

贵州省团体标准  
《茶青中多种农药残留测定》

编制说明

T/GZTPA

贵州省农产品质量安全监督检验测试中心

二〇二〇年 五月

## 目 录

1 工作简况.....	3
1.1 目的意义.....	3
2 主要工作过程.....	4
第一阶段：查阅资料.....	4
第二阶段：确定检测参数.....	5
第三阶段：标准起草.....	5
第四阶段：方法验证.....	5
第五阶段：征求意见.....	5
第六阶段：送审稿.....	5
3 标准的编写原则.....	5
4、标准技术内容及确定依据.....	6
4.1 标准品配制.....	6
4.2 气相色谱条件的确定.....	6
4.3 样品前处理条件的确定.....	15
4.4 方法的特异性.....	16
4.5 方法的线性范围.....	24
4.6 准确度.....	25
4.7 精密度.....	25
4.8 检出限.....	26
4.9 方法的实用性.....	26
5 对《茶青中多种农药测定》团体标准的基本评价.....	26
6 与有关的现行法律、法规和强制性标准的关系.....	26
7 作为强制性标准或推荐性标准的建议.....	27
8 专利及涉及知识产权情况.....	27
9 重大分歧意见的处理经过.....	27
10 贯彻标准的要求和措施建议.....	27
11 废止现行有关标准的建议.....	28
12 推广应用的预期效果.....	28
13 参考文献.....	28

# 《茶青中多种农药残留测定》

## 编制说明

### （征求意见稿）

## 1 工作简况

### 1.1 目的意义

近年来，贵州充分发挥资源优势，加大农业结构调整力度，突出抓好茶叶等优势特色产业。2016 年全省茶叶种植面积达 700 万亩，种植面积已居于全国第一位，综合产值达近百亿元，茶叶质量安全是保障我省茶叶产业可持续发展的重要基础。

自 2012 年以来，省农业委员会加大对茶园农药使用的监管力度，严把茶园源头关，同时在国家禁用农药目录上，参照欧盟及日本等国家茶园禁用标准增加了在茶树上禁止使用农药 63 种种，出台了相关文件和通知，以保障我省茶园的农药质量安全。2014 年省政府出台《贵州省茶产业提升三年行动计划（2014 年-2016 年）》（黔府办法【2014】19 号）文件，中提出我省要建成国内面积第一、产量第一、质量第一的茶叶原材料基地。2017 年食品药品监管总局关于进一步加强茶叶质量安全监管工作的通知 食药监食监〔2017〕29 号中，指出严把原料进厂关安全关以提高茶叶的安全性，以保障人民的生命安全。2017 初年省政府提出贵州省绿色农产品“黔货出山·风行天下”行动，茶叶也作为我省的特色优质产品纳入计划。在此前提下，对我省茶叶质量安全工作提出了更高的要求 and 困难。

茶青是生产茶叶的原材料，特别是我省的部分茶叶企业的茶青原料主要来源于茶青交易市场，茶青也逐步成为我省主要的农产品之一，农业部已将我省列为中国最大茶青原料基地，这也给我省农业部门提出了一个新的研究和质量安全监

管领域。目前均以速测来快速检测茶青中农药残留的检测，但在检测分析中存在检测找不到依据标准支持的尴尬处境，这就阻碍了对茶青农药残留的监管和检测，茶青的质量安全与否决定了茶叶的质量安全，从而无法保障茶叶的质量安全，应加强茶青农残检测保障茶叶质量安全。茶叶质量是保障茶产业可持续发展的重要基础，而茶青是生产茶叶的原材料，茶青的安全与否决定了茶叶的质量安全，以及茶产业的可持续发展性。

茶叶生产中，在热物理化学作用下，以茶青中含有的化学成分作为反应基质，以脱水、水解、取代、异构、氧化、还原等反应形式，不但使原有的化学成分发生数量上、组成比例上、化学结构上的变化，并伴有大量新物质的形成，增加检测难度。由于茶青和茶叶的化学成分具有较大的差别，从而建立一个茶青中多种农药残留的检测方法具有重要意义。

该方法的制定有利于茶青农药残留检测的合法性、准确性，可为茶青中农药最大残留量制定提供大量的基础数据，逐步完善我省对茶叶质量安全风险监测依据，填补国内茶青的检测方法的空白，达到国内先进水平。继而完善茶叶农药残留危害的检测依据，可从茶园源头到茶杯消费的监管、检测，提高茶叶质量安全、保障我省茶叶产业可持续发展。

## 2 主要工作过程

接到贵州省团体标准制定项目后，成立了蔡滔为首席专家的标准起草小组，贵州省农产品质量监督检验测试中心相关人员为工作组成员，制定了工作方案，具体步骤如下：

本标准编制时间为 2019 年 6 月—2020 年 6 月完成。

为保证本标准的制定申请工作，于 2019 年 6 月成立了标准编写小组，立即开展了以下工作。在前期的工作基础上，于 2019 年 7 月完成了《茶青中多种农药残留测定法》中所涉及到的检测参数和草案的起草。

第一阶段：查阅资料

根据任务要求，查询、收集整理国内外有关茶青和茶叶中农药残留的检测方

法，国内对茶叶中所涉及的农药种类，初步掌握了对茶青中农药残留检测方法的相关资料，为标准草案起草作了充分的准备。

#### 第二阶段：确定检测参数

根据现有资料，确定了茶青中农药种类，购买回标准品，进行方法的开发和运用；

#### 第三阶段：标准起草

根据 GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第一部分：标准的结构和编写规则》，结合现有参考文献及我单位制定的地方标准，研究起草了标准草稿。

#### 第四阶段：方法验证

起草好标准草稿后，对本行业检测水平高的单位进行方法的验证，参与单位 15 家，其中 8 家地市级农检中心，7 家县级农检站。

#### 第五阶段：征求意见

方法验证后，根据验证的结果和反馈的意见，起草了征求意见稿，最后形成了送审稿。

#### 第六阶段：送审稿

### 3 标准的编写原则

本标准的编写制定过程中以提高测试方法选择性、精密度、灵敏度、准确度和分析效率，并且适合大范围推广为总原则。力求反映科学技术的先进成果和先进经验，同时不把标准的水平定的很高。使用性能的普遍性包括方法精密度、准确度、灵敏度等方面能满足要求，同时气相色谱仪的拥有量和使用量亦与日俱增，在确保标准保持技术上的先进性的同时，又具有经济上的合理性。遵循了标准制定过程中的先进性、经济性和适用性原则。

在标准的制定过程中严格遵循国家有关方针、政策、法规和规章，严格执行强制性国家标准和行业标准。与同体系标准及相关的各种基础标准以及配套使用

的取样、试剂规格等标准相衔接，遵循了政策和协调统一性原则。

在标准制定过程中力求做到：技术内容的叙述正确无误；文字表达准确、简明、易懂；标准的构成严谨合理；内容编排、层次划分等符合逻辑与规定。

## 4、标准技术内容及确定依据

### 4.1 标准品配制

甲胺磷、氧乐果、六六六、滴滴涕等 169 个农药标准品 1 000 ug/mL 的标准溶液，按农药在仪器上的信号相应值，配置稀释标准储备工作液。

具体配制过程如下：

标准储备液的配制 将敌敌畏、乙酰甲胺磷等标准品用甲醇溶解，配制成质量浓度为 100 mg/L 的标准储备液，再稀释配制成 2 mg/L 的混合标准储备溶液，于-18 ℃避光保存，有效期 3 个月。

基质匹配混合标准工作溶液配制 取不含待测物的茶叶样品，按样品前处理方法制得空白基质溶液，并用其稀释混合标准储备溶液，配成 0.02、0.04、0.10、0.20 和 0.40 mg/L 系列的基质匹配混合标准工作溶液，现配现用。

### 4.2 气相色谱条件的确定

#### 4.2.1 色谱柱的选择：

气相色谱法：各种农药在玻璃毛细管柱上具有很好的保留，而且各成分的保留性质差别较大，物质比较好分离，因此采用了实验室常规使用的(14%氰丙基-苯基)-甲基聚硅氧烷 (DB-1701) 柱，30m×0.53 μ m×1.0 μ m 石英毛细和色谱柱；(5%苯基)甲基聚硅氧烷 (DB-5) 柱，30m×0.53 μ m×1.0 μ m 石英毛细管柱；100%二甲基聚硅氧烷 (DB-1) 柱,30m×0.25 μ m×0.2 μ m 石英毛细管柱；(5%苯基)甲基聚硅氧烷 (DB-5) 柱，30m×0.25 μ m×0.2 μ m 石英毛细管柱；

#### 4.2.2 检测器的选择

火焰光度检测器(FPD), 是一种高灵敏度通用型检测器, 它几乎对含有 S,P 元素的有机物有相应, 适合做有机磷的检测; 电子捕获检测器 (ECD) 具有结构简单, 性能稳定, 高灵敏度适宜等特点, 对含 Cl、F 等电负性大官能团的有机物在色谱分析的物质都有响应, 最适合作菊酯类、有机氯; 质量数检测器 (MSD), 是一种高灵敏度通用性检测器, 可用沸点小于 400 度的有机物检测分析。

