鉴别、食品新鲜度监测的研究。E-mail: pcf@jiangnan.edu.cn

polyphenols by headspace-gas chromatography (HS-GC), and conduct risk analysis. **Methods** A method for simultaneous determination of 7 kinds of organic solvent residues (n-hexane, methanol, dichloromethane, acetone, ethanol, trichloromethane and ethyl acetate) in tea polyphenols was established using a 50% N,N-dimethylacetamide solution as the matrix, separated by a DB-23 capillary column (60 m×0.32 mm, 0.25 μm), and detected by a flame ionization detector (FID). **Results** HS-GC could effectively separate 7 kinds of solvents to be tested, with good intra day and inter day precision. The standard curve showed a good linear relationship within the concentration range under investigation, with limit of detection of 0.03–1.71 μg/g and limit of quantitation of 0.12–5.77 μg/g. At the same time, residue testing and risk analysis were conducted on 27 batches of tea polyphenol samples in the market. According to the regulations of *Chinese Pharmacopoeia*, methanol, ethyl acetate, n-hexane and ethanol were detected in some tea polyphenol samples. Among them, 33.33% of the samples had n-hexane and 14.81% of the samples had ethanol exceeding the standard. However, through the analysis of permissible daily exposure (PDE), the health risks caused by n-hexane and ethanol were relatively low. **Conclusion** This research method is simple, accurate, and suitable for the determination of 7 kinds of residual organic solvents in tea polyphenols.

KEY WORDS: organic solvent residue; tea polyphenols; headspace-gas chromatography; risk analysis

0　引　言

茶多酚是茶叶中所含的一类多羟基类化合物, 在茶叶干物质中占 12%~25%, 其主要包括儿茶素、黄酮、酚酸等物质[1–2]。茶多酚因其具有良好的抗氧化性、抗辐射、降血糖脂、抗衰老、防治心血管病等作用[3–8], 在食品、化工和医药等领域得到了广泛的应用。茶多酚的提取工艺(主要包括提取、过滤、浓缩、萃取、纯化、干燥等)中会使用有机溶剂[9–10], 而大部分有机溶剂具有一定的毒性, 其残留可能会影响茶多酚制品的安全性[11]。因此, 对茶多酚中有机溶剂残留量的分析和风险评估有利于提取工艺的改进和保证茶多酚制品的质量安全。

目前, 残留溶剂检测主要有气相色谱法、干燥失重法、红外光谱法、核磁共振光谱法、紫外-可见分光光度法等。其中, 气相色谱法具有良好的分离能力和高灵敏度, 适合于食品等复杂基质中有机溶剂残留的检测[12–13]。目前, 气相色谱法, 主要为采用氢火焰离子化检测器(flame ionization detector, FID)的顶空-气相色谱法(headspace-gas chromatography, HS-GC), 是一种用于残留溶剂检测的有效方法, 其具有出色的分离性能、高灵敏度和实际应用性[14–18]。例如, 周冉等[15]建立了 HS-GC 测定伊班膦酸钠原料药中 5 种有机溶剂残留量的方法; 沈敏等[14]监测了天然冰片、艾片、合成冰片纯化工艺中的 6 种残留溶剂(正庚烷、正己烷、乙酸乙酯、环己烷、异辛烷、乙醇), 并对这些样品中的溶剂残留量进行了风险分析; 张德伟等[17]建立了测定胃蛋白酶原料中 7 种有机溶剂残留的 GC 方法; HWANG 等[18]建立并验证了一种 HS-GC/质谱(mass spectrometry, MS)方法, 用于测定 12 种挥发性有机物从食品接触材料至食品模拟物的迁移量。虽然采用 HS-GC 测定茶多酚中有机溶剂(如氯仿、乙酸乙酯、正己烷)残留的方法已有研究, 但这些研究多侧重于方法的建立, 未能深入探讨其残留所带来的实际风险[19–20]。

基于此, 本研究通过方法学优化建立 HS-GC 测定茶多酚类制品中 7 种残留溶剂(正己烷、甲醇、二氯甲烷、丙酮、乙醇、三氯甲烷和乙酸乙酯)的分析方法, 同时针对其残留现状开展风险评估, 以期为茶多酚的质量安全监管提供科学依据。

