ICS 167.140.10
B 35

DB

深 圳 市 地 方 标 准

DB XX/ XXXXX—XXXX

茶叶中农药残留量的检测方法

Determination of pesticides residues in tea

（征求意见稿）

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

深圳市市场监督管理局　发 布

1）目　次

前言 III
1 范围 1
2 规范性引用文件 1
3 茶叶中30种农药残留量的测定　气相色谱-串联质谱法 1
3.1 原理 1
3.2 试剂和材料 1
3.3 仪器和设备 2
3.4 试样的制备与保存 2
3.5 分析步骤 2
3.6 结果计算和表述 3
3.7 精密度 3
3.8 测定低限和回收率 4
4 茶叶中16种农药残留量的测定　液相色谱-串联质谱法 4
4.1 原理 4
4.2 试剂和材料 4
4.3 仪器和设备 4
4.4 试样的制备与保存 5
4.5 分析步骤 5
4.6 结果计算和表述 6
4.7 精密度 6
4.8 测定低限和回收率 6
5 茶叶中草铵膦、草甘膦农药残留量的测定　液相色谱-串联质谱法 6
5.1 原理 6
5.2 试剂和材料 7
5.3 仪器和设备 7
5.4 试样的制备与保存 7
5.5 分析步骤 7
5.6 测定 8
5.7 结果计算和表述 9
5.8 精密度 9
5.9 测定低限和回收率 9
附　录　A （资料性附录） 茶叶中30种农药及相关化学品中文与英文名称、保留时间、监测离子对与碰撞电压 10
附　录　B （资料性附录） 茶叶中30种农药的添加浓度及回收率的实验数据 12
附　录　C （资料性附录） 茶叶中16种农药及相关化学品中文与英文名称、定性、定量离子对、锥孔

电压与碰撞能 14
附　录　D （资料性附录） 茶叶中 16 种农药的添加浓度及回收率的实验数据 15
附　录　E （资料性附录） 茶叶中草甘膦、草铵膦的添加浓度及回收率的实验数据 16

前　言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。
本标准的附录A、附录B、附录C、附录D、附录E为资料性附录。
本标准由深圳市食品药品监督管理局提出并归口。
本标准起草单位：华测检测认证集团股份有限公司、深圳市标准技术研究院。
本标准主要起草人：
本标准为首次发布。

茶叶中农药残留量的检测方法

1 范围

本标准规定了茶叶中48种农药及相关化学品（参见附录A、附录C和附录E）残留量的测定。检测方法分为3部分，共同组成本检测标准。分别为：气相色谱-串联质谱法检测苯醚甲环唑、虫螨腈等30种农药及相关化学品；液相色谱-串联质谱法检测蚍虫啉、吡蚜酮等16种农药及相关化学品；草铵膦、草甘膦经衍生后，采用液相色谱-串联质谱法检测。

本标准适用于绿茶、红茶、乌龙茶，其它茶叶可参照执行。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 茶叶中 30 种农药残留量的测定 气相色谱-串联质谱法

3.1 原理

试样用乙腈超声提取，经固相萃取柱净化，用乙腈-甲苯溶液（3+1）洗脱，溶剂交换后用气相色谱-串联质谱检测，外标法定量。

3.2 试剂和材料

3.2.1 试剂

3.2.1.1 乙腈：色谱纯。
3.2.1.2 甲苯：色谱纯。
3.2.1.3 丙酮：色谱纯。
3.2.1.4 正己烷：色谱纯。
3.2.1.5 无水硫酸钠：分析纯。用前在 650 ℃灼烧 4 h，贮于干燥器中，冷却后备用。
3.2.1.6 氯化钠：分析纯。用前在 650 ℃灼烧 4 h，贮于干燥器中，冷却后备用。

3.2.2 溶液配制

3.2.2.1 乙腈-甲苯溶液（3+1）：取 300 mL 乙腈，加入 100 mL 甲苯，摇匀备用。
3.2.2.2 丙酮-正己烷溶液（1+1）：取 200 mL 丙酮，加入 200 mL 正己烷，摇匀备用。

