

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

李军明* , 钟读波 , 王亚琴 , 冯 雷 , 祝红昆

(云南省产品质量监督检验研究院 , 云南 昆明 650223)

摘要 :建立了在线凝胶渗透色谱-气相色谱/质谱(GPC-GC/MS)分析茶叶中 153 种农药残留的方法。样品用乙腈超声提取 ,提取液经石墨化炭黑固相萃取柱净化后 ,经 GPC-GC/MS 在线净化、分离和检测。方法的加标回收率为 73.32% ~ 117.05% ,相对标准偏差为 0.76% ~ 13.18%。方法的检出限和定量限范围分别为 0.000 3 ~ 0.006 mg/kg 和 0.001 ~ 0.02 mg/kg。该方法样品前处理简单、分析时间短 ,灵敏度和精密度均符合农药多残留检测技术的要求 ,适用于茶叶中多种农药残留的检测。

关键词 :在线凝胶渗透色谱 ;气相色谱-质谱 ;多农药残留 ;茶叶

中图分类号 :O658 文献标识码 :A 文章编号 :1000-8713(2010)09-0840-09

Determination of 153 pesticide residues in tea using on-line gel permeation chromatography-gas chromatography/mass spectrometry

LI Junming* , ZHONG Dubo , WANG Yaqin , FENG Lei , ZHU Hongkun

(Yunnan Product Quality Supervision and Testing Academy , Kunming 650223 , China)

Abstract : A method was developed for the determination of 153 pesticide residues in tea using on-line gel permeation chromatography-gas chromatography/mass spectrometry (GPC-GC/MS). The pesticide residues were extracted with acetonitrile under ultrasonic operation , and the extract was first cleaned up with an ENVI-carb solid phase extraction column and then separated and detected with the on-line GPC-GC/MS system. The recoveries of the method ranged from 73.32% to 117.05% with the relative standard deviations (RSDs) from 0.76% to 13.18%. The limits of detection and the limits of quantification were 0.000 3 - 0.006 mg/kg and 0.001 - 0.02 mg/kg , respectively. This method is simple , rapid and characterized with acceptable sensitivity and accuracy to meet the requirements for the analysis of multiple pesticide residues in tea.

Key words : on-line gel permeation chromatography (GPC) ; gas chromatography/mass spectrometry (GC/MS) ; multiple pesticide residues ; tea

茶叶是我国传统的重要出口商品。近年来 ,欧盟以及日本等发达国家对进口茶叶的农药残留检测项目不断增加 ,对限量标准的要求也日趋严格^[1,2]。如何在有限的资源配置下节约人力、物力 ,提高工作效率 ,应对日趋严格的茶叶中农药残留限量标准 ,满足国际茶叶市场的要求 ,是农药残留检测人员面临的共同问题。因此 ,研究茶叶中多种农药残留的分

析方法有着极大的应用价值。

近年来 ,对茶叶中农药残留的分析方法有不少报道^[3-10] ,色谱-质谱联用法以其准确、灵敏等特点逐步成为茶叶中农药残留检测最常用的方法^[5-13]。在近两年发布的茶叶中农药残留检测方法的国家标准中 ,也主要采用了气相色谱-质谱法 (GC-MS)^[11,12]、液相色谱-串联质谱法^[13]。凝胶渗透色

* 通讯联系人 :李军明 ,高级工程师。Tel : (0871) 5198437 , E-mail : ljm_wgh@ sina. com.

基金项目 :国家质量监督检验检疫总局质检公益性行业科研专项课题(No. 200810498)。

收稿日期 2010-05-31

谱法(GPC)能有效去除茶叶提取物中的大部分色素、生物碱、脂多糖等大分子杂质,离线GPC净化技术已经在茶叶中农药残留分析过程中得到应用^[9-11]。而将在线GPC净化技术应用于茶叶中农药残留检测的研究目前尚未见报道。本文根据欧盟茶叶委员会(ETC)对茶叶中重点要求的部分农药残留检测项目,建立了在线GPC-GC/MS联用的分析方法用于检测茶叶中153种农药残留量;对比了不同的提取溶剂、固相萃取柱、淋洗剂等提取和净化条件,优化了在线GPC-GC/MS联用条件。本文采用在线GPC-GC/MS联用技术,不仅省去了样品人工浓缩步骤,提高了自动化程度,还大幅度降低了实验过程中试剂的使用;采用程序升温气化(programmed temperature vaporizer, PTV)进样技术,进样量可高达20 μL ,提高了被检测物的检出限。

1 实验部分

1.1 仪器和主要试剂

QP 2010 Plus 在线凝胶渗透色谱-气相色谱/质谱仪(日本岛津公司);配有电子轰击离子源(EI);Anke GL-20G-II 高速冷冻离心机(上海安亭科学仪器厂);JNC OA-SYS 氮吹浓缩仪(美国 Organomation Associates 公司);1210 型超声波清洗仪(美国 Branson 公司);固相萃取装置(德国 CNW 公司);200 μL 微量可调移液枪(德国 Eppendorf 公司)。

普洱茶、绿茶、红茶、乌龙茶由云南省产品质量监督检验研究院提供;153种农药标准品和环氧七氯均购自德国 Laboratories of Dr. Ehrenstorfer,纯度 $\geq 95\%$;乙腈、丙酮、环己烷和甲苯均为色谱纯(美国 Fisher Scientific 公司);无水硫酸钠为分析纯(光复试剂厂),用前在650 $^{\circ}\text{C}$ 下灼烧4 h,贮存于干燥器中,冷却后备用;ENVI-carb 石墨化炭黑固相萃取柱(250 mg, 3 mL, 美国 Supelco 公司)。

农药标准储备溶液的配制:准确称取5~10 mg(精确到0.1 mg)各农药标准品,分别置于10 mL容量瓶中,用甲苯溶解并定容至刻度,于-18 $^{\circ}\text{C}$ 下保存。

混合农药标准溶液的配制:根据每种农药在仪器上的响应灵敏度,确定其在混合标准溶液中的浓度。依据每种农药在混合标准溶液中的浓度及其标准储备液的浓度,移取一定量的单个农药标准储备溶液于100 mL容量瓶,用丙酮-环己烷(3:7, v/v)定容至刻度。

内标溶液的配制:准确称取10 mg 环氧七氯于50 mL容量瓶中,用甲苯定容至刻度,配制成质量浓

度为200 mg/L的内标储备溶液。吸取0.5 mL内标储备溶液至100 mL容量瓶中,用丙酮-环己烷(3:7, v/v)定容至刻度,配制成质量浓度为1 mg/L的内标溶液。

1.2 样品的提取

准确称取粉碎均匀的茶叶试样5.00 g(精确至0.01 g)置于50 mL离心管中,加入10.0 mL乙腈和100 μL 内标溶液,涡旋混匀1 min,超声提取15 min,于4 500 r/min速率下离心3 min。取上清液2.0 mL待净化。

1.3 样品的固相萃取净化

在ENVI-carb萃取柱中加入1 cm高的无水硫酸钠,用5 mL丙酮-甲苯(3:1, v/v)溶液预淋洗萃取柱,当液面到达无水硫酸钠顶部时,将1.2节中得到的待净化液过萃取柱。用8 mL上述丙酮-甲苯溶液洗脱,收集流出液置于10 mL比色管中,在40 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中氮吹浓缩至约0.5 mL,加入2 mL丙酮-环己烷(3:7, v/v)溶液进行溶剂交换,涡旋混匀,在40 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中氮吹至近干,用上述丙酮-环己烷溶液溶解并定容至1 mL,待在线GPC-GC/MS测定。