1　材料与方法

1.1　材料与试剂

茶多酚样品来源于实验室制备、电商店铺购买和从产家直接取样, 来自安徽、浙江、陕西、广州、上海、广东等 11 家生产企业, 共 27 批。

N,N-二甲基乙酰胺(N,N-dimethylformamide, DMF)、正己烷、乙酸乙酯、乙醇、甲醇、丙酮(色谱纯)、二氯甲烷、三氯甲烷(分析纯)(国药集团化学试剂有限公司); 实验用水均为超纯水。

1.2　仪器与设备

Nexis GC-2030AF 气相色谱仪、AUY120 电子天平(精度 0.1 mg)(日本 SHIMADZU 公司); MS105DU 电子天平(精度 0.01 mg, 瑞士 Mettler-Toledo 公司); Milli-Q 超纯水仪(德国默克 Millipore 公司); Agilent DB-23 毛细管柱(60 m×0.32 mm, 0.25 μm, 美国 Agilent 公司)。

1.3　实验方法

1.3.1　溶液配制

标准储备溶液: 分别精密量取 25 mg 正己烷、500 mg

甲醇、50 mg 二氯甲烷、100 mg 丙酮、250 mg 乙醇、75 mg 乙酸乙酯和 125 mg 三氯甲烷于 100 mL 的容量瓶中, 涡旋使之充分互溶, 再用 DMF 溶液定容配成储备溶液, 得到各标准物的质量浓度分别为 250、5000、500、100、2500、750、1250 μg/mL 的标准储备溶液, –18 ℃低温密封保存。

标准曲线溶液: 分别取 0.001、0.002、0.040、0.080、0.200、1.000、5.000 mL 的储备溶液于 100 mL 的容量瓶中, 用 50% DMF 水溶液定容至刻度, 混匀, 即得系列线性混合比标准溶液。精密量取上述溶液各 5 mL, 置于 20 mL 顶空瓶中, 加盖密封, 待测。

加标样品: 称量茶多酚样品 0.5 g 和精密量取适量标准储备液置于 50 mL 容量瓶中, 然后用 50% DMF 水溶液溶解并定容至刻度。准确量取 5.0 mL, 加入 20 mL 顶空瓶中并加盖密封, 即为加标样品。

1.3.2 样品前处理

将 0.5 g 的茶多酚样品加入 20 mL 顶空瓶中, 并加入 5 mL 的 50% DMF 水溶液, 加盖密封, 超声, 使茶多酚样品充分溶解, 即得待测样品液。

1.3.3 色谱条件

顶空进样条件: 恒温炉温度、进样环温度和传输线温度分别为 80、110 和 130 ℃; 平衡时间、GC 循环时间、压力平衡时间和进样时间分别为 20、33、0.3 和 0.1 min。

气相色谱条件: 分析柱为 Agilent DB-23 (60 m×0.32 mm, 0.25 μm)毛细管柱; 检测器为氢火焰离子化检测器(flame ionization detector, FID); 色谱柱采用升温程序: 40 ℃的初温保持 6 min, 再以 10 ℃/min 升到 180 ℃并保持 4 min; 进样口温度和检测器温度分别为 200 ℃和 250 ℃; 载气选择 N_2, 其流量控制在 1.2 mL/min; 分流比为 3:1。

1.4 数据处理

数据采集使用气相色谱仪配套的分析软件 LabSolutions, 数据统计和分析使用 Microsoft Office Excel 2021, 并使用 OriginPro 2021 进行软件作图。

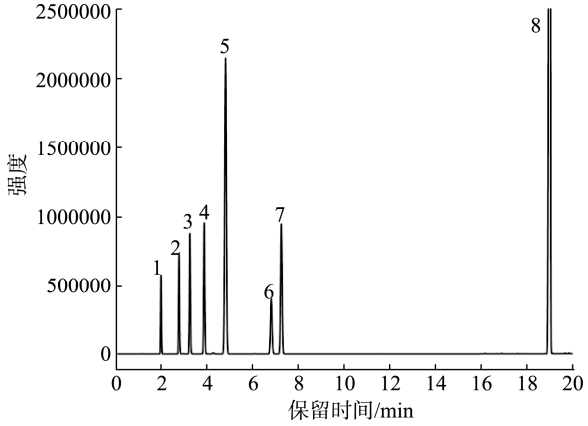
2 结果与分析

2.1 混合进样法分析 7 种有机溶剂

以 DB-23 毛细管柱为分析柱, 将含有正己烷、甲醇、丙酮、二氯甲烷、乙醇、乙酸乙酯、三氯甲烷 7 种有机溶剂的混合标准溶液按照 1.3 节所述条件进样。如图 1 的色谱图所示, 7 种有机物得到了高效分离, 响应高, 峰形较好。DMF 的出峰时间在约 19.015 min 处, 与 7 种目标有机溶剂的出峰时间相差大, 不会影响到 7 种有机溶剂的检测。