3.2.3 农药标准品：纯度≥95%，参见附录 A。

3.2.4 标准溶液配置

3.2.4.1 标准储备溶液

分别准确称取 5 mg-10 mg（精确至 0.1 mg）各种农药标准品分别于 10 mL 容量瓶中，用丙酮溶解并定容至刻度，标准储备液避光 0 ℃-4 ℃保存，保存期为一年。

3.2.4.2 混合标准溶液

依据每种储备液的浓度，移取一定量的单个储备液于 100 mL 容量瓶中，用丙酮定容至刻度。混合标准溶液避光 0 ℃-4 ℃保存，保存期为一个月。

3.2.4.3 基质混合标准工作曲线

取混合标准溶液配成浓度为 0.005 mg/L、0.01 mg/L、0.02 mg/L、0.050 mg/L、0.1 mg/L、0.2 mg/L 基质混合标准工作曲线。基质混合标准工作溶液应现用现配。

3.2.5 材料

3.2.5.1 微孔过滤膜（尼龙）：13 mm×0.2 μm。
3.2.5.2 CLeanert TPT 固相萃取柱：10 mL，2.0 g 或相当者。

3.3 仪器和设备

3.3.1 气相色谱—三重四级杆质谱联用仪：配有电子轰击源（EI）。
3.3.2 分析天平：感量为 0.1 mg 和 0.01 g。
3.3.3 鸡心瓶：200 mL。
3.3.4 移液器：1 mL、100 μL。
3.3.5 氮吹仪。
3.3.6 高速离心机。
3.3.7 旋转蒸发仪。
3.3.8 超声波清洗器。

3.4 试样的制备与保存

茶叶样品经粉碎机粉碎，过 20 目筛，混匀，密封并标明标记。将试样于-18 ℃冷冻保存。

3.5 分析步骤

3.5.1 提取

称取 2 g 试样（精确至 0.001 g），加入 15 mL 乙腈溶液，超声提取 30 min，加入 1g NaCl，振荡 1 min，10 000 r/min 离心 5 min，取上清液移入鸡心瓶中。残渣用 15 mL 乙腈重复提取一次，离心，合并两次提取液，40 ℃水浴旋转浓缩至 1 mL 左右，待净化。

3.5.2 净化

在 Cleanet TPT 固相萃取柱中加入约 2 cm 高的无水硫酸钠，用 10 mL 乙腈-甲苯溶液（3+1）预洗 Cleanet TPT 固相萃取柱，弃去流出液。下接鸡心瓶，放入固定架上。将 3.5.1 中待净化液转至 Cleanet TPT 固相萃取柱中，用 2 mL 乙腈-甲苯溶液（3+1）洗涤样液瓶，重复三次，并将洗涤液移入柱中。在 Cleanet TPT 柱中加上 50 mL 储液器，用 25 mL 乙腈-甲苯溶液（3+1）洗涤柱子，合并于鸡心瓶中，并在 40 ℃水浴中旋转浓缩至近干。

3.5.3 定容

用 2 mL 丙酮-正己烷溶液（1+1）溶解残渣，经 0.2 μm 微孔滤膜过滤后，供气相色谱-串联质谱测定。

3.5.4 测定

3.5.4.1 气相色谱-串联质谱参考条件

a) 色谱柱：DB-5MS UI 毛细管柱（5%苯基甲基聚硅氧烷，30 m×0.250 mm×0.25 μm）或者相当；
b) 色谱柱升温程序：60 ℃保持 2 min，然后以 16 ℃/min 程序升温至 150 ℃，再以 10 ℃/min 升至 200 ℃，再以 3 ℃/min 升至 220 ℃，再以 25 ℃/min 升温至 300 ℃，保持 8 min；
c) 载气：氦气，纯度≥99.999%，流速 1.0 mL/min；
d) 进样口温度：290 ℃；
e) 进样量：1 μL；
f) 进样方式：无分流进样，1.5 min 后打开分流阀和隔垫吹扫阀；
g) 电子轰击源：70 eV；
h) 离子源温度：230 ℃；
i) 质谱传输接口温度：280 ℃；
j) 溶剂延迟：6 min；
k) 质谱监测模式：多反应监测（MRM）。30 种农药及相关化学品保留时间、监测离子对、碰撞电压参见附录 A。