1.4 在线 GPC-GC/MS 条件

1.4.1 在线 GPC 条件

凝胶渗透色谱柱:Shodex CLNpak EV-200(150 mm \times 2.0 mm);流动相:丙酮-环己烷(3:7, v/v);流速0.1 mL/min;柱温:40 $^{\circ}\text{C}$;进样量:20 μL ;检测波长:210 nm;农药残留组分在线收集时间段:4.65~6.65 min。

1.4.2 GC/MS 条件

GC条件:色谱柱为惰性石英毛细管(5 m \times 0.53 mm)+预柱DB-5 MS柱(5 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm)+分析柱DB-5 MS柱(25 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm);色谱柱升温程序:起始温度为82 $^{\circ}\text{C}$,保持5 min后以8 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 速率程序升温至300 $^{\circ}\text{C}$,保持5.75 min;载气为氦气,纯度 $\geq 99.999\%$,流速为1.75 mL/min;进样方式:不分流进样,PTV进样;进样口升温程序:起始温度为120 $^{\circ}\text{C}$,保持5 min后以100 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 速率升温至250 $^{\circ}\text{C}$,保持31 min。

MS条件:EI离子源温度为230 $^{\circ}\text{C}$,接口温度为280 $^{\circ}\text{C}$;扫描时间:A组为10.8~34.5 min, B组为13.8~37.7 min, C组为11.0~33.6 min, D组为15.5~34.4 min;选择离子监测(SIM)模式,每组农药所有需要检测的离子按照出峰顺序,分时间段分别检测。

2 结果与讨论

2.1 提取溶剂的选择

茶叶中含有大量的色素,特别是普洱茶、红茶中色素含量更高,而同时检测的农药品种数量较多,极性差异较大,因此对样品提取溶剂的选择要求较高。本文选择丙酮-正己烷(1:2, v/v)、丙酮-乙腈(1:2, v/v)、乙腈、乙腈-水(4:1, v/v)作为提取溶剂进行添加回收率对比实验。实验发现,丙酮-正己烷、乙腈-丙酮、乙腈作为提取溶剂时,添加回收率均能满足要求;而乙腈-水作为提取溶剂的回收率偏低,且水溶性物质(如茶多酚、茶碱)提取出来的较多,增加了净化步骤和难度;丙酮-正己烷、丙酮-乙腈提取

出来的杂质较多,颜色较深。相比之下,以乙腈作为提取溶剂的提取效果较好,其后续净化步骤相对简单,基质干扰小,回收率理想,因此本实验采用乙腈作为提取溶剂。

2.2 固相萃取柱的选择

本文比较了常用于农药残留的几种固相萃取柱:ENVI-carb 柱、ENVI-carb + NH₂ 柱、ENVI-carb + PSA 柱、ENVI-carb + C₁₈ 柱和 Waters 专用柱^[14],用 12 种具有代表性的农药在其 10 倍检出限添加浓度水平下进行回收率对比实验,回收率结果见图 1。从实验结果看,只通过 ENVI-carb 固相萃取柱的回收率总体评价最为理想,且操作简单,因而本方法采用 ENVI-carb 固相萃取柱进行固相萃取净化。

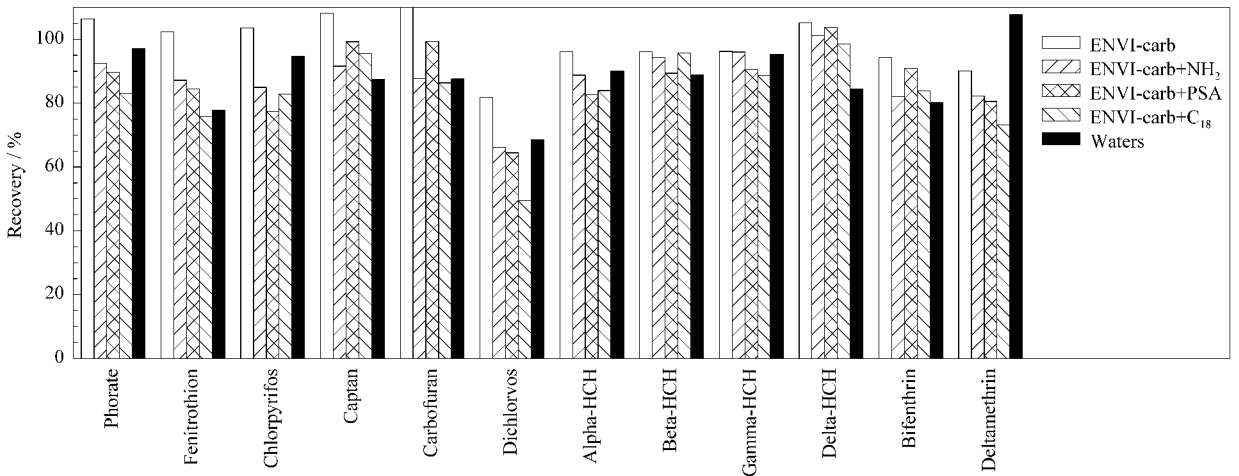


图 1 不同固相萃取柱对 12 种农药回收率的影响

Fig. 1 Effects of different SPE columns on the recoveries of 12 pesticides

2.3 洗脱溶剂的选择

用 12 种具有代表性的农药在其 10 倍检出限添加浓度水平下进行回收率对比实验,比较了丙酮-甲苯(3:1, v/v)、丙酮-正己烷(1:2, v/v)、丙酮-乙酸

乙酯-正己烷(1:2:1, v/v)、乙腈-甲苯(3:1, v/v)4 种洗脱液的洗脱效果,具体结果见表 1。可以看出,丙酮-甲苯(3:1, v/v)作为洗脱溶剂时 12 种农药的回收率最为理想。

表 1 不同洗脱液对 12 种农药回收率的影响

Table 1 Effects of different eluents on the recoveries of 12 pesticides

No.	Pesticide	Acetone-toluene (3:1, v/v)	Acetone-n-hexane (1:2, v/v)	Acetone-ethyl acetate-n-hexane (1:2:1, v/v/v)	Acetonitrile-toluene (3:1, v/v)
1	phorate	104.23	57.62	72.36	67.81
2	fenitrothion	102.35	117.93	95.65	86.33
3	chlorpyrifos	103.56	108.74	108.92	77.67
4	captan	108.18	110.65	121.39	118.45
5	carbofuran	114.15	101.46	88.22	120.39
6	dichlorvos	81.78	58.72	49.47	32.30
7	alpha-HCH	96.06	85.73	86.52	86.34
8	beta-HCH	96.16	81.22	78.45	102.37
9	gamma-HCH	96.23	76.48	93.37	86.86
10	delta-HCH	105.16	100.01	97.91	90.36
11	bifenthrin	94.37	80.04	71.69	68.10
12	deltamethrin	90.06	84.48	87.30	71.28