FPD、ECD、MSD 是常用常用于农药有效成分分析的检测器, 方法分别选用与农药残留检测分析。

#### 4.2.3 仪器条件选择

由于需要测定复杂基质中的目标化合物, 为了将目标化合物与基质干扰进行分离, 调整柱温箱程序升温条件, 使出峰时间在 20-40 分钟内流出, 以保证分析灵敏度的同时, 使干扰尽量分离。采用程序升温是因为在检测样品中, 尽量使样品中的杂质洗脱出色谱柱, 而不影响下一针的分离检测。确定条件:

##### 4.2.3.1 第一部分仪器条件:

###### 气相色谱条件

- a) VF-5MS 石英毛细柱(30 m×0.250 mm, 0.25 μ m);
- b) 升温程序: 80 °C 保持 1.0 min, 以 20.0 °C /min 升温到 130.0 °C 保持 1.0 min, 以 6.0 C /min 升温到 250.0 °C 保持 5.0 min; 再以 8.0 C /min 升温到 300.0 °C 保持 5.0 min;
- c) 载气(He)流速 1.0 mL/min;
- d) 进样口温度(230.0 °C);
- e) 进样量 1.0 μ L; 不分流进样。

###### 质谱条件:

- a) 电子轰击(EI)离子源;
- b) 电子能量 (70 eV) ;
- c) 气相色谱-质谱传输线温度(280 °C);

- d) 离子源温度(250 °C);
- e) 碰撞反应气压力 (Ar, 1.5 mTor)
- f) 选择性离子多反应监测模式扫描 (SeLective Reaction Monitor, SRM)。88种农药及代谢物监测离子对、碰撞气能量参见附录 A1。

#### 4.2.3.2 第二部分仪器条件:

##### 液相色谱条件

- a) 色谱柱: Phenomenex Luna C18(2) 100A,(3 μ m, 150 mm ×2 mm)或相当;
- b) 流动相及梯度洗脱条件见附表 1;

表1 流动相及梯度洗脱

时间 /min	A 相	B 相
	10 mmol/L 乙酸铵水溶液	10 mmol/L 乙酸铵甲醇溶液
0.0	90	10
0.2	90	10
7.0	0	100
7.5	0	100
7.8	90	10
10.0	90	10

- c) 柱温: 40 °C;
- d) 进样量: 2 μ L;

##### 质谱条件:

- a) 电离源模式: 电喷雾电离 (ELectrospray Ionization, ESI) +;
- b) 雾化气: 氮气 ;
- c) 雾化气压力: 60 psi;
- d) 辅助气: 50 psi;
- e) 气帘气: 25 psi;
- f) 离子喷雾电压: 5500 V;
- g) 干燥气温度: 650 °C;
- h) 干燥气流速: 10 L/min;
- i) 选择性离子多反应监测模式扫描 (SeLective Reaction Monitor, SRM)。164种农药及代谢物监测离子对、碰撞气能量和源内碎裂电压参见附录 A2。

#### 4.2.3.3 第三部分仪器条件:

##### 有机磷色谱参考条件

a) 进样

进样量：1  $\mu$ L

进样模式：不分流

进样口温度：230 $^{\circ}$ C

b) 色谱柱

分析柱采用两根色谱柱，分别为：

柱 1：DB-1701,30 m $\times$ 0.53 mm, 1.0  $\mu$ m,或相当；

柱 2：DB-5, 30 m $\times$ 0.53 mm, 1.0  $\mu$ m,或相当。

c) 温度

柱温箱初始温度：130  $^{\circ}$ C

柱温箱升温程序：70  $^{\circ}$ C 保持 2.0 min, 以 8.0  $^{\circ}$ C /min 升温到 250.0  $^{\circ}$ C 保持 10.0 min

检测器温度：250 $^{\circ}$ C

d) 气体及流量

燃气：H<sub>2</sub>,纯度 $\geq$ 99.999%，流量 75mL/min

助燃气：空气，纯度 $\geq$ 99.999%，流量 100 mL/min

尾吹流量：N<sub>2</sub>, 纯度 $\geq$ 99.999%，60 mL/min

载气：N<sub>2</sub>, 纯度 $\geq$ 99.999%，流量 10 mL/min

有机氯色谱参考条件

a) 进样

进样量：1  $\mu$ L

进样模式：分流，分流比 10:1

进样口温度：200 $^{\circ}$ C

b) 色谱柱

分析柱采用两根色谱柱，分别为：

柱 1：HP-1,30 m $\times$ 0.25mm, 1.0  $\mu$ m,或相当；

柱 2：HP-5,30 m $\times$ 0.25 mm, 0.25  $\mu$ m,或相当。

c) 温度

柱温箱初始温度：150  $^{\circ}$ C

柱温箱升温程序：150  $^{\circ}$ C 保持 2.0 min, 以 6.0  $^{\circ}$ C /min 升温到 270.0  $^{\circ}$ C 保持 13.0 min

检测器温度：320 $^{\circ}$ C

d) 气体及流量

尾吹流量：N2, 纯度 $\geq 99.999\%$ , 60 mL/min

载气：N2, 纯度 $\geq 99.999\%$ , 流量 1.0 mL/min

在上述操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针各农药成分峰面积与内标物峰面积比的相对变化小于 5.0%时，按照标准溶液、试样溶液、试样溶液、标准溶液的顺序进行测定。

#### 4.2.4 内标物的选择

内标物的选择主要是按照，内标物与待测物不发生反应、内标物保留时间上没有杂质的检出。由于本方法是多农药成分分析，农药在 8min ~35min 都有检出，本文选用环氧七氯作为内标（保留时间为 19min），