3.5.4.2 定性测定

进行样品测定时，如果检出的色谱峰的保留时间与标准品相一致，并且在扣除背景后的样品质谱图中，所选择的离子均出现，而且所选择的离子丰度比与标准样品的离子丰度比相一致（相对丰度>50%，允许±20%偏差；相对丰度>20%-50%，允许±25%偏差；相对丰度>10%-20%，允许±30%偏差；相对丰度≤10%，允许±50%偏差），则可判断样品中存在这种农药或相关化学品。

3.5.4.3 定量测定

本方法采用外标法定量测定。为减少基质的影响，定量用标准溶液应采取基质混合标准工作溶液，待测化合物浓度应该在标准曲线线性范围内。

3.5.5 平行试验

按以上试验步骤对同一样品进行平行测定。

3.5.6 空白试验

除不加试样外，均按上述步骤进行。

3.6 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按式（1）计算试样中待测农药的残留量：

$$X_i = \frac{c_i \times V}{m} \times \frac{1000}{1000} \times F \quad \text{.....（1）}$$

式中：

X_i——试样中农药 i 残留量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c_i——从标准曲线上查出的试样溶液中农药 i 的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V——样液最终定容体积，单位为毫升（mL）；

m——最终样液所代表的试样质量，单位为克（g）；

F——稀释倍率。

计算结果应扣除空白值，测定结果用平行测定的算术平均值表示，保留两位有效数字。

3.7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

3.8 测定低限和回收率

3.8.1 测定低限

本方法中的 30 种农药及相关化学品测定低限均为 0.01 mg/kg。

3.8.2 添加浓度范围及回收率

本方法中 30 种农药及相关化学品的添加浓度及回收率参见附录 B。

4 茶叶中 16 种农药残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

4.1 原理

试样用乙腈超声提取，浓缩提取液，经 QuEChERS 净化，旋蒸至近干，用乙腈-水溶液（3+2）溶解残渣，用液相色谱-串联质谱检测，外标法定量。

4.2 试剂和材料

4.2.1 水为符合 GB/T 6682 中规定的一级水。

4.2.2 试剂

4.2.1.1 乙腈：色谱纯。
4.2.1.2 甲醇：色谱纯
4.2.1.3 氯化钠：化学纯。
4.2.1.4 无水硫酸镁：化学纯，用前在 650 ℃灼烧 4 h，贮于干燥器中，冷却后备用。
4.2.1.5 无水乙酸钠：化学纯，用前在 650 ℃灼烧 4 h，贮于干燥器中，冷却后备用。
4.2.1.6 乙二胺-N-丙基硅烷化硅胶（PSA）：40-60 μm。
4.2.1.7 十八烷基硅烷键合硅胶（C18）：40-60 μm。
4.2.1.8 石墨化碳黑（GCB)：40-120 μm。
4.2.1.9 农药标准品：纯度≥95%，参见附录 C。

4.2.3 标准溶液配制

4.2.2.1 标准储备溶液

分别准确称取 5 mg-10 mg（精确至 0.1 mg）各种农药标准品分别于 10 mL 容量瓶中，用甲醇溶解并定容至刻度，标准储备液避光-18 ℃保存，保存期为一年。

4.2.2.2 混合标准溶液

依据每种储备液的浓度，移取一定量的单个储备液于 100 mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度。混合标准溶液避光 0 ℃-4 ℃保存，保存期为一个月。

4.2.2.3 基质混合标准工作曲线

取混合标液，配成浓度为 5、10、20、50、100、200 μg/L 基质混标标准工作曲线。基质混标标准工作溶液应现用现配。

4.2.4 材料

4.2.3.1 微孔过滤膜（尼龙）：13 mm×0.2 μm。

4.3 仪器和设备

4.3.1 液相色谱-串联质谱仪：配有电喷雾离子源（ESI）。
4.3.2 分析天平：感量为 0.1 mg 和 0.01 g。
4.3.3 鸡心瓶：200 mL。
4.3.4 移液器：1 mL，100 μL。
4.3.5 超声振荡器。
4.3.6 旋转蒸发仪。
4.3.7 高速离心机。