2.2 顶空条件的选择

顶空平衡温度与平衡时间是影响有机溶剂检测响应的主要因素[21–23]。样品的平衡温度与被测组分的蒸汽压有直接关系。如图 2A 所示, 随着温度的升高, 各溶剂峰的峰面积逐渐变大, 但当温度超过 80 ℃后, 除丙酮外, 其余溶剂的响应增长均趋于平缓。考虑到过高的平衡温度可能产生更强的干扰, 因此选择平衡温度为 80 ℃。平衡时间影响被测组分从样品基质到气相的扩散速度。图 2B 展示了在平衡温度 80 ℃下对平衡时间的优化, 结果表明, 在 10~20 min 时, 各溶剂响应持续上升; 至 30 min 时, 上升趋势不明显, 且有试剂呈现下降趋势; 当时间延长至 40 min, 大部分溶剂的响应已普遍呈现下降趋势。最终确定平衡温度 80 ℃、平衡时间 20 min 的优化顶空条件, 对溶液中的目标物进行分析。



注: 1. 正己烷; 2. 甲醇; 3. 二氯甲烷; 4. 丙酮; 5. 乙醇; 6. 乙酸乙酯; 7. 三氯甲烷; 8. DMF。

图 1 7 种有机溶剂的 HS-GC 图

Fig.1 HS-GC diagrams of 7 kinds of organic solvents

2.3 方法学考察

2.3.1 线性关系、检出限及定量限

取混合标准曲线溶液进样测试, 以溶剂质量浓度(X, μg/mL)为横坐标, 峰面积(Y)为纵坐标, 进行线性回归, 结果见表 1。各有机溶剂在其对应的线性范围内线性关系良好, 相关系数(r)范围为 0.9990~0.9997。以信噪比(S/N)约为 3 时对应的检测量作为 LODs, 以 S/N 约为 10 时对应的检测量作为 LOQs。LODs 和 LOQs(考虑茶多酚基质影响)见表 1, 7 种溶剂的 LODs 为 0.03~1.71 μg/g, LOQs 为 0.12~5.77 μg/g, 能够满足茶多酚中溶剂残留的定量检测需求。与已报道的 HS-GC 相比, 除乙酸乙酯(0.065 μg/g、0.36 μg/g)外, 本研究方法的 LODs 均优于文献报道值(正己烷: 0.119 μg/g; 丙酮: 0.19 μg/g; 三氯甲烷: 0.27 μg/g、0.5 μg/g)[19–20]。

2.3.2 精密度

日内精密度通过对同一天内的两个水平混合标准溶液分别进样 3 次来考察; 日间精密度通过监测连续 3 d 的两个水平混合标准溶液来考察。保留时间日内精密度 RSDs 范围为 0.05%~0.37%, 日间精密度 RSDs 范围为 0.15%~0.58%; 质量浓度日内精密度 RSDs 范围为 0.33%~1.58%, 日间精密

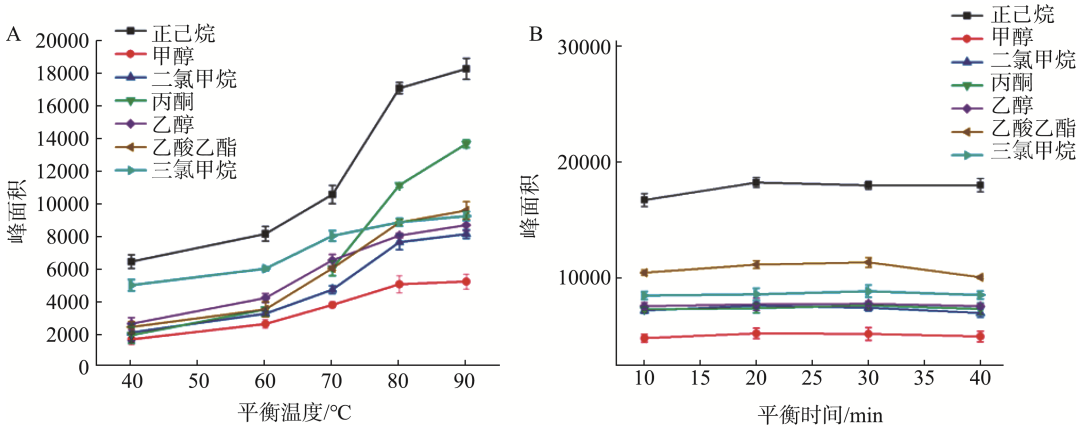


图 2　不同平衡温度(A)和不同平衡时间(B)对 7 种有机溶剂色谱峰面积的影响

Fig.2　Effects of different equilibrium temperatures (A) and different equilibrium time (B) on peak areas of 7 kinds of organic solvents