#### 4.2.5 色谱峰

上述气相色谱操作条件是典型的，可根据不同仪器特点，对给定操作参数作适当调整，以获得最佳效果。上述操作条件下的典型色谱图如下图 1~12。

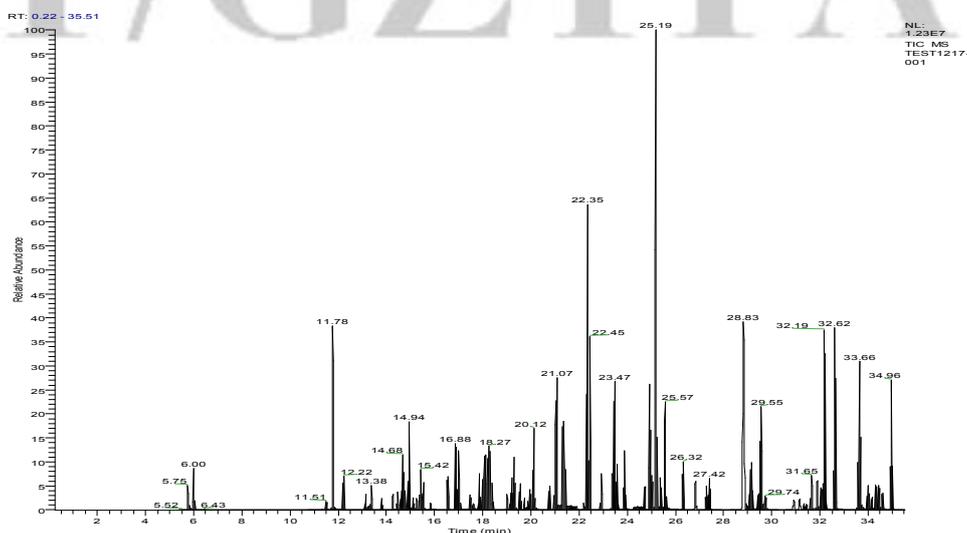


图 1 0.1mg/L 标准品气相色谱质谱 TIC 总离子图

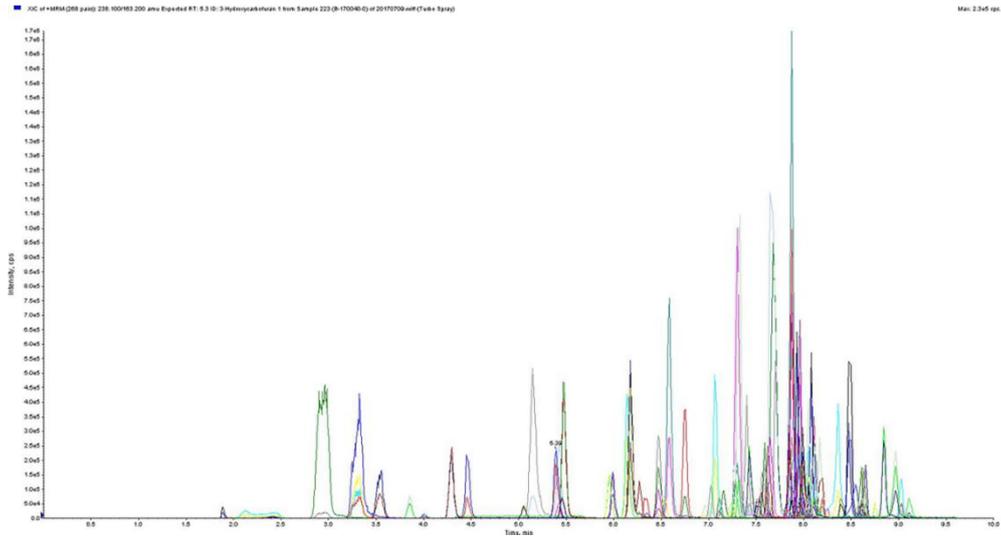


图 2 0.1mg/L 标准品液相质谱 TIC 总离子图

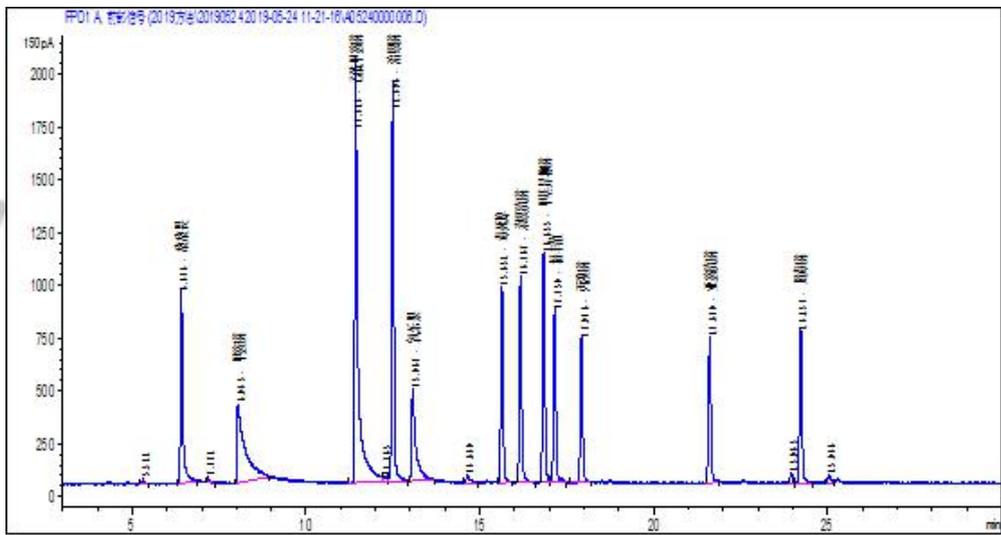


图 3 有机磷第一组分组农药及其代谢物 色谱图 (DB-1701 色谱柱)

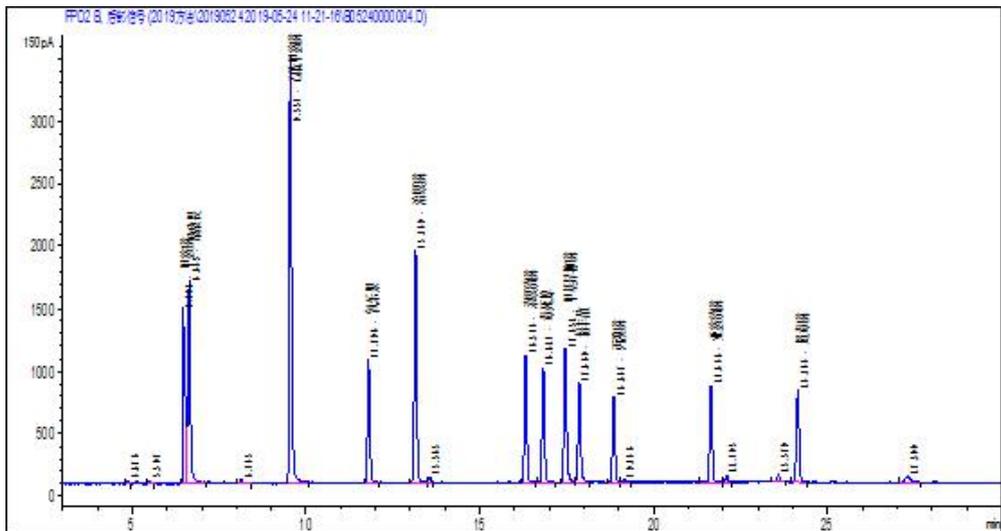


图 4 有机磷第一组分组农药及其代谢物 色谱图 (DB-5 色谱柱)

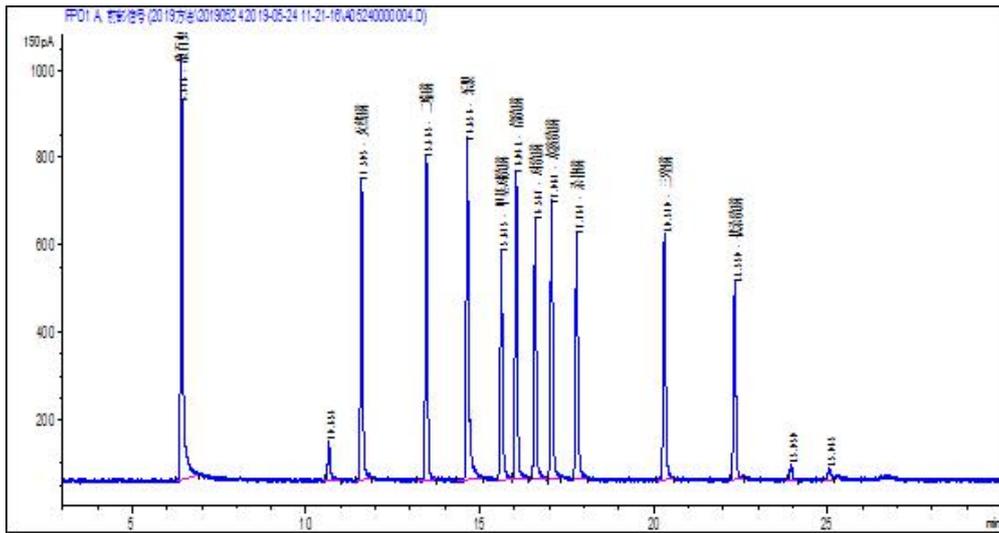


图5 有机磷第二组分组农药及其代谢物 色谱图 (DB-1701 色谱柱)

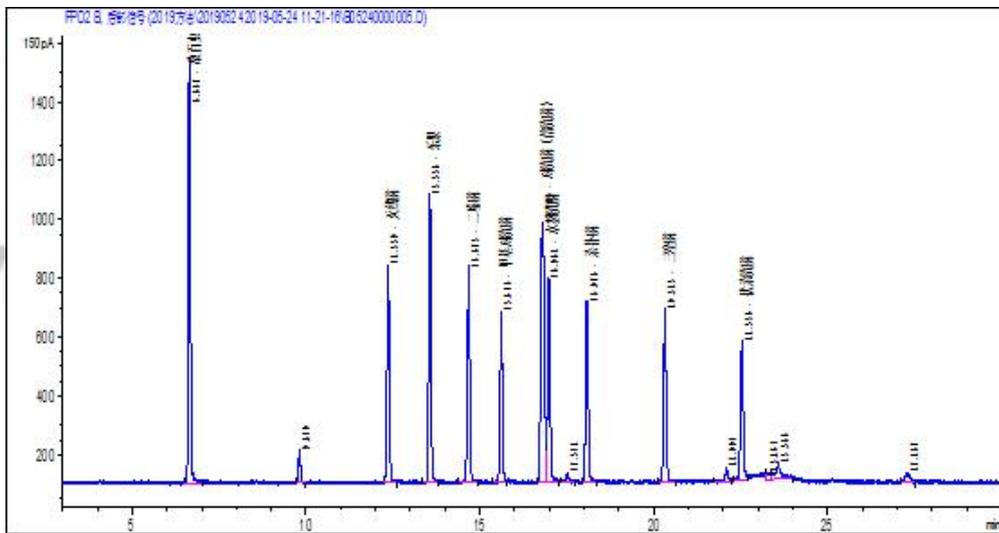


图6 有机磷第二组分组农药及其代谢物 色谱图 (DB-5 色谱柱)

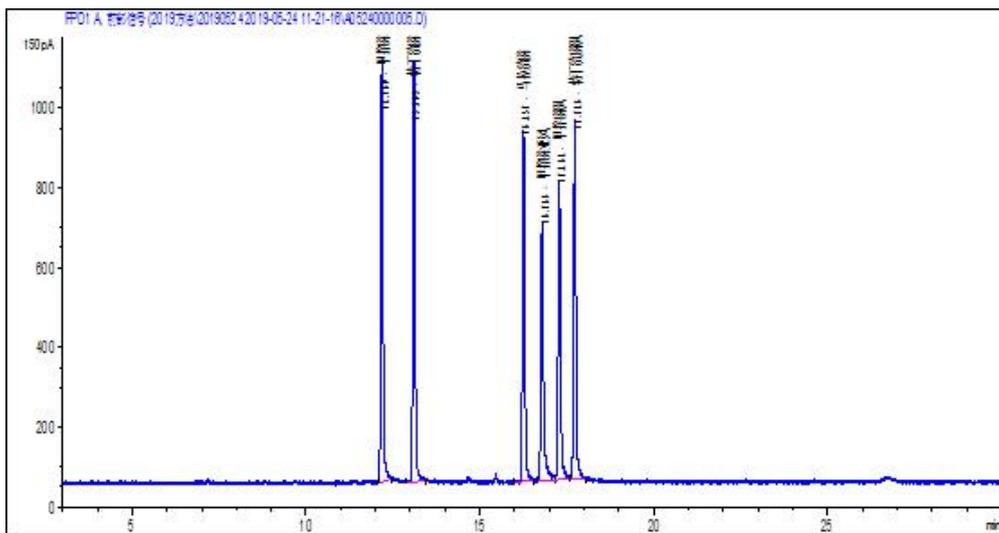


图7 有机磷第三组分组农药及其代谢物 色谱图 (DB-1701 色谱柱)