2.4 分组及离子监测的选择

将 153 种农药在本文确定的 GC/MS 条件下进行全扫描,得到每种农药的扫描质谱图和保留时间。按保留时间将农药分成 A、B、C、D 4 组(见表 2)进

行分段监测。在空白普洱茶样品中分别添加上述 4 组农药标准品,其选择离子色谱图见图 2。不同的样品可能存在不同基质的离子干扰,若基质影响到目标物的定性和定量,则需重新选择其特征离子。

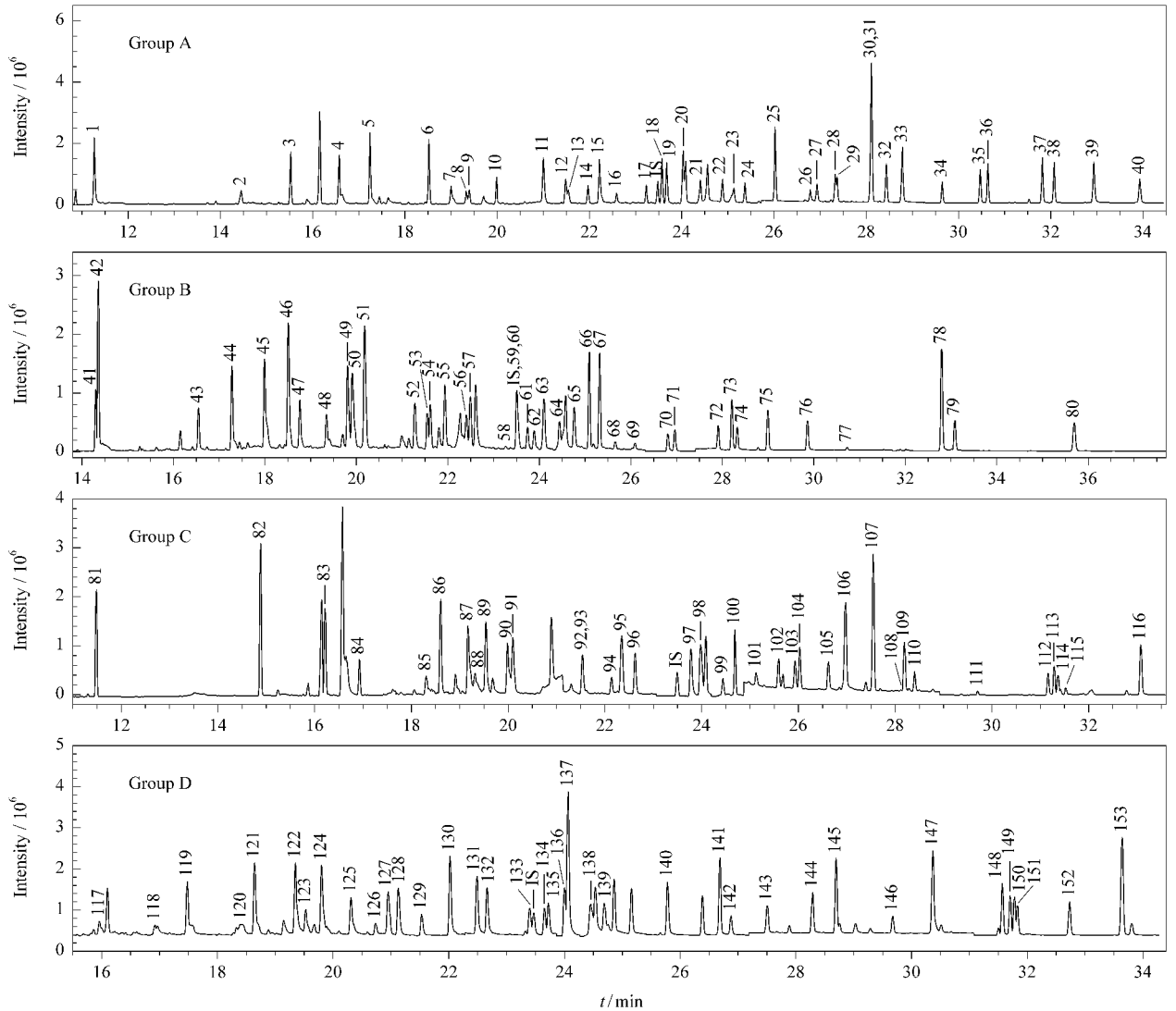


图 2 空白普洱茶中添加的农药标准品的选择离子监测色谱图

Fig. 2 Chromatograms of pesticide standards spiked in blank Pu-erh tea in SIM mode

For peak identifications, see Table 2.

2.5 线性关系和检出限

用混合农药标准储备液配制成相应质量浓度的系列标准工作液,向空白基质溶液中添加相应浓度的标准溶液,以峰面积(Y)对质量浓度(X)做标准曲线。以每种农药信噪比(S/N) ≥ 3 时的添加浓度确定为检出限(LOD),以 $S/N \geq 10$ 时的添加浓度确定为定量限(LOQ)。153种农药的保留时间、选择离子、线性范围、线性相关系数、LOD和LOQ列于表2。可以看出,在相应的质量浓度范围内,各农药的响应值与其质量浓度均呈良好的线性关系,相关

系数均高于0.99,方法的LOD范围为0.0003~0.006 mg/kg, LOQ范围为0.001~0.02 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

2.6 添加回收率和精密度

本文选择普洱茶、绿茶、红茶、乌龙茶作为代表性样品在LOQ和5倍LOQ两个添加水平进行回收率实验。普洱茶、绿茶、红茶、乌龙茶4类样品在LOQ添加水平的平均实验结果列于表2。从表2可以看出,153种农药的回收率范围为73.32%~117.05%,相对标准偏差(RSD)范围为0.76%~13.18%,结果比较理想。

表 2 153 种农药的保留时间、定量离子、定性离子、线性范围、线性方程、线性相关系数、检出限、定量限、平均回收率和相对标准偏差(RSD)

Table 2 Retention times , quantitative ions , qualitative ions , linear ranges , linear equations , correlation coefficients (r^2) , limits of detection (LODs , $S/N \geq 3$) , limits of quantification (LOQs , $S/N \geq 10$) , the average recoveries and the relative standard deviations (RSDs , $n = 6$) for 153 pesticides