表 1　各有机溶剂的线性回归方程、相关系数、LODs 和 LOQs

Table 1　Linear regression equations, correlation coefficients, LODs and LOQs of various organic solvents

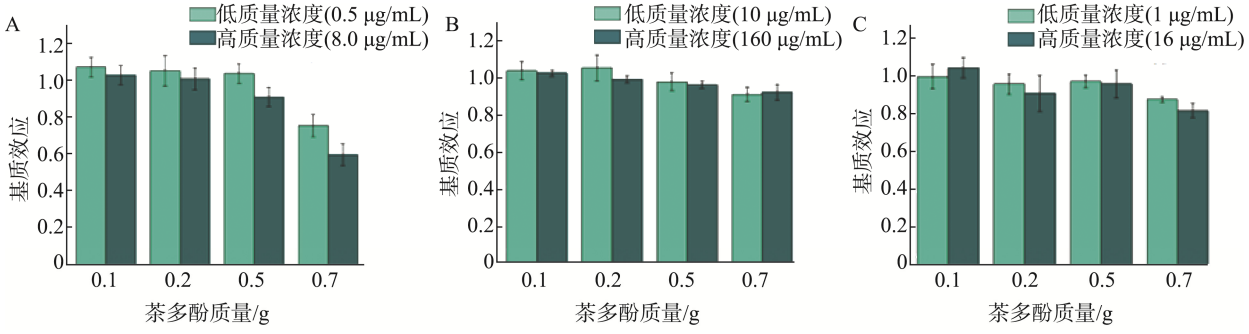
溶剂	线性范围/(μg/mL)	线性方程	相关系数	LODs/(μg/g)	LOQs/(μg/g)
正己烷	0.010~18.750	Y=83747.6X–301.5	0.9991	0.03	0.12
甲醇	0.500~500.000	Y=623.1X+689.3	0.9994	1.71	5.77
二氯甲烷	0.038~50.000	Y=5854.8X+7.6	0.9995	0.26	0.57
丙酮	0.050~75.000	Y=3433.3X+1245.3	0.9994	0.17	0.75
乙醇	0.125~250.000	Y=962.5X+2054.5	0.9993	0.46	1.41
乙酸乙酯	0.050~75.000	Y=6225.4X–214.1	0.9990	0.15	0.65
三氯甲烷	0.060~125.000	Y=2677.3X–136.6	0.9997	0.23	0.72

注：检出限(limits of detection, LODs)；定量限(limits of quantitation, LOQs)。

度 RSDs 范围为 0.47%~4.79%，均在 5%以内。以上结果表明该方法精密度良好，可靠性较高。

2.3.3　基质效应

基质效应是指食品等复杂样本中的成分会对目标分析物测定产生影响，导致分析物的响应增强或抑制，使得定量结果可信度降低[16,24–26]。因此，研究中需要充分考虑基质效应的影响，其中基质效应为加标样品溶液峰面积与标准溶液峰面积的比值。比值为 1 时表明没有基质效应，其大于 1 和小于 1 时分别代表基质对结果的增强效应和减弱效应。图 3A~G 评估了 7 种有机试剂在不同茶多酚添加量及不同浓度下的基质效应。当茶多酚的量为 0.5 g 时，其基质效应评分分别为 0.972、0.954、0.968、0.984、0.970、0.932、0.918，所有溶剂的基质效应评分均高于 0.9，最大限度地减少基质干扰，因此适合加入标准溶液中制成加标溶液。