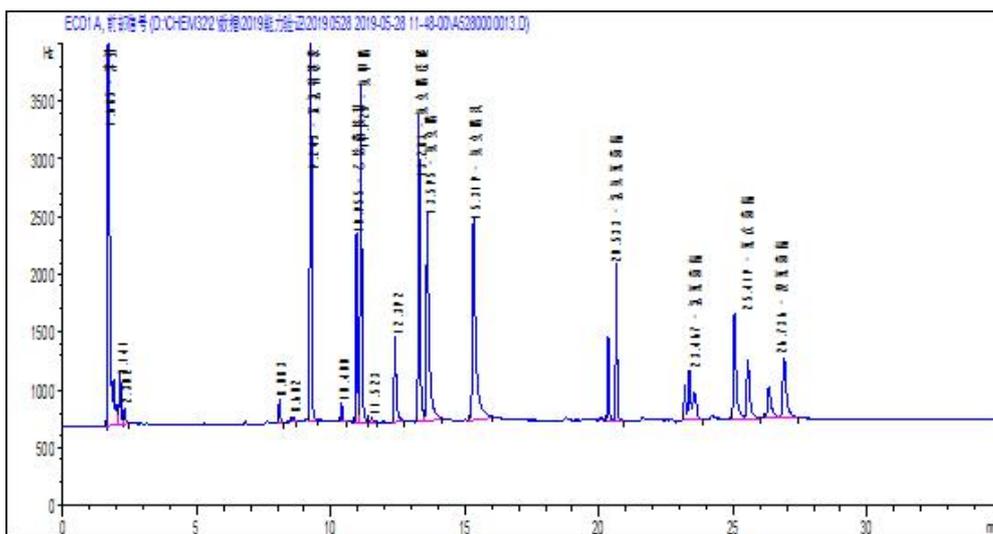


图 11 有机氯第二组分组农药及其代谢物 色谱图 (DB-1 色谱柱)

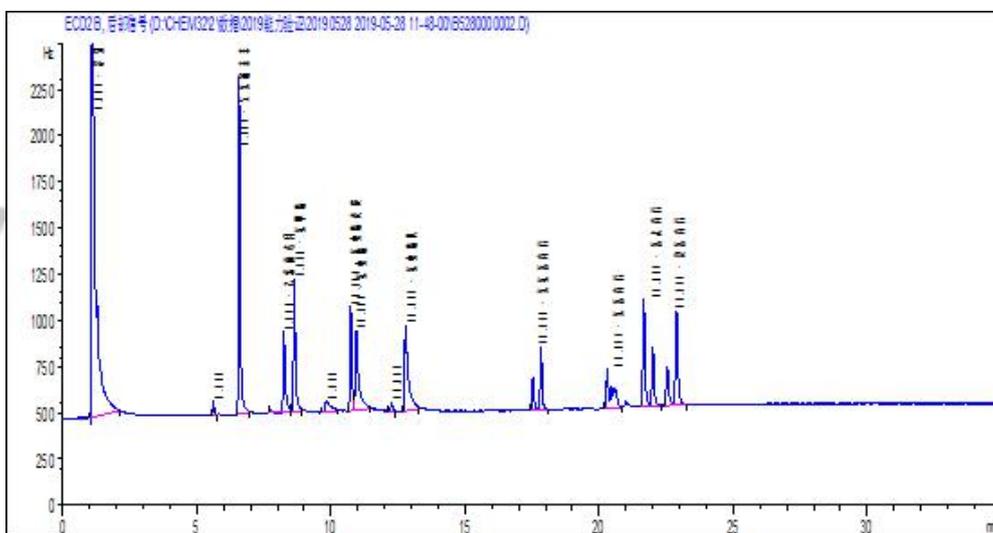


图 12 有机氯第二组分组农药及其代谢物 色谱图 (DB-5 色谱柱)

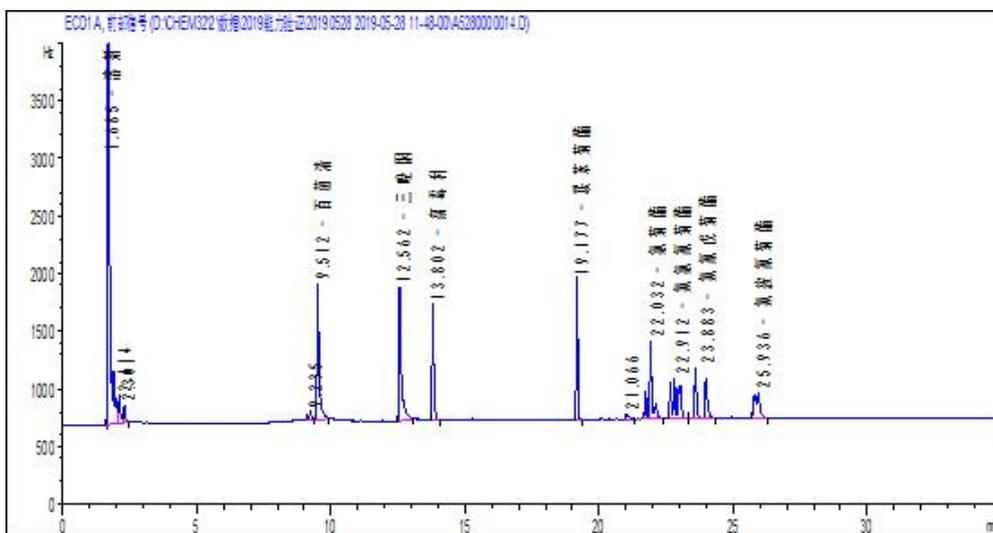


图 13 有机氯第三组分组农药及其代谢物 色谱图 DB-1 色谱柱

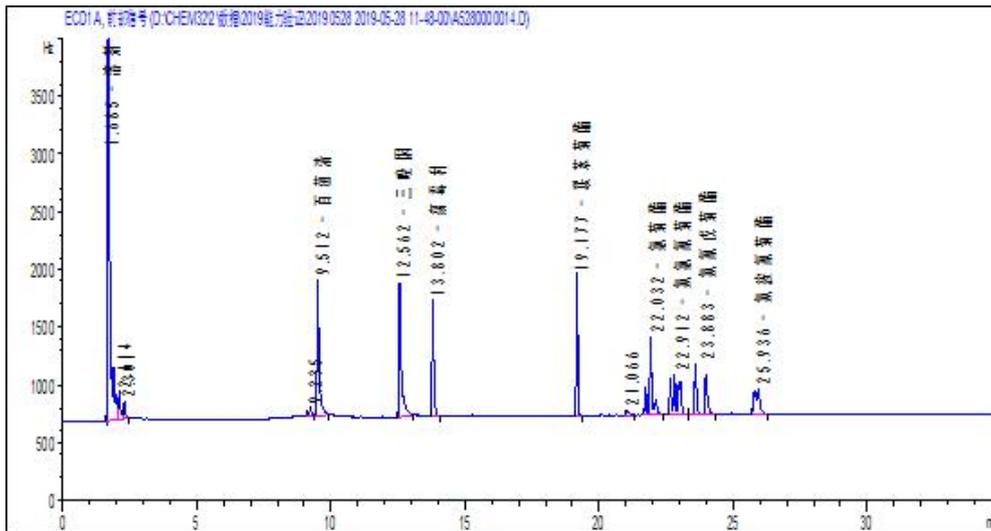


图 14 有机氯第三组分组农药及其代谢物 色谱图 DB-5 色谱柱

### 4.3 样品前处理条件的确定

#### 4.3.1 样品提取方法的确定

匀浆提取法本文采用样品添加回收率实验验证比较了高速匀浆提取和超声浸泡萃取两种方式。样品添加 0.1 mg/kg 农药后，分别采用高速匀浆和超声浸泡萃取提取，提取液均采用石墨炭黑氨基固相萃取柱相同的方法净化，上仪器检测，计算其加标回收量。数据分析可知，高速匀浆提取和超声浸泡萃取两种方式萃取后的农药回收率范围在均在 80.0%-120.0%之间，均可选作样品的提取方法。但由于茶青的含水量较低（在 70%左右），样品比较蓬松，两种提取操作方法中，高速匀浆提取方法更容易将样品组织破碎，更能充分的提取样品中的农药残留，最终选择高速匀浆提取。

#### 4.3.2 检测样品提取方法

方法的 3 个采用相同的样品提取方法。称取 10.0 g 试样（精确至 0.01 g），于 100 mL 离心管中，先加入 10.0 mL 水，再加入 20.0 mL 乙腈，15 000 r/min 匀浆提取 4 min（在 3 min 左右时加入 3 g 左右 NaCl），4 000 r/min 离心 5 min 分离出上清液，待净化。

### 4.3.2 检测样品净化方法

第一部分：取 4.0 mL 上清液于预称有 75 mg PSA、25 mg C18 及 4 mg GCB 粉末的 5 mL 离心管里，涡旋 60 s，再于 4 000 r/min 下离心 5 min，准确吸取 2 mL 上清液于 10 mL 试管中，40 °C 水浴中氮气吹至近干。加 100  $\mu$ L 内标，加 1.0 mL 乙酸乙酯复溶，微孔滤膜过滤，供气相色谱-串联质谱测定。