No.	Pesticide	t_R /min	Quantitative ion (m/z)	Qualitative ion (m/z)	Linear range/ (mg/L)	Linear equation	r^2	LOD/ (mg/kg)	LOQ/ (mg/kg)	Recovery ⁺ / %	RSD/ %
IS	heptachlor-epoxide(环氧七氯)	23.485	353	355 , 351							
Group A											
1	methamidophos(甲胺磷)	11.277	94	95 , 126	0.002 - 0.4	$Y = 0.1797X - 5.8645 \times 10^{-2}$	0.9989	0.0006	0.002	104.86	2.89
2	acephate(乙酞甲胺磷)	14.447	136	94 , 95	0.004 - 0.8	$Y = 0.6813X - 0.1521$	0.9957	0.0012	0.004	100.82	2.13
3	methacrifos(乙丁烯酞磷)	15.523	125	208 , 180	0.002 - 0.4	$Y = 0.4509X + 2.9531 \times 10^{-2}$	0.9946	0.0006	0.002	90.29	7.74
4	<i>o</i> - ρ -TEPP(特普)	16.554	161	263 , 235	0.002 - 0.4	$Y = 0.2075X + 3.3112 \times 10^{-2}$	0.9943	0.0006	0.002	117.02	7.45
5	propoxur(残杀威)	17.287	110	152 , 153	0.005 - 1.0	$Y = 2.1683X + 4.3633 \times 10^{-2}$	0.9988	0.0015	0.005	109.37	11.68
6	phorate(甲拌磷)	18.517	121	93 , 260	0.005 - 1.0	$Y = 0.3042X + 5.7722 \times 10^{-2}$	0.9938	0.0015	0.005	109.31	5.47
7	dimethoate(乐果)	18.990	87	93 , 125	0.005 - 1.0	$Y = 1.0281X - 7.4540 \times 10^{-2}$	0.9999	0.0015	0.005	111.62	4.79
8	monolinuron(绿谷隆)	19.327	214	216 , 90	0.005 - 1.0	$Y = 0.1731X - 4.1471 \times 10^{-2}$	0.9990	0.0015	0.005	100.00	7.59
9	quintozene(五氯硝基苯)	19.392	237	249 , 295	0.002 - 0.4	$Y = 0.1521X + 0.4984 \times 10^{-2}$	0.9961	0.0006	0.002	98.21	5.75
10	chlorothalonil(百菌清)	19.991	266	264 , 268	0.002 - 0.4	$Y = 0.7524X + 1.6277 \times 10^{-2}$	0.9978	0.0006	0.002	102.15	6.67
11	dimethenamid-P(甲酚噻草胺-P)	21.002	154	230 , 203	0.002 - 0.4	$Y = 1.3667X + 8.5414 \times 10^{-2}$	0.9955	0.0006	0.002	104.79	1.64
12	carbaryl(西维因)	21.484	144	145 , 116	0.002 - 0.4	$Y = 1.5747X - 0.1245$	0.9999	0.0006	0.002	98.97	1.34
13	metalaxy(甲霜灵)	21.552	160	206 , 146	0.002 - 0.4	$Y = 0.3052X + 2.2636 \times 10^{-2}$	0.9942	0.0006	0.002	96.14	1.08
14	fenitrothion(杀螟硫磷)	21.986	125	277 , 260	0.002 - 0.4	$Y = 0.4939X - 1.5931 \times 10^{-2}$	0.9992	0.0006	0.002	114.26	8.04
15	malathion(马拉硫磷)	22.232	125	127 , 173	0.002 - 0.4	$Y = 0.7693X + 1.5119 \times 10^{-2}$	0.9978	0.0006	0.002	107.94	9.62
16	parathion-ethyl(对硫磷)	22.585	291	139 , 125	0.002 - 0.4	$Y = 0.3373X - 3.0880 \times 10^{-2}$	0.9995	0.0006	0.002	108.13	6.15
17	pendimethalin(硝草胺)	23.247	252	162 , 191	0.002 - 0.4	$Y = 0.6942X - 2.3357 \times 10^{-2}$	0.9998	0.0006	0.002	106.56	3.87
18	mecarbam(灭蚜磷)	23.593	131	159 , 160	0.005 - 1.0	$Y = 0.2888X + 3.8045 \times 10^{-2}$	0.9955	0.0015	0.005	103.79	8.22
19	pethoxamid(烯草胺)	23.689	260	131 , 280	0.002 - 0.4	$Y = 0.4621X + 0.1079$	0.9905	0.0006	0.002	107.06	7.80
20	methidathion(杀扑磷)	24.046	145	146 , 125	0.005 - 1.0	$Y = 1.1443X + 8.8786 \times 10^{-2}$	0.9956	0.0015	0.005	108.74	9.72
21	picoxystrobin(啶菌菌酯)	24.420	145	335 , 146	0.002 - 0.4	$Y = 0.6740X + 2.0260 \times 10^{-2}$	0.9972	0.0006	0.002	108.14	12.97
22	profenofos(丙溴磷)	24.888	139	337 , 339	0.005 - 1.0	$Y = 0.1696X + 1.6041 \times 10^{-2}$	0.9943	0.0015	0.005	114.10	11.75
23	myclobutanil(腈菌唑)	25.083	179	181 , 152	0.005 - 1.0	$Y = 0.3986X - 0.8613 \times 10^{-2}$	0.9987	0.0015	0.005	117.05	6.22
24	chlorfenapyr(溴虫腈)	25.406	247	249 , 364	0.02 - 4.0	$Y = 0.0188X + 2.1967 \times 10^{-2}$	0.9914	0.0060	0.020	109.19	2.51
25	ethion(乙硫磷)	26.030	231	153 , 97	0.005 - 1.0	$Y = 0.4943X + 3.2480 \times 10^{-2}$	0.9971	0.0015	0.005	111.47	10.94
26	propiconazole-1(丙环唑-1)	26.779	259	173 , 261	0.0025 - 0.5	$Y = 0.1515X - 4.0043 \times 10^{-2}$	0.9993	0.00075	0.0025	115.01	9.04
27	propiconazole-2(丙环唑-2)	26.928	173	259 , 175	0.0025 - 0.5	$Y = 0.2141X - 1.2717 \times 10^{-2}$	0.9990	0.00075	0.0025	115.82	5.61
28	propargite-1(炔螨特-1)	27.340	135	173 , 107	0.005 - 1.0	$Y = 0.1220X + 0.0268 \times 10^{-2}$	0.9997	0.0015	0.005	95.24	5.63
29	propargite-2(炔螨特-2)	27.380	135	173 , 107	0.005 - 1.0	$Y = 0.1220X + 0.0268 \times 10^{-2}$	0.9997	0.0015	0.005	93.70	5.73
30	phosmet(亚胺硫磷)	28.106	160	161 , 133	0.005 - 1.0	$Y = 1.1721X - 0.1962$	0.9995	0.0015	0.005	111.02	13.18
31	bifenthrin(联苯菊酯)	28.131	181	166 , 182	0.01 - 2.0	$Y = 0.4977X + 0.1134$	0.9974	0.0030	0.010	103.47	7.61
32	dicofol(三氯杀螨醇)	28.405	251	253 , 141	0.01 - 2.0	$Y = 0.1537X - 3.0623 \times 10^{-2}$	0.9998	0.0030	0.010	109.73	5.60
33	flurtamone(呋草酮)	28.749	120	333 , 199	0.005 - 1.0	$Y = 0.2274X - 0.1751$	0.9988	0.0015	0.005	110.20	4.10
34	pyrazophos(吡啶磷)	29.651	221	232 , 373	0.005 - 1.0	$Y = 0.3879X - 5.0287 \times 10^{-2}$	0.9998	0.0015	0.005	113.67	3.12
35	permethrin-1(氯菊酯-1)	30.474	183	184 , 127	0.005 - 1.0	$Y = 0.2804X - 4.7717 \times 10^{-2}$	0.9999	0.0015	0.005	103.03	12.26
36	permethrin-2(氯菊酯-2)	30.651	183	184 , 127	0.005 - 1.0	$Y = 0.2882X - 4.9560 \times 10^{-2}$	1.0000	0.0015	0.005	107.68	12.45
37	flucythrinate-1(氟氰戊菊酯-1)	31.823	199	157 , 225	0.005 - 1.0	$Y = 0.0649X - 6.6922 \times 10^{-2}$	0.9952	0.0015	0.005	108.68	11.41
38	flucythrinate-2(氟氰戊菊酯-2)	32.078	157	199 , 225	0.005 - 1.0	$Y = 0.0563X - 5.9913 \times 10^{-2}$	0.9950	0.0015	0.005	107.94	12.80