注: A~G 分别表示正己烷、甲醇、二氯甲烷、丙酮、乙醇、乙酸乙酯、三氯甲烷。

图 3　不同质量的茶多酚对有机试剂的基质效应

Fig.3　Matrix effects of different quality tea polyphenols on organic reagents

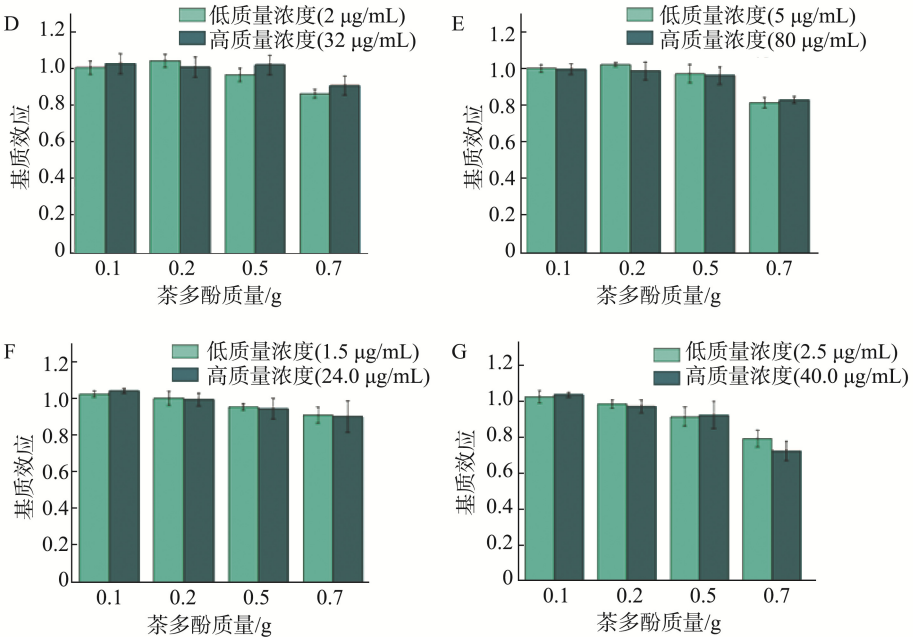


图 3(续) 不同质量的茶多酚对有机试剂的基质效应

Fig.3 Matrix effects of different quality tea polyphenols on organic reagents

2.3.4 加标回收率

向茶多酚样品 13 中添加 3 个水平的混合标准溶液，进行加标回收实验，每个加标水平测 3 次。如表 2 所示，3 个添加水平的平均回收率范围为 91.15%~100.70%，RSDs 范围为 1.50%~5.60%，说明该方法的重复性和精密性良好，准确度可达到检测要求。

2.3.5 实际样品检测

取 27 批茶多酚样品各按 1.3 所述方法进行测定。如表 3 所示，在 27 批样品中，有 11 批未检出任何有机溶剂残留。其余 16 批样品中，共 13 批可定量，残留情况按溶剂分类如下：正己烷(12 批检出，9 批定量，范围为 3.33~12.09 μg/g)、乙醇(8 批检出，4 批定量，范围为 260.33~349.68 μg/g)、甲醇(2 批检出，1 批定量：25.54 μg/g)及乙酸乙酯(2 批检出)。所有检出样品均来自不同生产厂商。

2.4 风险分析

本研究首先考察了残留溶剂的限度。根据 2020 年版《中国药典》通则 0861 残留溶剂测定法的规定，正己烷(限度为 2.9 μg/g)、甲醇(限度为 30 μg/g)属于应限制使用的“二类溶剂”，乙醇(限度为 50 μg/g)、乙酸乙酯(限度为 50 μg/g)属于对人体低潜在毒性的“三类溶剂”。在 27 批茶多酚样品中，有 9 批样品的正己烷残留量超过了 2020 年版《中国药典》的限度值，其不合格率为 33.33%。有 4 批乙醇含量远高于 2020 年版《中国药典》的限度值，不合格率为 14.81%。样品中正己烷和乙醇残留具有较高的超标风险，应该在各相关茶多酚质量标准中增强对正己烷和乙醇的控制。有 1 批样品检出甲醇，但没有超过 2020 年版《中国药典》的限度值，认定为具有较低风险。

表 2 7 种有机溶剂的加标回收率(n=3)

Table 2 Spike recovery rates of 7 kinds of residual solvents (n=3)

溶剂	加入量/(μg/g)	平均回收率/%	RSDs/%
正己烷	2.5	98.35	4.30
	25.0		5.50
	80.0		3.10
甲醇	50	96.30	3.80
	500		2.00
	1600		3.40
二氯甲烷	5	93.10	2.30
	50		4.90
	160		2.30
丙酮	10	97.04	2.40
	100		1.50
	30		2.40
乙醇	25	100.70	2.60
	250		2.20
	800		4.10
乙酸乙酯	7.5	94.63	4.20
	75.0		2.20
	240.0		1.90
三氯甲烷	12.5	91.15	3.30
	125.0		5.60
	400.0		2.70