第二部分：在固相萃取氨基净化柱中加入约 2 cm 高无水硫酸钠，依次用 5.0 mL 淋洗液、5.0 mL 乙腈，预淋洗柱子，弃去预淋洗液，达到活化柱子的目的。当淋洗液液面到达硫酸钠顶部时，吸取 4.00 mL 上清液入氨基柱中，待提取液液面到达净化柱表层时，在柱上加上 25 mL 储液器，用 20 mL 淋洗液洗脱氨基柱，流出液收集于 100 mL 梨形瓶中，在 40 °C 水浴中旋转浓缩至约 0.5 mL，于 40 °C 下氮气吹至净干，加 2 mL 乙腈-水 (1:1, V:V) 溶液溶解残渣，经 0.20  $\mu$ m 微孔滤膜过滤后，供液相色谱-串联质谱测定。

第三部分：在固相萃取氨基净化柱中加入约 2 cm 高无水硫酸钠，依次用 5.0 mL 淋洗液、5.0 mL 乙腈，预淋洗柱子，弃去预淋洗液，达到活化柱子的目的。当淋洗液液面到达硫酸钠顶部时，吸取 5.00 mL 上清液入氨基柱中，待提取液液面到达净化柱表层时，在柱上加上 25 mL 储液器，用 20 mL 淋洗液洗脱氨基柱，流出液收集于 100 mL 梨形瓶中，在 40 °C 水浴中旋转浓缩至约 0.5 mL，于 40 °C 下氮气吹至净干，加入 2.5 mL 正己烷-丙酮 (1:1, V:V) 溶液溶解残渣，过 0.20  $\mu$ m 微孔滤膜过滤，供气相色谱仪测定。

### 4.3.3 检测样品种类的确定

本标准的研究范围为茶青中农药残留的测定，因此，主要针对省、市州、县三级农检站开展茶叶生产原料茶青中农药残留的检验检测工作。

## 4.4 方法的特异性

方法的特异性是指在确定的分析条件下，分析方法检测和区分共存组分中目标化合物的能力。需要说明的是该方法检测信号仅与被检测组分有关，与其他化

合物无关。说明采用的分析技术需要克服任何可预见的干扰，特别是来自基质组份的干扰。

确定特异性的方法：一般应以具有代表性的样本基质和样本基质添加被测组分的样品，按照确定的样品前处理方法处理后进行分析，考察基质中存在的物质是否对被测组分存在干扰。

本试验做了茶青中农药添加回收实验，方法分为3部分，因此我们分别作了农药在三个方法中的添加回收实验，结果见表2-5。

表2 第一部分 88种农药及其代谢物方法定量限、回收率

序号	名字	定量限	相关性	平均回收率/%		精密度/%	
		LOQ/( $\mu$ g/kg)	$r^2$	0.05 mg/kg	0.2 mg/kg	0.05 mg/kg	0.2 mg/kg
1	甲胺磷	0.03	0.9922	73.2	81.1	5.9	5.9
2	敌百虫	0.03	0.9924	78.2	82.1	7.7	6.8
3	敌敌畏	0.03	0.9950	73.7	70.3	8.7	5.6
4	氧乐果	0.04	0.9913	77.3	73.2	4.1	6.8
5	仲丁威	0.02	0.9917	81.2	84.1	3.5	7.9
6	灭线磷	0.02	0.9933	89.6	81.3	3.7	3.6
7	治螟磷	0.02	0.9921	77.6	76.2	3.4	2.9
8	甲拌磷	0.02	0.9940	83.7	84.8	3.3	6.8
9	a-666	0.01	0.9945	75.4	76.4	6	5.9
10	乐果	0.02	0.9941	88.2	83.3	7	5.4
11	内吸磷	0.02	0.9886	74.2	71.2	5.5	4.4
12	b-666	0.01	0.9909	85.2	84.6	3.9	2.6
13	r-666	0.01	0.9926	66.6	62.7	3.8	3.2
14	五氯硝基苯	0.02	0.9938	81.3	89.3	6.9	4
15	特丁硫磷	0.02	0.9916	84.1	83.2	5.8	3.8
16	二嗪磷	0.02	0.9901	88.3	84.2	5.7	6.2
17	噻霉胺	0.02	0.9911	94.1	97.1	7.6	6.1
18	久效磷	0.02	0.9932	85.3	82.9	6.1	3.4
19	磷胺	0.02	0.9934	84.4	76.3	6.3	5.8
20	d-666	0.01	0.9903	75.1	77.3	3.7	5.4
21	氯菊酯	0.02	0.9909	77.1	78.3	6.1	7.6
22	抗芽威	0.02	0.9932	84.3	89.3	6.8	5.6
23	百菌清	0.02	0.9917	92.4	95.3	5.2	3.9
24	乙酰甲胺磷	0.02	0.9950	83.4	83.2	7.7	4
25	乙草胺	0.02	0.9926	87.4	84.3	7.6	4.7
26	甲基对硫磷	0.02	0.9931	92.8	91.3	5.2	3.6

27	乙烯菌核利	0.02	0.9927	81	87.3	5.3	3.2
28	莠灭净	0.02	0.9929	95.2	93.2	6.9	4.5
29	氟甲腈	0.02	0.9936	108.3	101.3	6.8	8.2
30	甲霜灵	0.02	0.9906	94.4	98.2	6.2	4.3
31	三唑酮	0.02	0.9926	91.1	94.2	5.6	2.8
32	杀螟硫磷	0.02	0.9930	95.3	94.3	5.2	6.2
33	马拉硫磷	0.02	0.9925	93.3	96.3	4.4	4.9
34	地虫硫磷	0.02	0.9948	106.2	107.3	4.3	3.2
35	倍硫磷	0.02	0.9904	92.1	93.3	5.6	3.5
36	异丙甲草胺	0.02	0.9942	93.8	97.2	3.6	4.8
37	毒死蜱	0.02	0.9913	85.3	85.4	3.3	3
38	水胺硫磷	0.02	0.9894	108.3	113.5	2.9	3.9
39	三氯杀螨醇	0.02	0.9926	119.3	104.1	3.5	2.5
40	对硫磷	0.02	0.9937	91.2	95.3	4.1	3.5
41	三唑酮	0.02	0.9945	110.3	104.3	4.6	2.8
42	氟虫腈砒	0.02	0.9899	91.2	91.2	3.9	3.2
43	甲基异柳林	0.02	0.9926	90.9	91.2	4.7	2.9
44	氟虫腈亚砒	0.02	0.9912	70.3	76.1	4.9	6.7
45	二甲戊灵	0.02	0.9913	87.4	74.3	4.2	3.6
46	甲拌磷亚砒	0.02	0.9923	71.2	86.4	4.3	5
47	甲拌磷砒	0.02	0.9880	86.3	73.2	4.7	5.4
48	特丁硫磷砒	0.02	0.9939	73.5	76.2	7.2	6.3
49	氟虫腈	0.02	0.9924	98.3	84.4	6.6	7.3
50	啶硫磷	0.02	0.9906	81.3	93	6.2	5.4
51	稻丰散	0.02	0.9934	97.4	88.3	4.9	6.2
52	腐霉利	0.02	0.9910	93.3	92.9	4.2	4.2
53	噻螨酮	0.02	0.9920	93.2	97.3	3.6	7.5
54	多效唑	0.02	0.9912	96.2	97.3	4.4	4.7
55	杀扑磷	0.02	0.9923	83.2	95.4	4.9	5
56	苯线磷	0.02	0.9929	94.3	89.7	4.5	7.3
57	pp-dde	0.01	0.9927	88.4	91.3	6.2	4.7
58	丙溴磷	0.02	0.9932	81	85.4	6.3	3.5
59	丙草胺	0.02	0.9940	87.8	89	6.8	5.3
60	丁草胺	0.02	0.9952	84.9	84.8	5.1	5.2
61	噻嗪酮	0.02	0.9916	84.4	83	3.9	4.9
62	虫螨腈	0.02	0.9924	80.1	87.4	4.5	6.1
63	pp-ddd	0.01	0.9937	89.2	78.4	7.3	5.2
64	pp-ddt	0.01	0.9929	85.3	82.2	4.3	3.6
65	三唑磷	0.02	0.9950	87.2	86.4	6.3	4.1
66	丙环唑	0.02	0.9928	81.3	86.4	5.8	5

67	op-ddt	0.01	0.9919	86.1	85.8	4.6	3.1
68	戊唑醇	0.02	0.9912	86.4	84.3	4.2	3.9
69	异菌脲	0.03	0.9937	93.7	91.2	4.9	4.2
70	亚胺硫磷	0.03	0.9944	94.3	94.9	4.2	4.7
71	联苯菊酯	0.02	0.9926	97.8	91.3	6.4	4.4
72	溴螨酯	0.03	0.9927	98.2	98.8	3.4	2.8
73	甲氧菊酯	0.02	0.9921	96.5	98.7	3.4	2.7
74	啶螨醚	0.03	0.9960	82.7	96.5	6.3	4.6
75	伏杀硫磷	0.02	0.9923	103.8	87.3	6.6	7.4
76	氯氟菊酯	0.02	0.9939	89.2	110.7	8.8	6.8
77	氯苯嘧啶醇	0.02	0.9915	84.8	98.2	7.5	6.8
78	联苯三唑醇	0.02	0.9949	112.2	89.4	4.9	5.4
79	氯菊酯	0.02	0.9931	103.2	108.1	5	4.1
80	啶螨灵	0.02	0.9927	90.1	107.2	6.2	5.7
81	氟氯菊酯	0.02	0.9941	80.7	87.2	5	3.1
82	氯菊酯	0.02	0.9938	82.3	78.8	5.2	4.8
83	氟氯戊菊酯	0.02	0.9914	77.3	84.9	4.6	6.4
84	氯戊菊酯	0.02	0.9909	84.9	79	7.1	6.7
85	吡啶醚菌酯	0.03	0.9933	79.3	82.9	6.8	6.6
86	氟胺氯菊酯	0.02	0.9943	76.2	83.5	7.3	6.2
87	苯醚甲环唑	0.03	0.9930	79.5	83.5	6.8	6.6
88	溴氟菊酯	0.03	0.9906	76.5	86.5	5.7	5.3