表 2 (续)
Table 2 (Continued)

No.	Pesticide	t_R /min	Quantitative ion (m/z)	Qualitative ion (m/z)	Linear range/ (mg/L)	Linear equation	r^2	LOD/ (mg/kg)	LOQ/ (mg/kg)	Recovery ^a / %	RSD/ %
39	pyraclostrobin(百克敏)	32.940	132	164, 133	0.005 - 1.0	$Y = 0.2194X - 0.4627$	1.0000	0.0015	0.005	113.50	4.44
40	deltamethrin(溴氰菊酯)	33.935	181	253, 93	0.02 - 4.0	$Y = 0.0674X - 8.0022 \times 10^{-2}$	0.9983	0.0060	0.020	94.92	4.37
Group B											
41	mevinphos-1(速灭磷-1)	14.298	127	192, 109	0.0025 - 0.5	$Y = 1.8271X - 3.7474 \times 10^{-2}$	0.9988	0.00075	0.0025	87.65	2.45
42	mevinphos-2(速灭磷-2)	14.352	127	192, 109	0.0025 - 0.5	$Y = 4.1051X - 0.2919 \times 10^{-2}$	0.9997	0.00075	0.0025	87.13	2.43
43	methomy(灭多威)	16.533	105	88, 107	0.01 - 2.0	$Y = 1.2178X - 0.1000$	0.9954	0.0030	0.010	103.18	14.07
44	DNOC(二硝酚)	17.265	198	105, 121	0.01 - 2.0	$Y = 1.6137X - 0.1253$	0.9959	0.0030	0.010	115.24	4.22
45	chlorpropham(氯苯胺灵)	17.980	127	213, 171	0.005 - 1.0	$Y = 2.4845X + 2.8363 \times 10^{-2}$	0.9980	0.0015	0.005	110.74	5.05
46	diallate-1(燕麦敌-1)	18.499	86	234, 236	0.0025 - 0.5	$Y = 3.1319X + 4.3882 \times 10^{-2}$	0.9982	0.00075	0.0025	101.21	7.13
47	diallate-2(燕麦敌-2)	18.752	86	234, 236	0.0025 - 0.5	$Y = 1.4123X - 0.6671 \times 10^{-2}$	1.0000	0.00075	0.0025	106.00	6.32
48	atrazine(莠去津)	19.329	200	215, 202	0.005 - 1.0	$Y = 2.0126X + 0.4842 \times 10^{-2}$	0.9981	0.0015	0.005	84.31	3.50
49	propyzamide(炔苯酰草胺)	19.794	173	175, 145	0.005 - 1.0	$Y = 2.6289X + 4.3618 \times 10^{-2}$	0.9955	0.0015	0.005	115.80	4.33
50	diazinon(二嗪磷)	19.895	179	152, 304	0.002 - 0.4	$Y = 1.7992X + 5.8850 \times 10^{-2}$	0.9922	0.0006	0.002	114.07	3.97
51	disulfoton(乙拌磷)	20.171	88	89, 97	0.005 - 1.0	$Y = 4.4212X - 0.1544$	0.9928	0.0015	0.005	106.25	6.92
52	vinclozolin(乙烯菌核利)	21.235	212	285, 214	0.005 - 1.0	$Y = 0.8222X + 2.7389 \times 10^{-2}$	0.9925	0.0015	0.005	96.78	1.45
53	heptachlor(七氯)	21.522	100	272, 274	0.001 - 0.2	$Y = 3.7942X + 0.6776 \times 10^{-2}$	0.9994	0.0003	0.001	100.98	2.46
54	penchlorphos(皮蝇磷)	21.583	285	287, 125	0.001 - 0.2	$Y = 7.3775X - 0.4345 \times 10^{-2}$	0.9999	0.0003	0.001	100.13	3.00
55	pirimiphos-methyl(甲基嘧啶磷)	21.909	290	276, 305	0.005 - 1.0	$Y = 1.5008X + 3.8540 \times 10^{-2}$	0.9944	0.0015	0.005	98.70	4.66
56	chlorpyrifos(毒死蜱)	22.381	197	314, 199	0.002 - 0.4	$Y = 1.4928X + 0.7608 \times 10^{-2}$	0.9975	0.0006	0.002	106.45	7.11
57	aldrin(HHDN)(艾氏剂)	22.468	263	91, 265	0.002 - 0.4	$Y = 0.7724X + 3.3696 \times 10^{-2}$	0.9920	0.0006	0.002	85.76	4.10
58	chlorfiphos(毒虫畏-1)	23.242	267	269, 323	0.001 - 0.2	$Y = 0.3002X - 0.3706 \times 10^{-2}$	0.9969	0.0006	0.001	102.38	2.49
59	tolylfluand(甲苯氟磺胺)	23.489	137	238, 181	0.002 - 0.4	$Y = 4.1055X - 0.2944 \times 10^{-2}$	0.9993	0.0006	0.002	108.53	6.73
60	chlorfiphos(毒虫畏-2)	23.517	267	269, 323	0.001 - 0.2	$Y = 2.2655X + 3.4615 \times 10^{-2}$	0.9958	0.0003	0.001	105.40	4.89
61	captan(克菌丹)	23.741	149	107, 117	0.005 - 1.0	$Y = 1.3179X - 0.6137 \times 10^{-2}$	0.9992	0.0015	0.005	113.44	5.56
62	folpet(灭菌丹)	23.865	260	104, 130	0.002 - 0.4	$Y = 1.8766X - 1.4342 \times 10^{-2}$	0.9996	0.0006	0.002	111.80	4.46
63	trans-chlordane(反式氯丹)	24.085	373	375, 377	0.01 - 2.0	$Y = 0.2610X + 2.5043 \times 10^{-2}$	0.9957	0.0030	0.010	97.05	1.66
64	cis-chlordane(顺式氯丹)	24.412	373	375, 377	0.01 - 2.0	$Y = 0.1946X + 1.2039 \times 10^{-2}$	0.9977	0.0030	0.010	89.10	1.10
65	hexaconazole(六那唑)	24.733	214	216, 175	0.005 - 1.0	$Y = 1.1000X + 3.3465 \times 10^{-2}$	0.9936	0.0015	0.005	101.61	6.73
66	iprovalicarb-1(丙森锌-1)	25.052	116	134, 119	0.005 - 1.0	$Y = 0.4986X - 0.2247 \times 10^{-2}$	0.9975	0.0015	0.005	103.80	7.49
67	iprovalicarb-2(丙森锌-2)	25.287	116	134, 119	0.005 - 1.0	$Y = 0.4873X + 0.4149 \times 10^{-2}$	0.9962	0.0015	0.005	101.35	5.55
68	endrin(异狄氏剂)	25.642	263	265, 261	0.001 - 0.2	$Y = 0.6815X + 0.1581 \times 10^{-2}$	0.9986	0.0003	0.001	96.47	5.55
69	<i>o</i> <i>p'</i> -DDT(<i>o</i> <i>p'</i> -滴滴涕)	26.080	235	237, 165	0.001 - 0.2	$Y = 1.2676X - 0.8728 \times 10^{-2}$	0.9990	0.0003	0.001	106.37	6.73
70	quinoxifen(喹氧灵)	26.795	237	272, 307	0.002 - 0.4	$Y = 4.5046X - 1.9468 \times 10^{-2}$	0.9996	0.0006	0.002	104.51	7.02
71	<i>p</i> <i>p'</i> -DDT(<i>p</i> <i>p'</i> -滴滴涕)	26.950	235	237, 165	0.002 - 0.4	$Y = 3.4702X - 1.3300 \times 10^{-2}$	0.9996	0.0006	0.002	109.19	4.84
72	iprodione(异菌脲)	27.890	314	316, 245	0.01 - 2.0	$Y = 0.2636X - 1.1543 \times 10^{-2}$	0.9996	0.0030	0.010	111.70	3.37
73	picolinafen(氟吡草酰胺)	28.196	238	376, 239	0.005 - 1.0	$Y = 1.7886X + 0.0952 \times 10^{-2}$	0.9976	0.0015	0.005	109.55	6.07
74	etoxazole(乙螨唑)	28.315	141	204, 187	0.005 - 1.0	$Y = 0.3230X + 0.1321 \times 10^{-2}$	0.9981	0.0015	0.005	98.73	13.08
75	triticonazole(灭菌唑)	28.976	235	217, 182	0.002 - 0.4	$Y = 0.8320X - 2.6288 \times 10^{-2}$	0.9990	0.0006	0.002	104.98	6.36
76	azinphos-ethyl(益棉磷)	29.859	132	160, 104	0.005 - 1.0	$Y = 1.9701X - 6.6162 \times 10^{-2}$	0.9980	0.0015	0.005	112.26	8.06
77	prochloraz(咪酰胺)	30.719	180	308, 310	0.01 - 2.0	$Y = 0.7032X - 8.4523 \times 10^{-2}$	0.9853	0.0030	0.010	92.82	2.96
78	fenvalerate-1(氟戊菊酯-1)	32.790	125	167, 225	0.025 - 0.5	$Y = 0.4924X + 3.0845 \times 10^{-2}$	0.9978	0.00075	0.0025	104.59	9.18