表 3　不同茶多酚产品中各残留试剂含量测定结果(μg/g)
Table 3　Determination results of residual reagent content in different tea polyphenol products (μg/g)

样品编号	正己烷	甲醇	二氯甲烷	丙酮	乙醇	乙酸乙酯	三氯甲烷
样 1	/	/	/	/	290.43	/	/
样 2	/	/	/	/	/	/	/
样 3	/	/	/	/	/	/	/
样 4	a	/	/	/	/	/	/
样 5	/	/	/	/	342.14	a	/
样 6	/	/	/	/	260.33	/	/
样 7	4.33	/	/	/	/	/	/
样 8	/	/	/	/	/	/	/
样 9	/	/	/	/	349.68	/	/
样 10	/	/	/	/	/	/	/
样 11	12.09	/	/	/	/	/	/
样 12	11.84	/	/	/	/	/	/
样 13	/	/	/	/	/	/	/
样 14	4.62	/	/	/	/	a	/
样 15	3.33	25.54	/	/	/	/	/
样 16	/	/	/	/	/	/	/
样 17	/	/	/	/	/	/	/
样 18	/	/	/	/	/	/	/
样 19	/	/	/	/	/	/	/
样 20	a	a	/	/	a	/	/
样 21	4.84	/	/	/	a	/	/
样 22	a	/	/	/	a	/	/
样 23	11.83	/	/	/	/	/	/
样 24	/	/	/	/	/	/	/
样 25	/	/	/	/	/	/	/
样 26	4.11	/	/	/	a	/	/
样 27	5.36	/	/	/	/	/	/
平均残留	6.93	25.54	/	/	310.65		

注: a. 高于样品 LOD, 低于样品 LOQ; /. 未检出。

其次, 本研究参考人用药品注册技术要求国际协调会(ICH) Q3C《残留溶剂指导原则》, 明确了相关溶剂的每日允许暴露量(permissible daily exposure, PDE): 正己烷 2.9 mg/d、甲醇 30 mg/d、乙醇 50 mg/d、乙酸乙酯 50 mg/d。茶多酚的安全剂量在欧盟的规定中被设定为每日摄入量小于 800 mg, 其规定是基于绿茶中的主要活性成分儿茶素过高剂量摄入可能对肝脏造成损害的风险。亚洲人的每日茶多酚摄入剂量则被限制为 250 mg[27–30]。本研究根据茶多酚摄入量为每日 250 mg(中国)和 800 mg(欧盟)计算了 7 种残留溶剂的每日摄入量(各溶剂残留量×用量上限)。样品中残留正己烷的最大每日摄入量为 3.02 μg(中国)和 9.67 μg(欧盟); 样品中残留甲醇的最大每日摄入量为 6.39 μg(中国)和 20.43 μg(欧盟); 样品中残留乙醇的最大每日摄入量为 87.35 μg(中国)和 279.5 μg(欧盟)。正己烷、甲醇和乙醇的每日摄入量值均小于其 PDE, 可认为茶多酚样品带来的健康风险较低。上述溶剂中, 正己烷、甲醇为中等毒性溶剂, 乙醇、乙酸乙酯为低毒性溶剂。尽管暂未发现高毒性溶剂残留, 但仍然需要加强监测。

3　结　论

本研究建立了针对 7 种有机溶剂残留的 HS-GC 方法, 在顶空平衡时间为 20 min、平衡温度为 80 ℃时有机残留物的分离和定量分析效果较好。该方法的标准曲线在所考察的浓度范围内线性关系良好且具有较高的检测灵敏度, LODs 为 0.03~1.71 μg/g, LOQs 为 0.12~5.77 μg/g。方法日内精密度和日间精密度良好, 在 3 个不同添加水平下, 平均加标回收率为 91.15%~100.70%, 符合测定需求。本研究建立的方法简便、快速、结果可靠, 能显著提升茶多酚中有机溶剂残留的风险监测效率, 具备良好的应用潜力。从实验室和市场随机采集的 27 批茶多酚样本, 经过检测分析及风险评估, 可以暂时认为甲醇、乙酸乙酯残留无风险; 正己烷和乙醇溶剂残留虽然通过 PDE 分析认为其带来的健康风险较低, 但其含量均超出了限度值(2020 年版《中国药典》)且检出率较高。因此, 在茶多酚质量监管中加强对正己烷和乙醇残留的监测具有重要的食品安全意义。

参考文献

[1] 倪冉熹. 茶多酚的性质及提取工艺研究进展[J]. 西部皮革, 2017, 39(4): 10.
NI RX. Research progress on the properties and extraction technology of tea polyphenols [J]. Western Leather, 2017, 39(4): 10.