表3 第二部分 124种农药及其代谢物方法定量限、回收率

序号	名字	定量限 LOQ/( $\mu$ g/kg)	相关性 $r^2$	平均回收率/%		精密度/%	
				0.05 mg/kg	0.2 mg/kg	0.05 mg/kg	0.2 mg/kg
1	3-羟基克百威	2.7	0.9941	81.9	89.1	2.5	2.5
2	乙酰甲胺磷	3.1	0.9962	78.2	87.1	3.8	3.4
3	吡虫啉	3.6	0.9935	92.5	84.2	6.4	3.6
4	乙草胺	3.1	0.9931	87.5	81.9	3.2	2.5
5	涕灭威	0.4	0.992	86.2	81.9	6.3	4
6	涕灭威风	4.6	0.9921	81.6	88.6	6.4	4.1
7	涕灭威亚风	0.6	0.9935	87.8	75.3	6.2	5
8	莠灭净	1.9	0.9914	89.5	82.7	2.6	2.3
9	莠去津	3.1	0.9936	87.9	80.8	5.6	4
11	丙草胺	1	0.9926	86.3	82.5	5.9	5.6
12	阿维菌素	15.1	0.9968	81.4	90.2	5.6	3.6
13	谷硫磷	2.2	0.9915	88.6	85.5	7.5	4.9
14	啶菌酯	0.3	0.9912	84.5	82.7	3.6	2.6
15	苯霜灵	23.6	0.9881	80.9	85.9	2.6	2.4

16	苄嘧隆磺	2.5	0.9963	83.9	87.2	8.5	5.5
16	联苯菊酯	4.3	0.993	87.8	89.6	6.5	5.5
17	联苯三唑醇	7.9	0.9948	85.6	88.9	8.5	6.7
18	噻嗪酮	0.5	0.9932	92.5	84.9	2.9	3.3
19	甲柰威	1.3	0.9956	85.6	87.5	4.6	4.2
20	多菌灵	0.9	0.9949	79.5	92.1	5.6	3.8
21	克百威	0.8	0.9925	85.6	91	7.6	5.9
22	丁硫克百威	2.8	0.9956	84.6	85.1	4.8	3.8
23	氯虫苯甲酰胺	2.6	0.9931	82.5	78.3	4.7	3
24	灭幼脲	1	0.9928	82.3	88.4	2.9	2.9
25	氟啶脲	16	0.9915	81.2	90.7	6.3	4.5
26	氯苯胺灵	25	0.9908	83.6	89.3	3.6	5.1
27	毒死蜱	2.5	0.9936	88.9	87	5.4	4.7
28	甲基毒死蜱	14.9	0.9926	89.6	83.6	2.4	2.8
29	绿黄隆	6.6	0.9866	78.2	88.7	4.2	3.7
30	噻虫胺	50.1	0.9887	86.3	84.5	5.6	4.1
31	蝇毒磷	1.2	0.9934	86.3	84.9	5.9	4.4
32	啉菌环胺	3.6	0.9962	79.8	85.8	4.1	4.4
33	灭蝇胺	5	0.9936	86.5	82.1	5.4	3.1
34	内吸磷	4.8	0.9936	87.8	82.3	5.2	3.5
35	丁醚脲	3	0.9971	89.8	89.3	6.8	4
36	二嗪磷	4.5	0.9902	89.5	86	5.6	3.9
37	敌敌畏	10.8	0.9963	87.8	81.9	5.6	3.4
38	苯醚甲环唑	2.1	0.9936	95.5	89.6	5.7	4.3
39	除虫脲	2.9	0.9928	81.6	87.4	4.1	4
40	乐果	4.1	0.9893	87.9	92.6	5.9	3.6
41	烯酰玛琳	4.5	0.99	87.8	82.4	2.4	2.3
42	烯啶醇	3.9	0.9921	80.2	85.6	3.5	2.1
43	二苯胺	9.2	0.9963	88.9	84.1	4.6	2.7
44	甲氨基阿维菌素苯甲 酸盐	0.6	0.9924	79.5	86.9	4.8	4
45	氟环唑	5.1	0.9864	81.2	87.1	4.8	4.3
46	氟戊菊酯	37.9	0.9863	86.3	85.6	5.2	4.3
47	灭线磷	3.2	0.9921	86.3	83.8	2.9	3.2
48	乙螨唑	5.1	0.9923	82.9	84.4	4.6	3.6
49	苯线磷	2.2	0.9932	89.2	80.9	2.8	2.8
50	氯苯嘧啶醇	9.4	0.994	84.8	81.6	6.7	4.8
51	啶螨醚	7.8	0.995	87.8	85.1	5.4	4.2
52	腈苯唑	1.7	0.9912	87.2	90.9	5.2	4.3
53	杀螟硫磷	9.2	0.9956	82.6	84	4.2	3.6

54	仲丁威	3.5	0.9912	86.2	85.7	3.1	2.7
55	唑螨酯	1.8	0.9923	88.5	86.1	5.6	3.9
56	倍硫磷	2.6	0.9925	84.2	84.9	4.7	3.6
57	氟虫脲	2.2	0.9916	83.6	89.8	5.1	4.2
58	氟硅唑	1	0.9963	84.5	79.3	6.8	5.4
59	己唑醇	4.2	0.9926	88.6	82.5	3.6	3.9
60	噻螨酮	2	0.9919	87.2	89	5.8	3.9
61	啶虫脒	0.6	0.9945	89.8	87.4	7.2	4.6
62	茚虫威	27.4	0.9916	80.2	83.6	5.7	4.1
63	氯唑磷	0.3	0.9932	86.3	87.2	1.8	3
64	水胺硫磷	16.1	0.9868	82.3	90.7	3.2	3.3
65	异丙威	0.9	0.9935	89.5	78.9	6.5	5.2
66	稻温灵	33.9	0.9928	79.6	83.5	4.8	4.6
67	伊维菌素	23.8	0.9895	83.9	87.4	3.5	2.7
68	丁草胺	0.8	0.9986	80.2	86.2	5.2	3.2
69	马拉硫磷	0.6	0.9925	89.2	86	5.7	5
70	甲硫威	0.8	0.9947	81.5	82.5	5.6	4.1
71	甲霜磷	6.3	0.9895	81.2	86.6	3.9	2.8
72	甲胺磷	7.8	0.9854	85.2	88.4	3.9	3.8
73	杀扑磷	1.8	0.9925	81.2	90	2.5	2
74	灭多威	2.2	0.9952	84.9	82.7	5.8	4.8
75	速灭威	11.9	0.9961	84.5	87.2	3.6	2.2
76	甲黄隆	0.8	0.9906	84.2	87.7	2.3	3.6
77	腈菌唑	5.2	0.9939	87.6	87.5	6.8	5.2
78	烯啶虫胺	5.7	0.9885	84.5	85.6	4.3	3.3
79	氧乐果	5.1	0.9839	87.2	91.7	4.5	4.8
80	多效唑	4.7	0.9914	84.5	80.2	6.5	4.9
81	对硫磷	40.6	0.9879	83.3	91.7	4.6	3.6
82	戊菌唑	8.2	0.9952	86.5	83.5	5.2	4.9
83	稻丰散	0.6	0.9936	93.6	85.8	6.2	4.6
84	甲拌磷	4.1	0.9918	82.3	81	6.5	5.2
85	亚胺硫磷	2	0.9982	82.6	87	7.2	3.7
86	硫环磷	0.6	0.9912	86.1	85.4	4.1	3.4
87	甲基硫环磷	0.6	0.9923	87.9	87.6	6.2	4
88	伏杀硫磷	0.6	0.9961	83.6	88.1	3.2	4.4
89	辛硫磷	1.5	0.9938	79.9	86.4	6.5	5.3
90	甲拌磷风	2.5	0.9925	78.8	86.3	4.8	2.8
91	甲拌磷亚风	1.7	0.9917	81.2	82.9	7.2	5.4
92	抗蚜威	1.9	0.9936	86.6	79.9	5.9	5.3
93	丙草胺	2.2	0.9942	78.9	84.2	5.6	4.3