4.4 试样的制备与保存

茶叶样品经粉碎机粉碎，过 20 目筛，混匀，密封并标明标记。将试样于-18 ℃冷冻保存。

4.5 分析步骤

4.5.1 提取

称取 2 g 试样（精确至 0.001 g），加水 5mL 浸泡 30min。加入 15 mL 乙腈，超声 30min，加入 2 g 氯化钠、3 g 无水硫酸镁、1 g 无水乙酸钠，混匀。10 000 r/min 离心 5 min，取上清液移入鸡心瓶中。残渣用 15 mL 乙腈重复提取一次，合并两次提取液。45 ℃水浴，旋转浓缩至 2mL，待净化。

4.5.2 净化

将 4.5.1 中的待净化液转移至装有 QuEChERS 粉末（60mg PSA+60mg C18+60mg GCB)的离心管中，涡旋混合 2 min，10 000 r/min 离心 5 min。取上清液，45 ℃水浴，旋转浓缩至近干。

4.5.3 定容

用 1 mL 乙腈-水溶液（3+2）溶解残渣，经 0.2 μm 微孔滤膜过滤后，供液相色谱-串联质谱测定。

4.5.4 测定

4.5.4.1 液相色谱-质谱测定条件

a) 色谱柱：XBrid ge® BEH C18 2.5 μm，2.1×100 mm Column 或者相当；
b) 柱　温：40 ℃；
c) 进样量：5 μL；
d) 流　速：0.3 mL/min；
e) 流动相：乙腈+4 mmol 乙酸铵水溶液（含 0.1%甲酸），梯度洗脱程序见表 1。

表1　梯度洗脱程序

时间/min	乙腈/%	4 mmol 乙酸铵水溶液（含 0.1%甲酸）
0.0	10	90
0.5	10	90
2.0	90	10
2.5	90	10
4.5	10	90
6.0	10	90

f) 离子源：ESI；
g) 扫描方式：正离子扫描；

h） 检测方式：多反应监测 MRM；

i） 雾化气、气帘气、辅助加热气、碰撞气均为高纯氮气或其他合适气体，使用前应调节各气体流量以使质谱灵敏度达到检测要求；

j） 16 种农药及相关化学品的离子对、锥孔电压和碰撞能量参见附录 C。

4.5.4.2 定性测定

在相同的实验条件下进行样品测定时，如果检出的色谱峰的保留时间与标准品一致，并且在扣除背景后的样品质谱图中，所选择的离子均出现，而且所选择的离子丰度比与标准样品的离子丰度比相一致（相对丰度>50%，允许±20%偏差；相对丰度>20%-50%，允许±25%偏差；相对丰度>10%-20%，允许±30%偏差；相对丰度≤10%，允许±50%偏差），则可判断样品中存在这种农药或相关化学品。

4.5.4.3 定量测定

本方法采用外标法定量测定。为减少基质的影响，定量用标准溶液应采取基质混合标准工作溶液，待测化合物浓度应该在标准曲线线性范围内。

4.5.5 平行试验

按以上试验步骤对同一样品进行平行测定。

4.5.6 空白试验

除不加试样外，均按上述步骤进行。

4.6 结果计算和表述

液相色谱-串联质谱测定采用标准曲线法定量，外标法定量按式（2）计算试样中待测农药的残留量：

$$X_{\mathrm{i}} = \frac{(c_i \times v)}{m} \times \frac{1000}{1000} \times \mathrm{F} \quad \cdots\cdots（2）$$