[2] DAI YH, WEI JR, CHEN XQ. Interactions between tea polyphenols and nutrients in food [J]. Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety, 2023, 22(4): 3130–3150.

[3] LI J, WANG Y, SUH JH. Multi-omics approach in tea polyphenol research regarding tea plant growth, development and tea processing: Current technologies and perspectives [J]. Food Science and Human Wellness, 2022, 11(3): 524–536.

[4] NIU J, SHANG M, LI X, *et al*. Health benefits, mechanisms of interaction with food components, and delivery of tea polyphenols: A review [J]. Critical Reviews in Food Science and Nutrition, 2024, 64(33): 12487–12499.

[5] SAIMAITI A, HUANG SY, XIONG RG, *et al*. Antioxidant capacities and polyphenol contents of kombucha beverages based on vine tea and sweet tea [J]. Antioxidants (Basel), 2022, 11(9): 1655.

[6] UĞUR H, ÇATAK J, ÖZGÜR B, *et al*. Effects of different polyphenol-rich herbal teas on reducing predicted glycemic index [J]. Food Science and Technology, 2022, 42: e03022.

[7] YE Y, WARUSAWITHARANA H, ZHAO H, *et al*. Tea polyphenols attenuates inflammation via reducing lipopolysaccharides level and

inhibiting TLR4/NF-κB pathway in obese mice [J]. Plant Foods for Human Nutrition, 2022, 77(1): 105–111.

[8] TANG MG, ZHANG S, XIONG LG, *et al*. A comprehensive review of polyphenol oxidase in tea (*Camellia sinensis*): Physiological characteristics, oxidation manufacturing, and biosynthesis of functional constituents [J]. Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety, 2023, 22(3): 2267–2291.

[9] LI H, GUO H, LUO Q, *et al*. Current extraction, purification, and identification techniques of tea polyphenols: An updated review [J]. Critical Reviews in Food Science and Nutrition, 2023, 63(19): 3912–3930.

[10] SHAUKAT H, ALI A, ZHANG Y, *et al*. Tea polyphenols: Extraction techniques and its potency as a nutraceutical [J]. Frontiers in Sustainable Food Systems, 2023, 7: 1175893.

[11] 杨新, 陈莉, 卢红梅, 等. 茶多酚提取与纯化方法及其功能活性研究进展[J]. 食品工业科技, 2019, 40(5): 322–328, 332.
YANG X, CHEN L, LU HM, *et al*. Research progress on extraction and purification methods of tea polyphenols and its functional activities [J]. Science and Technology of Food Industry, 2019, 40(5): 322–328, 332.

[12] 刘相真, 梁慧玲, 孔俊豪, 等. 茶多酚制品中有机溶剂多残留检测方法研究进展[J]. 中国茶叶加工, 2012(4): 23–24, 29–31.
LIU XZ, LIANG HL, KONG JH, *et al*. Review of recent research on analytic methods of the organic solvent residue in tea polyphenols product [J]. China Tea Processing, 2012(4): 23–24, 29–31.

[13] AL-TAHER F, NEMZER B. Determination and quantitation of residual solvents in natural food ingredients using a static headspace gas chromatography with flame ionization detection and mass spectrometric detection method [J]. Journal of Food Protection, 2018, 81(10): 1573–1581.

[14] 沈敏, 黄逸文, 鲁辉, 等. 天然冰片、艾片、合成冰片中残留溶剂测定及风险分析[J]. 中成药, 2023, 45(6): 1914–1920.
SHEN M, HUANG YW, LU H, *et al*. Determination and risk analysis of residual solvents in *Borneolum*, *L-borneolum* and *Borneolum syntheticum* [J]. Chinese Traditional Patent Medicine, 2023, 45(6): 1914–1920.

[15] 周冉, 王飞, 林佳睿, 等. 顶空-气相色谱法测定伊班膦酸钠中多种残留溶剂[J]. 色谱, 2024, 42(5): 481–486.
ZHOU R, WANG F, LIN JR, *et al*. Determination of multiple residual solvents in ibandronate sodium using headspace-gas chromatography [J]. Chinese Journal of Chromatography, 2024, 42(5): 481–486.