表 2 (续)
Table 2 (Continued)

No.	Pesticide	t_R /min	Quantitative ion (m/z)	Qualitative ion (m/z)	Linear range/ (mg/L)	Linear equation	r^2	LOD/ (mg/kg)	LOQ/ (mg/kg)	Recovery [*] / %	RSD/ %
79	fenvalerate-2(氟戊菊酯-2)	33.083	125	167, 225	0.025 - 0.5	$Y = 0.2048X - 0.9450 \times 10^{-2}$	0.9981	0.00075	0.0025	107.15	6.85
80	cinidon-ethyl(吡啶酮草酯)	35.693	330	358, 332	0.01 - 2.0	$Y = 1.1564X - 8.0322 \times 10^{-2}$	0.9969	0.0030	0.010	105.98	6.45
Group C											
81	dichlorvos(敌敌畏)	11.514	185	145, 187	0.002 - 0.4	$Y = 1.1564X - 8.03220 \times 10^{-2}$	0.9942	0.0006	0.002	73.72	2.54
82	prophan(苯胺灵)	14.894	137	120, 179	0.005 - 1.0	$Y = 2.7654X + 0.1037$	0.9910	0.0015	0.005	100.54	7.99
83	molinate(禾草敌)	16.226	126	187, 127	0.002 - 0.4	$Y = 5.4090X + 5.1071 \times 10^{-2}$	0.9959	0.0006	0.002	78.98	2.96
84	tecnazene(四氯硝基苯)	16.935	203	261, 201	0.002 - 0.4	$Y = 0.9125X + 1.1744 \times 10^{-2}$	0.9948	0.0006	0.002	81.75	3.07
85	bromoxynil(溴苯腈)	18.306	277	275, 279	0.003 - 0.6	$Y = 0.3118X + 5.9392 \times 10^{-2}$	0.9939	0.0009	0.003	84.11	6.37
86	alpha-HCH(α -六六六)	18.605	181	183, 219	0.002 - 0.4	$Y = 0.3118X + 5.9392 \times 10^{-2}$	0.9904	0.0006	0.002	105.16	9.53
87	garbofuran(克百威)	19.170	164	149, 131	0.001 - 0.2	$Y = 0.3118X + 5.9392 \times 10^{-2}$	0.9936	0.0003	0.001	113.97	2.96
88	beta-HCH(β -六六六)	19.306	181	183, 219	0.001 - 0.2	$Y = 0.7576X + 1.7525 \times 10^{-2}$	0.9326	0.0003	0.001	94.20	3.36
89	lindane(林丹)	19.540	181	183, 219	0.002 - 0.4	$Y = 1.3591X + 2.1171 \times 10^{-2}$	0.9920	0.0006	0.002	102.39	5.00
90	pyrimethanil(啉霉胺)	19.985	198	199, 200	0.002 - 0.4	$Y = 10.975X + 0.1143$	0.9937	0.0006	0.002	106.41	2.94
91	dinoseb(达诺杀)	20.093	211	163, 147	0.005 - 1.0	$Y = 2.0108X - 6.1670 \times 10^{-2}$	0.9991	0.0015	0.005	110.47	8.31
92	acibenzolar-S-methyl(苯并噻二唑)	21.509	182	181, 135	0.005 - 1.0	$Y = 1.2900X + 2.1602 \times 10^{-2}$	0.9959	0.0015	0.005	84.58	0.80
93	isoproturon(异丙隆)	21.519	206	207, 191	0.01 - 2.0	$Y = 0.1004X - 3.4941 \times 10^{-2}$	0.9958	0.0030	0.010	98.00	11.66
94	linuron(利谷隆)	22.116	248	160, 250	0.01 - 2.0	$Y = 0.3531X - 2.4930 \times 10^{-2}$	0.9982	0.0030	0.010	113.79	2.64
95	metholachlor(异丙甲草胺)	22.330	162	238, 240	0.002 - 0.4	$Y = 9.3059X + 0.1149$	0.9927	0.0006	0.002	111.77	4.68
96	flufenacet(氟噻草胺)	22.610	151	123, 211	0.005 - 1.0	$Y = 0.0089X + 0.1270$	0.9979	0.0015	0.005	99.10	7.41
97	triadimenol-1(三唑醇-1)	23.765	112	168, 128	0.005 - 1.0	$Y = 2.5669X + 5.4001 \times 10^{-2}$	0.9900	0.0015	0.005	109.48	5.01
98	triadimenol-2(三唑醇-2)	23.964	112	168, 128	0.005 - 1.0	$Y = 3.2425X + 8.6775 \times 10^{-2}$	0.9862	0.0015	0.005	110.41	5.20
99	alpha-endosulfan(α -硫丹)	24.429	195	241, 159	0.005 - 1.0	$Y = 0.2789X + 2.2572 \times 10^{-2}$	0.9760	0.0015	0.005	105.09	7.17
100	fenamiphos(克线灵)	24.579	303	154, 260	0.005 - 1.0	$Y = 1.4289X - 0.5531 \times 10^{-2}$	0.9985	0.0015	0.005	107.93	10.38
101	dieldrin(狄氏剂)	25.115	263	277, 279	0.005 - 1.0	$Y = 0.5841X + 1.1661 \times 10^{-2}$	0.9936	0.0015	0.005	92.36	6.12
102	nitrofen(除草醚)	25.576	283	285, 202	0.002 - 0.4	$Y = 1.7604X - 5.1355 \times 10^{-2}$	0.9991	0.0006	0.002	111.87	8.89
103	beta-endosulfan(β -硫丹)	25.918	195	159, 160	0.005 - 1.0	$Y = 0.3304X + 2.2528 \times 10^{-2}$	0.9877	0.0015	0.005	105.85	3.14
104	<i>p p'</i> -DDDX <i>p p'</i> -滴滴滴)	26.015	235	237, 165	0.001 - 0.2	$Y = 9.5273X + 4.2225 \times 10^{-2}$	0.9932	0.0003	0.001	100.38	8.04
105	benalaxyl(苯霜灵)	26.607	148	91, 206	0.005 - 1.0	$Y = 6.6849X + 6.5748 \times 10^{-2}$	0.9933	0.0015	0.005	94.73	7.55
106	fenhexamid(环酰菌胺)	26.956	97	177, 179	0.01 - 2.0	$Y = 2.6740X + 3.5355 \times 10^{-2}$	0.9878	0.0030	0.010	112.31	4.81
107	resmethrin(苜味菊酯)	27.545	123	143, 171	0.01 - 2.0	$Y = 1.5424X + 0.1312$	0.9839	0.0030	0.010	108.82	4.57
108	acetamiprid(吡虫清)	27.950	152	126, 166	0.01 - 2.0	$Y = 0.3897X - 0.4218 \times 10^{-2}$	0.9940	0.0030	0.010	104.12	5.69
109	bromopropylate(溴螨酯)	28.182	341	183, 185	0.005 - 1.0	$Y = 2.9977X - 0.1161 \times 10^{-2}$	0.9987	0.0015	0.005	115.68	4.34
110	fenamidone(咪唑菌酮)	28.392	238	268, 237	0.002 - 0.4	$Y = 3.6291X + 0.3153 \times 10^{-2}$	0.9936	0.0006	0.002	96.01	10.78
111	benfuracarb(丙硫克百威)	29.701	190	144, 164	0.01 - 2.0	$Y = 0.9763X - 0.1417$	0.9972	0.0030	0.010	96.91	2.39
112	cyfluthrin-1(氟氯氰菊酯-1)	31.156	163	165, 206	0.0025 - 0.5	$Y = 1.0242X - 2.6081 \times 10^{-2}$	0.9905	0.00075	0.0025	104.31	3.26
113	cyfluthrin-2(氟氯氰菊酯-2)	31.285	163	165, 206	0.0025 - 0.5	$Y = 1.2812X - 3.2793 \times 10^{-2}$	0.9916	0.00075	0.0025	96.75	3.10
114	cyfluthrin-3(氟氯氰菊酯-3)	31.362	163	165, 206	0.0025 - 0.5	$Y = 0.9541X - 2.4112 \times 10^{-2}$	0.9951	0.00075	0.0025	115.52	4.85
115	cyfluthrin-4(氟氯氰菊酯-4)	31.419	163	165, 206	0.0025 - 0.5	$Y = 0.2321X - 0.1874 \times 10^{-2}$	0.9935	0.00075	0.0025	115.73	3.45
116	esfenvalerate(<i>S</i> -氟戊菊酯)	33.082	125	167, 225	0.005 - 1.0	$Y = 1.1959X - 4.7241 \times 10^{-2}$	0.9942	0.0015	0.005	112.89	7.98