94	咪鲜胺	1.3	0.9935	91.5	87.1	6.8	6.2
95	丙溴磷	6.2	0.9912	82.9	86	6.2	5.4
96	扑草净	6.1	0.9931	84.5	89	2.9	3.7
97	霜霉威	2.8	0.9915	84.8	87.5	5.6	3.5
98	克螨特	1.1	0.9926	89.5	81.6	4.2	3.9
99	丙环唑	7.9	0.9936	84.5	87	6.1	4.9
100	乙丙草胺	4.9	0.9965	84.5	75.3	4.2	3.6
101	残杀威	4.5	0.9912	84.6	85.1	6.4	5.6
102	吡蚜酮	8.1	0.9965	83.7	85.1	6.8	5.7
103	吡唑醚菌酯	0.7	0.9912	81.2	89.2	4.5	4.1
104	哒螨灵	1	0.9941	82.5	82.9	6.3	4.7
105	啉霉胺	5.3	0.9964	86.9	81.3	5.3	3.8
106	喹硫磷	1.4	0.9954	80.5	88.5	5.4	4.9
107	虱螨磷	0.3	0.9945	82.5	80.9	5.9	3.7
108	西玛津	4.8	0.9945	85.6	86.9	4.5	3.5
109	治螟磷	1.5	0.9968	86.5	91.3	6.5	4.7
110	氟胺氰菊酯	2.7	0.9963	82.6	86.9	3.6	2.8
111	戊唑醇	6.7	0.9881	88.5	92.7	5.2	4
112	特丁硫磷	0.9	0.9945	87.9	90.4	3.6	2.9
113	噻菌灵	1	0.9924	86.2	90.9	5.6	3.5
114	噻虫啉	11.4	0.9959	89.8	86.1	4.6	4.2
115	噻虫嗪	0.7	0.9939	87.9	85.2	6.4	4.9
116	甲基硫菌磷	3.5	0.9916	81.2	90.8	4.9	2.9
117	唑虫酰胺	2.6	0.9925	79.2	82.5	6.7	5.5
118	三唑酮	0.6	0.9963	79.5	83.8	4.2	3.6
119	三唑醇	13.9	0.9957	81.5	92.1	4.3	4
120	野麦畏	1.2	0.9942	75.8	89.7	4.9	3.8
121	三唑磷	0.9	0.9921	82.2	86.8	6.4	3.6
122	敌百虫	15.5	0.9948	75.8	83.9	7.1	6.9
123	三环唑	1.1	0.9914	85.4	87.5	3.2	2.9
124	苯酰菌胺	5	0.9914	89.6	80.6	4.5	3.7

表 4 第三部分 29 种有机磷农药及其代谢物方法定量限

序号	农药名称	平均回收率%		精密度/%		定量限(mg/kg)	
		0.05 mg/kg	0.2 mg/kg	0.05 mg/kg	0.2 mg/kg	DB-1701	DB-5
1	敌敌畏	85.5	85.4	2.5	4.9	0.05	0.04
2	敌百虫	82.7	85.6	3.6	5.2	0.05	0.04
3	甲胺磷	88.4	82.8	5.0	4.3	0.13	0.04

4	灭线磷	84.7	84.3	2.9	4.3	0.07	0.08
5	治螟磷	84.1	85.1	5.2	4.4	0.02	0.03
6	甲拌磷	85.1	89.6	5.3	5.4	0.04	0.05
7	乙酰甲胺磷	81.6	87.8	5.6	4.8	0.03	0.03
8	特丁硫磷	86.1	84.9	2.5	4.5	0.04	0.05
9	二嗪磷	84.4	92.6	4.8	5.0	0.06	0.06
10	氧乐果	84.4	84.5	5.8	4.1	0.11	0.06
11	乐果	85.8	90.3	4.6	4.8	0.06	0.08
12	毒死蜱	87.1	85.1	6.2	2.4	0.05	0.06
13	甲基对硫磷	83.6	82.9	3.1	2.8	0.09	0.1
14	马拉硫磷	83.4	86.5	2.5	3.7	0.05	0.07
15	倍硫磷	85.6	83.2	7.0	4.4	0.07	0.06
16	杀螟硫磷	88.7	84.2	6.0	4.6	0.05	0.06
17	对硫磷	87.3	86.0	7.6	4.8	0.08	0.06
18	甲基异柳磷	88.7	85.1	3.1	3.1	0.04	0.05
19	甲拌磷亚砷	86.6	83.7	4.4	4.1	0.07	0.07
20	水胺硫磷	85.8	85.1	4.7	2.8	0.07	0.08
21	稻丰散	88.3	83.2	6.8	5.8	0.06	0.07
22	甲拌磷砷	84.9	86.5	4.3	4.8	0.06	0.06
23	特丁硫磷砷	80.4	89.1	3.9	4.8	0.05	0.06
24	杀扑磷	85.4	83.3	2.9	3.9	0.08	0.09
25	丙溴磷	86.0	86.0	5.4	2.9	0.07	0.08
26	三唑磷	86.5	87.3	4.4	4.8	0.08	0.1
27	亚胺硫磷	88.0	84.6	5.1	4.2	0.07	0.07
28	伏杀硫磷	86.6	86.7	2.6	4.7	0.1	0.12
29	蝇毒磷	83.5	81.9	4.0	6.1	0.06	0.08

表 5 第三部分 29 种有机氯及拟除虫菊酯农药及其代谢物方法定量限

序号	农药名称	平均回收率%		精密度/%		定量限(mg/kg)	
		0.05 mg/kg	0.2 mg/kg	0.05 mg/kg	0.2 mg/kg	LOQ(DB-1)	LOQ(DB-5)
1	α-666	85.6	82.1	3.8	3.8	0.005	0.008
2	β-666	88.1	83.3	4.9	5.9	0.01	0.019
3	γ-666	88.6	81.6	5.9	3.8	0.005	0.008

4	δ-666	81.9	89.3	4.9	6.3	0.005	0.012
5	五氯硝基苯	86.8	84.5	2.4	5.6	0.005	0.01
6	百菌清	86.5	86.8	3.3	5.0	0.014	0.071
7	乙烯菌核利	84.2	86.2	5.9	6.5	0.014	0.042
8	氟甲氰	81.6	85.6	4.7	5.8	0.009	0.025
9	三唑酮	85.7	85.8	3.1	3.3	0.023	0.125
10	氟虫腈硫醚	83.2	79.9	4.2	4.6	0.011	0.031
11	氟虫氰	87.6	84.9	5.4	4.1	0.017	0.042
12	腐霉利	82.0	84.4	4.9	5.5	0.022	0.071
13	PP'-DDE	83.9	85.2	3.4	3.9	0.006	0.014
14	氟虫腈砒	86.8	82.7	3.9	6.0	0.019	0.036
15	PP'-DDD	85.6	84.1	2.3	6.3	0.006	0.013
16	OP'-DDT	83.8	84.5	5.3	4.3	0.011	0.013
17	PP'-DDT	85.9	81.7	2.9	5.5	0.012	0.023
18	异菌脲	86.0	86.3	3.0	4.6	0.033	0.042
19	三氯杀螨醇	87.6	88.9	6.0	5.2	0.019	0.083
20	联苯菊酯	85.1	84.8	3.8	4.8	0.019	0.056
21	甲氰菊酯	89.5	90.6	4.7	4.0	0.02	0.063
22	氯氟氰菊酯	82.4	89.2	5.7	5.6	0.021	0.045
23	氯菊酯	87.5	88.6	4.1	3.2	0.035	0.079
24	氟氯氰菊酯	85.0	88.0	5.1	4.6	0.076	0.125
25	氯氰菊酯	89.7	86.6	5.4	3.3	0.06	0.063
26	氟氰戊菊酯	81.7	86.0	5.9	4.6	0.059	0.109
27	氰戊菊酯	84.8	80.9	5.5	4.4	0.031	0.031
28	氟胺氰菊酯	85.8	81.7	3.8	5.7	0.125	0.111
29	溴氰菊酯	87.8	86.8	5.1	3.9	0.057	0.036

#### 4.5 方法的线性范围

本方法标准曲线的线性范围为 0.02 mg/L~0.4 mg/L, 第 1 部分中农药相关系数为 0.9881-0.9962, 第 2 部分中农药相关系数为 0.9839-0.9986, 第 3 部分中农药相关系数为 0.9825-0.9965, 各农药的相关系数为  $R^2$  大于 0.980。在此范围内仪器响应与农药的浓度具有良好的线性范围, 可满足茶青中农药残留的检测。

## 4.6 准确度

根据《化学分析中不确定度的评估指南》，准确度为测定平均值与真值的相符程度。准确度的测定为某一稳定样品中加入已知量的标准物质（将标准物质的量作为真值）称加标样品；同时测定样品和加标样品；加标样品扣除样品值后与标准物质的误差即为该方法的准确度。标准中规定的适用范围为茶青，试验中选择了茶青做为本底，准确加入农药标样进行添加回收实验。（见表 2-5）

第 1 部分气相色谱质谱部分样品添加回收率在 0.05mg/kg 添加浓度，添加回收率为 62.7-119.3%，相对偏差为 2.9-8.8%，在 0.2mg/kg 添加浓度，添加回收率为 62.7-113.5%，相对偏差为 2.5-8.2%；

第 2 部分液相色谱质谱部分样品添加回收率在 0.05mg/kg 添加浓度，添加回收率为 75.8-95.5%，相对偏差为 1.8-8.5%，在 0.2mg/kg 添加浓度，添加回收率为 75.3-92.7%，相对偏差为 2.0-6.9%；

第 3 部分气相色谱部分样品添加回收率，有机磷在 0.05mg/kg 添加浓度，添加回收率为 80.4-88.7%，相对偏差为 2.5-7.6%，在 0.2mg/kg 添加浓度，添加回收率为 81.9-92.6%，相对偏差为 2.4-6.1%；有机氯在 0.05mg/kg 添加浓度，添加回收率为 81.6-89.7%，相对偏差为 2.3-6.0%，在 0.2mg/kg 添加浓度，添加回收率为 79.9-90.6%，相对偏差为 3.2-6.5%；