[16] 郝兰, 俞存兵, 郭忠, 等. 顶空-气相色谱法测定南极磷虾油中有机溶剂残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2024, 15(2): 105–111.
HAO L, YU CB, GUO Z, *et al*. Determination of residual levels of organic solvents in Antarctic krill oil by headspace-gas chromatography [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2024, 15(2): 105–111.

[17] 张德伟, 王文婷, 郭娅, 等. 气相色谱法测定胃蛋白酶中 7 种有机溶剂残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2022, 13(6): 2012–2017.
ZHANG DW, WANG WT, GUO Y, *et al*. Determination of 7 kinds of residual organic solvents in pepsin by gas chromatography [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2022, 13(6): 2012–2017.

[18] HWANG JB, LEE S, YEUM J, *et al*. HS-GC/MS method development and exposure assessment of volatile organic compounds from food packaging into food simulants [J]. Food Additives & Contaminants: Part A, 2019, 36(10): 1574–1583.

[19] 黄秋森. 气相色谱法测定茶多酚中的氯仿和乙酸乙酯残留[J]. 福建分析测试, 2005(2): 2173–2174, 2172.
HUANG QS. Gas chromatographic determination of residual chloroform and ethyl acetate in tea polyphenols [J]. Fujian Analysis & Testing, 2005(2): 2173–2174, 2172.

[20] 刘波平, 周妍, 罗香, 等. 顶空毛细管气相色谱法测定茶多酚中有机溶剂的残留量[J]. 分析试验室, 2007(4): 69–72.
LIU BP, ZHOU Y, LUO X, *et al*. Determination of residual organic solvents in tea polyphenols by headspace capillary gas chromatography [J]. Chinese Journal of Analytical Laboratory, 2007(4): 69–72.

[21] WANG M, FANG S, LIANG X. Natural deep eutectic solvents as eco-friendly and sustainable dilution medium for the determination of residual organic solvents in pharmaceuticals with static headspace-gas chromatography [J]. Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis, 2018, 158: 262–268.

[22] BHUPATIRAJU RV, BATTULA SR, KAPAVARAPU MVNR, *et al*. Assessment of gas chromatography methodology approach for the trace evaluation of carcinogenic impurity, methyl chloride, in trimetazidine dihydrochloride [J]. Annales Pharmaceutiques Françaises, 2023, 81(1): 64–73.

[23] WACHEŁKO O, SZPOT P, ZAWADZKI M. A novel simple and precise method for the determination of azide impurity in sartans using headspace gas chromatography with two dissimilar capillary columns and two flame ionization detectors (HS-GC-FID/FID) [J]. Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis, 2021, 192: 113671.

[24] HAJŠLOVÁJ, ZROSTLÍKOVÁ J. Matrix effects in (ultra)trace analysis of pesticide residues in food and biotic matrices [J]. Journal of Chromatography A, 2003, 1000(1-2): 181–197.

[25] LEE DH, HWANG SH, PARK S, *et al*. A solvent-free headspace GC/MS method for sensitive screening of N-nitrosodimethylamine in drug products [J]. Analytical Methods, 2021, 13(30): 3402–3409.

[26] VARONA-TORRES E, CARLTON DD, HILDENBRAND ZL, *et al*. Matrix-effect-free determination of BTEX in variable soil compositions using room temperature ionic liquid co-solvents in static headspace gas chromatography mass spectrometry [J]. Analytica Chimica Acta, 2018, 1021: 41–50.

[27] BEDROOD Z, RAMESHRAD M, HOSSEINZADEH H. Toxicological effects of *Camellia sinensis* (green tea): A review [J]. Phytotherapy Research, 2018, 32(7): 1163–1180.

[28] MAZZANTI G, DI SOTTO A, VITALONE A. Hepatotoxicity of green tea: An update [J]. Archives of Toxicology, 2015, 89(8): 1175–1191.

[29] WU MH, LIU JY, TSAI FL, *et al*. The adverse and beneficial effects of polyphenols in green and black teas *in vitro* and *in vivo* [J]. International Journal of Medical Sciences, 2023, 20(10): 1247–1255.

[30] HU J, WEBSTER D, CAO J, *et al*. The safety of green tea and green tea extract consumption in adults-results of a systematic review [J]. Regulatory Toxicology and Pharmacology, 2018, 95: 412–433.

(责任编辑: 于梦娇 韩晓红)