表 2 (续)
Table 2 (Continued)

No.	Pesticide	t_R /min	Quantitative ion (m/z)	Qualitative ion (m/z)	Linear range/ (mg/L)	Linear equation	r^2	LOD/ (mg/kg)	LOQ/ (mg/kg)	Recovery [*] / %	RSD/ %
Group D											
117	oxamy(杀线威)	15.986	145	162, 115	0.002 - 0.4	$Y = 0.2053X + 6.8727 \times 10^{-2}$	0.9911	0.0006	0.002	98.47	3.89
118	omethoate(氧化乐果)	16.951	110	156, 141	0.005 - 1.0	$Y = 1.6840X - 0.1233$	0.9968	0.0015	0.005	82.06	2.33
119	diphenylamine(二苯胺)	17.515	167	170, 166	0.002 - 0.4	$Y = 8.3446X + 8.9967 \times 10^{-2}$	0.9972	0.0006	0.002	115.70	3.27
120	monocrotophos(久效磷)	18.333	127	192, 164	0.005 - 1.0	$Y = 5.8960X - 0.3827$	0.9995	0.0015	0.005	112.37	5.87
121	hexachlorobenzene(HCB)(六氯苯)	18.675	284	286, 282	0.002 - 0.4	$Y = 2.5863X + 4.7127 \times 10^{-2}$	0.9919	0.0006	0.002	82.49	2.19
122	chlorbufam(氯草灵)	19.360	127	223, 164	0.01 - 2.0	$Y = 0.6911X + 9.2815 \times 10^{-2}$	0.9906	0.0030	0.010	111.00	4.78
123	dioxathion(敌杀磷)	19.559	125	270, 197	0.01 - 2.0	$Y = 0.5206X + 6.6592 \times 10^{-2}$	0.9932	0.0030	0.010	87.99	1.15
124	dinoterb(特乐酚)	19.627	225	177, 131	0.002 - 0.4	$Y = 10.3256X + 5.4763 \times 10^{-2}$	0.9946	0.0006	0.002	104.37	7.66
125	delta-HCH(δ -六六六)	20.329	181	183, 219	0.002 - 0.4	$Y = 0.9270X + 4.3858 \times 10^{-2}$	0.9901	0.0006	0.002	101.09	4.03
126	formothion(安果)	20.728	125	126, 170	0.002 - 0.4	$Y = 1.9925X - 0.0001 \times 10^{-2}$	0.9990	0.0006	0.002	107.27	3.46
127	phosphamidon(磷胺)	20.933	127	264, 138	0.002 - 0.4	$Y = 2.1977X + 0.1673$	0.9863	0.0006	0.002	104.84	1.29
128	chlorpyrifos-methyl(甲基毒死蜱)	21.124	286	288, 125	0.002 - 0.4	$Y = 3.9662X + 5.1247 \times 10^{-2}$	0.9933	0.0006	0.002	103.62	1.77
129	metalaxyl-M(精甲霜灵)	21.528	160	206, 146	0.002 - 0.4	$Y = 1.4487X + 2.4357 \times 10^{-2}$	0.9920	0.0006	0.002	94.07	2.66
130	ethofumesate(乙唑草黄)	22.047	207	161, 133	0.005 - 1.0	$Y = 2.6445X + 0.1561$	0.9866	0.0015	0.005	98.60	3.79
131	fenthion(倍硫磷)	22.495	278	169, 153	0.005 - 1.0	$Y = 3.3978X + 8.6851 \times 10^{-2}$	0.9951	0.0015	0.005	102.31	7.94
132	triadimefon(三唑酮)	22.673	208	111, 210	0.01 - 2.0	$Y = 1.4402X + 4.9945 \times 10^{-2}$	0.9934	0.0030	0.010	93.82	7.71
133	penconazole(戊菌唑)	23.400	248	159, 160	0.002 - 0.4	$Y = 4.2121X + 3.1361 \times 10^{-2}$	0.9951	0.0006	0.002	109.57	4.52
134	quinalphos(喹硫磷)	23.672	146	156, 157	0.002 - 0.4	$Y = 3.5332X + 3.2922 \times 10^{-2}$	0.9940	0.0006	0.002	104.63	3.81
135	procymidone(腐霉利)	23.739	96	283, 285	0.002 - 0.4	$Y = 0.9972X + 6.1502 \times 10^{-2}$	0.9821	0.0006	0.002	98.79	2.85
136	bromophos-ethyl(乙基溴硫磷)	24.003	359	303, 357	0.002 - 0.4	$Y = 1.3182X + 2.1919 \times 10^{-2}$	0.9940	0.0006	0.002	100.75	3.04
137	chlorbenseide(氯杀螨)	24.076	125	127, 268	0.005 - 1.0	$Y = 10.8474X - 4.2557 \times 10^{-2}$	0.9971	0.0015	0.005	104.41	8.65
138	mepanipyrim(嘧菌胺)	24.442	222	223, 221	0.002 - 0.4	$Y = 9.4604X + 1.1415 \times 10^{-2}$	0.9963	0.0006	0.002	84.85	3.46
139	chlorfenson(杀螨酯)	24.698	111	302, 177	0.002 - 0.4	$Y = 3.6929X + 2.2630 \times 10^{-2}$	0.9975	0.0006	0.002	94.74	4.67
140	triazophos(三唑磷)	25.792	139	251, 253	0.002 - 0.4	$Y = 1.9572X + 0.7433 \times 10^{-2}$	0.9946	0.0006	0.002	112.49	8.41
141	trifloxystrobin(布洛芬)	26.703	116	131, 132	0.005 - 1.0	$Y = 1.8903X + 4.8123 \times 10^{-2}$	0.9907	0.0015	0.005	87.75	11.25