## 4.7 精密度

(1) 在本单位由同一操作者使用相同的前处理方法和设备，在短时间内对添加阳性样本中的农药残留进行了重复测定 6 次。做添加回收实验，结果见表 2-5，其变异系数均在 8.8% 以下。

(2) 在本单位由不同操作者使用相同的前处理方法和设备，3 人对相同乳油样本中的农药成份含量进行了 6 次重复测定，取平均值。做添加回收实验，其变异系数均在 11.2% 以下。

## 4.8 检出限

根据 GB/T 5009.1—2003 色谱法(附录 A 检验方法中技术参数和数据处理) 根据公式计算检出限:

利用 0.050mg/kg 添加浓度水平为依据, 特征离子质量色谱峰性噪比  $S/N=10$  计算方法定量限。方法定量限见表 2-5。

第 1 部分方法定量限为 0.01-0.04 mg/kg

第 2 部分方法定量限为 0.003-0.05 mg/kg

第 3 部分有机氯方法定量限 0.005-0.125mg/kg, 方法定量限 0.02-0.13 mg/kg

## 4.9 方法的实用性

利用上述方法对茶青中农药残留进行检测分析, 方法对所检农药具有较高的灵敏度, 稳定性, 第 1 部分和第 2 部分适用于市州一级配备有质谱的单位使用, 所检测农药的种类多, 适用于开展全市州茶青的农残风险筛查。第 2 部分主要用于县区级实验室使用, 可满足本县区内茶青的部分农药残留的风险监测。方法可满足不同实验室的使用需求。

## 5 对《茶青中多种农药测定》团体标准的基本评价

本标准制定应用于我省地州、县级检测机构现在基本普及的设备仪器, 提出对茶青中农药残留的检测方法要求, 填补了茶青检测方法的空白, 增强我省对茶青农药残留的监督检测力度, 降低成茶中农药残留和分解产物的风险, 保障消费者的身体健康, 提高茶叶的品质和安全, 从而提高茶叶的经济价值, 给贵州茶产业带来不小的实际经济意义。

## 6 与有关的现行法律、法规和强制性标准的关系

在标准的制订过程中严格贯彻国家有关方针、政策、法律和规章, 严格执行强制性国家标准和行业标准。与相关的各种基础标准相衔接, 遵循了政策性和协调同一性的原则。

## 7 作为强制性标准或推荐性标准的建议

建议将《茶青中多种农药测定》作为推荐性贵州省团体标准颁布实施，为我省茶青农药残留量测定使用。

## 8 专利及涉及知识产权情况

本标准的制定内容未涉及专利的知识产权；

发明专利：

1、《一种用气相色谱-三重四级杆二级质谱同时测定茶青中 28 种农药残留的方法》专利号：ZL 2016106653547,受理时间 2016.08.15,授权时间 2019.04.02 ；

2、《一种同时测定茶青中 124 种农药残留的方法分析的方法》专利号：ZL 2017109635390 受理时间 2017.10.17, 进入审查期；

公开发表论文：

1、QuEChERS-气相色谱-串联质谱法测定茶青中 28 种农药残留[J].农药学学报,2017,19(03):366-373.

2、LI Jun,CAI Tao,DU Nan,etal.Determination of 28 pesticide residues in fresh tea leaves using QuEChERS - gas chromatography - tandem mass spectrometry.Chinese Journal of Pesticide Science,2017 (03): 366 - 373.

## 9 重大分歧意见的处理经过

本标准在标准的起草过程充分征求政府监管部门及相关单位和专家意见和建议，通过共同讨论、协商，达成致。没有重大分歧意见。

## 10 贯彻标准的要求和措施建议

10.1 在目前各级政府非常重视食品安全的前提下，在各级政府部门的农资产品的抽查、检查中应积极利用和创造各种渠道宣贯本标准。

10.2 举办质量监督检验、科研、生产等相关人员参加的标准宣贯培训班。

## 11 废止现行有关标准的建议

本标准首次制定，无废止现行有关标准的建议。

## 12 推广应用的预期效果

通过本标准制定将逐步完善我省对茶叶质量安全风险监测依据，全面控制茶叶质量安全，提高检测技术，该标准将普及用于地区级、县级质检站，能及时、准确的为茶园提供检测数据，为提高茶叶质量安全做好第一关，为保护消费者健康和权益、促进优势特色农产品的进出口贸易、提高我省茶叶的市场竞争力，为我省打造干净茶、安全茶、放心茶。

## 13 参考文献

- [1] 韩俊英.茶叶外贸中的绿色壁垒及法律对策分析[J].福建茶叶,2016.38 (5):52-53.
- [2] 谢争珍. 中国输日茶叶贸易及影响因素研究[J]. 茶叶, 2008(04): 225-229+236.
- [3] 植物性食品中甲胺磷和乙酰甲胺磷农药残留量的测定:GB/T5009.103-2003 [S]. 北京:中国标准出版社, 2003.
- [4] 植物性食品中氯氰菊酯、氰戊菊酯和溴氰菊酯残留量的测定: GB/T5009.110-2003[S].北京:中国标准出版社,2003.
- [5] 食品中六六六、滴滴涕残留量的测定: GB/T5009.19-2008 [S].北京:中国标准出版社, 2008.
- [6] 食品中有机磷农药残留的测定: GB/T5009.20-2003 [S]. 北京:中国标准出版社, 2003.
- [7] 植物性食品中有机氯和拟除虫菊酯类农药多种残留量的测定: GB/T5009.146-2008 [S].北京:中国标准出版社,2008.
- [9] 宛晓春. 茶叶生物化学[M]. 中国农业出版社,2007
- [10] ANASTASSIADES M, LEHOTAY S J, STAJNBAHER 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]. AOAC Int, 2003, 86(2): 412 — 431.
- [11]张媛媛,张卓陈忠,等.QuEChERS 方法在茶叶农药残留检测中的应用研究进展[J].食品安全质量检测学报,2014(09):2711-2716.
- [12]易江华,段振娟,方国臻,曹梅荣,王硕.QuEChERS 方法在食品农兽药残留检测中的应用[J].中国食品学报, 2013(02): 153-158.
- [13] 袁雪婵.QuEChERS 方法及其在食品农药多残留分析中的应用[J]. 中国食品添加剂, 2009(02): 144-148.
- [14] 吴岩,姜冰,徐义刚,等.QuEChERS-液相色谱-串联质谱法同时测定果蔬中 16 种农药残留[J].色谱. 2015,33(03): 228-234
- [15] 张爱芝,王全林,曹丽丽,等.QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法测定蔬菜中 250 种农药残留[J].色谱, 2016 (02) 158-164.
- [16]褚能明,孟霞康,月琼,等.分散固相萃取-气相色谱-串联质谱法测定茉莉花茶中 86 种农药残留[J].食品科学, 2016,37 (24) :239-246.

- [17]刘腾飞,杨代凤,董明辉,等.分散固相萃取-气相色谱法测定茶鲜叶中7种拟除虫菊酯类农药残留[J].农药学学报,2015,17(5):571-578.
- [18]侯如燕,宛晓春,朱旭君.茶鲜叶中拟除虫菊酯类农药残留的检测方法[J].食品与发酵工业,2008,34(8):137-140.
- [19]食品中农药最大残留限量:GB2763-2014 中国标准书号[S].北京:中国标准出版社,2014.
- [20]绿色食品 茶叶:NY/T288-2012 [S].北京:中国标准出版社,2014.
- [21]有机茶: NY5196-2002[S].北京:中国标准出版社,2002.
- [22]绿色食品 代用茶: NY/T 2140-2015 [S].北京:中国标准出版社,2015.
- [23] VALERIA N, DANIELA D, CARMEN P, et al. Multi-residue method for the determination of organochlorine pesticides in fish feed based on a cleanup approach followed by gas chromatography-triple quadrupole tandem mass spectrometry[J]. J Chromatogr A, 2010, 1217(30): 4996-5003.
- [24]王鹏,蒋学华,王凌.LC-MS 应用于生物样品检测中基质效应的评价[J].中国新药杂志,2011,20(20):1953-1954.
- [25] MATUSZEWSKI BK, CONSTANZER ML, CHAVEZ-ENG CM. Strategies for the assessment of matrix effect in quantitative bioanalytical methods based on HPLC-MS / MS [J]. Anal Chem,2003, 75(13): 3019-3030
- [26]GB/T 1250-1989 极限数值的标示方法和判定方法
- [27]GB/T 4946-2008 气相色谱法术语
- [28]GB/T 8170-2008 数值修约规则
- [29]中华人民共和国国家标准 GB/T 1.1-2009《标准化工作导则第一部份: 标准的结构和编写规则》
- [30]中华人民共和国国家标准 GB/T 1.4《标准编写第四部份: 化学分析方法》
- [31]《统计学在化学分析测量中的应用》韩永志《全国分析测试体系的建立与完善》项目办公室 2004年10月
- [32]中华人民共和国国家标准 测试方法的精密度 通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性[S] GB/T6379-2004, 北京: 中国标准出版社 1986.
- [33]《化学分析中不确定度的评估指南》北京: 中国计量出版社 2002.
-