式中：

X_i——试样中农药 i 残留量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c_i——从标准曲线上查出的试样溶液中农药 i 的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V——样液最终定容体积，单位为毫升（mL）；

m——最终样液所代表的试样质量，单位为克（g）；

F——稀释倍率。

计算结果应扣除空白值，测定结果用平行测定的算术平均值表示，保留两位有效数字。

4.7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

4.8 测定低限和回收率

4.8.1 测定低限

本方法中的 16 种化合物测定低限均为 0.01 mg/kg。

4.8.2 添加浓度范围及回收率

本方法中 16 种农药的添加浓度及回收率参见附录 D。

5 茶叶中草铵膦、草甘膦农药残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

5.1 原理

用水提取后，二氯甲烷净化，固相萃取小柱除杂，使用芴甲氧羰酰氯衍生，供液相色谱-串联质谱仪检测，外标法定量。

5.2 试剂和材料

5.2.1 除另有规定外，所有试剂均为分析纯，水为符合 GB/T 6682 中规定的一级水。

5.2.2 试剂

5.2.1.1 乙酸乙酯：色谱纯。
5.2.1.2 二氯甲烷：分析纯。
5.2.1.3 甲醇：分析纯。

5.2.3 溶液配制

5.2.2.1 5%四硼酸钠溶液：称取 10 g 四硼酸钠，溶解于 200 mL 水中摇匀即得。
5.2.2.2 1.0g/L 衍生化试剂：称取 0.20 g 芴甲氧羰酰氯，溶解于 200 mL 丙酮摇匀即得。

5.2.4 草铵膦、草甘膦标准品：纯度≥98%。

5.2.5 标准溶液配置

5.2.4.1 标准储备溶液

分别准确称取 0.012 5 g（精确到 0.00 001 g）草铵膦、草甘膦于 25 mL 容量瓶，加水溶解定容至刻度，装于塑料瓶中，置于-18 ℃冰箱避光保存，有效期 1 年。

5.2.4.2 混合标准溶液

依据每种储备液的浓度，移取一定量的单个储备液于 25 mL 容量瓶中，用水定容至刻度。混合标准溶液避光 0 ℃-4 ℃保存，保存期为一个月。

5.2.4.3 基质混合标准工作曲线

取混合标准溶液配成草铵膦、草甘膦的浓度分别为 0、5、10、20、40、50、100、200 μg/L 基质混合标准工作曲线。基质混合标准工作溶液应现用现配。

5.3 仪器和设备

5.3.1 液相色谱-串联质谱仪，配电喷雾（ESI）离子源。
5.3.2 分析天平：感量 0.1 mg 和 0.01 g。
5.3.3 容量瓶：10 mL 到 100 mL。
5.3.4 涡旋混合器。
5.3.5 带螺盖的离心试管：50 mL 和 15 mL。
5.3.6 高速离心机离心机。
5.3.7 固相萃取小柱：Oasis HLB（3 mL,60 mg）或相当者。

5.4 试样的制备与保存

茶叶样品经粉碎机粉碎，过 20 目筛，混匀，密封并标明标记。将试样于-18 ℃冷冻保存。

5.5 分析步骤

5.5.1 提取

称取 1 g（精确至 0.01 g），加入 20 mL 水溶液，涡旋振荡 5 min，超声提取 30min，以 10000 r/min 离心 10 min，取上清液净化。

5.5.2 净化

将 5.5.1 中的溶液加入二氯甲烷溶液 20 mL，涡旋振荡 10 min。以 10000 r/min 离心 5 min，弃去下层二氯甲烷层，待衍生化。

5.5.3 衍生化

准确吸取 5.5.2 中已净化好的提取液 2 mL 于至 Oasis HLB（3 mL,60 mg）小柱（小柱活化：3mL 甲醇淋洗，3 mL 活化）。收集流出液并压干。取 1 mL 收集液于 15 mL 离心管中加入 400 μL 5%四硼酸钠溶液，调节 pH 至 9.5，再加入 3 mL 1 g/L 衍生化试剂，涡旋混匀，室温静置反应 2 h 后，加入 6 mL 乙酸乙酯，涡旋混匀，以 5 000 r/min 离心 5 min，取下层溶液过 0.22 μm 孔径滤膜，供液相色谱质谱联用仪测试。