142	pyraflufen-ethyl(霸草灵)	26.884	349	339, 289	0.005 - 1.0	$Y = 0.7195X + 3.6141 \times 10^{-2}$	0.9916	0.0015	0.005	109.28	5.17
143	captafo(敌菌丹)	27.515	107	150, 105	0.01 - 2.0	$Y = 0.1743X + 5.6238 \times 10^{-2}$	0.9908	0.0030	0.010	93.36	3.38
144	methoxychlor(甲氧滴滴涕)	28.300	227	228, 212	0.002 - 0.4	$Y = 10.3493X + 9.2397 \times 10^{-2}$	0.9927	0.0006	0.002	82.04	2.44
145	furathiocarb(呋线威)	28.710	163	135, 107	0.005 - 1.0	$Y = 3.3163X + 6.5821 \times 10^{-2}$	0.9913	0.0015	0.005	91.73	6.97
146	fenarimo(氯苯噻啉醇)	29.684	139	107, 219	0.002 - 0.4	$Y = 2.4905X - 0.3755 \times 10^{-2}$	0.9968	0.0006	0.002	84.69	3.75
147	bitertano(联苯三唑醇)	30.374	170	168, 171	0.005 - 1.0	$Y = 4.9866X - 8.9955 \times 10^{-2}$	0.9955	0.0015	0.005	102.75	5.77
148	cypermethrin-1(氯氰菊酯-1)	31.574	163	181, 165	0.005 - 1.0	$Y = 0.2689X - 0.1439 \times 10^{-2}$	0.9944	0.0015	0.005	97.04	1.34
149	cypermethrin-2(氯氰菊酯-2)	31.708	163	165, 181	0.005 - 1.0	$Y = 0.2228X - 0.7303 \times 10^{-2}$	0.9962	0.0015	0.005	100.39	7.35
150	cypermethrin-3(氯氰菊酯-3)	31.782	163	181, 165	0.005 - 1.0	$Y = 0.2129X - 0.2401 \times 10^{-2}$	0.9939	0.0015	0.005	94.92	2.23
151	cypermethrin-4(氯氰菊酯-4)	31.834	163	181, 165	0.005 - 1.0	$Y = 0.1692X - 1.1329 \times 10^{-2}$	0.9983	0.0015	0.005	94.62	5.10
152	flumioxazine(丙炔氟草胺)	32.728	354	259, 107	0.01 - 2.0	$Y = 1.0556X - 0.1230$	0.9968	0.0030	0.010	112.44	7.93
153	indoxacarb(昆虫威)	33.648	150	218, 264	0.005 - 1.0	$Y = 0.2534X + 3.2192 \times 10^{-2}$	0.9877	0.0015	0.005	92.61	0.76

* Recovery : average recovery of the pesticide in Pu-erh tea , Green tea , Black tea , Oolong tea at spiked level of LOQ , $n = 6$.

3 结论

本文采用在线凝胶渗透色谱-气相色谱/质谱建立了茶叶中 153 种农药残留量的分析方法。与传统的茶叶中农药残留检测方法相比,本文方法更简单、快速、经济,适用于茶叶中多种农药残留的检测。本文方法获得了满意的分离效果和检测灵敏度,回收率、精密度和定量限满足农药多残留分析的要求,检出限能满足欧盟及美国、日本等国的限量要求。本文方法为茶叶中多农药残留测定提供了简便的前处理方法和检测手段。

参考文献:

[1] Tong X L , Zou W. Journal of Inspection and Quarantine (董小麟, 邹伟. 检验检疫学刊), 2009 , 19(3) : 56

[2] Tong X L. Inspection and Quarantine Science (董小麟. 检验检疫科学), 2007 , 17(1/2) : 81

[3] Lou Z Y , Chen Z M , Luo F J , et al. Chinese Journal of Chromatography (楼正云, 陈宗懋, 罗逢健, 等. 色谱), 2008 , 26(5) : 568

[4] Hong P , Li F , Xu L M , et al. Chinese Journal of Health Laboratory Technology (洪萍, 李峰, 徐陆妹, 等. 中国卫生检

验杂志), 2009 , 19(2) : 263

[5] Zhao Q H , Jin B H , Xie L Q , et al. Chinese Journal of Chromatography (赵琼晖, 靳保辉, 谢丽琪, 等. 色谱), 2006 , 24(6) : 629

[6] Yan H F , Huang Z Q , Zhang Y , et al. Chinese Journal of Chromatography (颜鸿飞, 黄志强, 张莹, 等. 色谱), 2009 , 27(3) : 288

[7] Dong J B , Wang J H. Food Science (董金斌, 王金花. 食品科学), 2009 , 30(12) : 230

[8] Xie W , Qian Y , Ding H Y , et al. Chinese Journal of Analytical Chemistry (谢文, 钱艳, 丁慧瑛, 等. 分析化学), 2009 , 37(4) : 495

[9] Hu B Z , Song W H , Xie L P , et al. Chinese Journal of Chromatography (胡贝贞, 宋伟华, 谢丽萍, 等. 色谱), 2008 , 26(1) : 22

[10] Ding H Y , Xie W , Jiang X Y , et al. Chinese Journal of Analysis Laboratory (丁慧瑛, 谢文, 蒋晓英, 等. 分析实验室), 2009 , 28(S1) : 14

[11] GB/T 23376-2009

[12] GB/T 23204-2008

[13] GB/T 23205-2008

[14] Morphet J , Hancock P. A Rapid Method for the Screening and Confirmation of Over 400 Pesticide Residues in Food. (2008-07-28). http://www.waters.com/waters/library.htm?cid=511436&lid=10069469&locale=zh_CN