另取 1.00 mL 标准工作液体（5.2.4.3），与试液同步进行衍生。

5.6 测定

5.6.1 液相色谱-串联质谱测定条件

a） 色谱柱：XBrid ge® BEH C18 2.5 μm，2.1×100 mm Column 或者相当者；
b） 流速：0.3 mL/min；
c） 进样量：5 μL；
d） 洗脱条件：梯度洗脱条件见表 2；
e） 分析时间：4.5 min。

表2 草铵膦、草甘膦梯度洗脱表

流速/（mL/min）	时间/min	水/%	乙腈/%
0.3	0	95	5
0.3	0.5	95	5
0.3	1	5	95
0.3	3.5	5	95
0.3	4.0	95	5
0.3	5.0	95	5

f） 离子源：ESI；
g） 扫描方式：正离子扫描；
h） 检测方式：多反应监测 MRM；
i） 雾化气、气帘气、辅助加热气、碰撞气均为高纯氮气或其他合适气体；使用前应调节各气体流量以使质谱灵敏度达到检测要求；
j） 草铵膦、草甘膦：离子对、锥孔电压和碰撞能量见表 3。

表3 草铵膦、草甘膦质谱参数

名称	母离子	锥孔电压(V)	子离子	碰撞能（V）
草甘膦	392.0	44.0	88.0	18
			214.0	11
草铵膦	404.0	28.0	136.1	25
			208.2	10

5.6.2 定性测定

在相同的实验条件下进行样品测定时，如果检出的色谱峰的保留时间与标准品一致，并且在扣除背景后的样品质谱图中，所选择的离子均出现，而且所选择的离子丰度比与标准样品的离子丰度比相一致（相对丰度>50%，允许±20%偏差；相对丰度>20%-50%，允许±25%偏差；相对丰度>10%-20%，允许±30%偏差；相对丰度≤10%，允许±50%偏差），则可判断样品中存在这种农药或相关化学品。

5.6.3 定量测定

本方法采用外标法定量测定。为减少基质的影响，定量用标准溶液应采取基质混合标准工作溶液，待测化合物浓度应该在标准曲线线性范围内。

5.6.4 平行试验

按以上试验步骤对同一样品进行平行测定。

5.6.5 空白试验

除不加试样外，均按上述步骤进行。

5.7 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按式（3）计算试样中待测农药的残留量：

$$Xi = \frac{ci \times v}{m} \times F \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots（3）$$

式中：

X——试样中草铵膦、草甘膦残留量的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C——基质标准溶液中草铵膦、草甘膦的质量浓度，单位为克每升（mg/L）；

V——试样定容体积，单位为毫升（mL）；

m——用于分析的试样质量，单位为毫克（mg）；

F——稀释倍率；

计算结果应扣除空白值，测定结果用平行测定的算术平均值表示，保留两位有效数字。

5.8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

5.9 测定低限和回收率

5.9.1 测定低限

草甘膦测定低限为 0.1 mg/kg；草铵膦测定低限为 0.05 mg/kg。

5.9.2 添加浓度范围及回收率

本方法中草甘膦、草铵膦的添加浓度及回收率参照附录 E。

附　录　A

（资料性附录）

茶叶中 30 种农药及相关化学品中文与英文名称、保留时间、监测离子对与碰撞电压

序号	中文名称		英文名称	保留时间（min）	母离子	子离子	碰撞电压(V)
1	苯醚甲环唑		Difenoconazole	26.22，26.29	265	139	36
					265	202.1	16
2	虫螨腈		Chlorfenapyr	19.94	136.9	102	12
					248.9	137.1	18
3	哒螨灵		Pyridaben	24.21	147.1	119.1	8
					147.1	132.1	12
4	氟氯氰菊酯		Cyfluthrin	24.47，24.55 24.60，24.64	163	91.1	12
					163	127.1	6
5	氟氰戊菊酯		Flucythrinate	24.90,25.08	157	107.1	12
					199.1	157.1	8
6	甲胺磷		Methamidophos	8.45	141	79	20
					141	94.8	8
7	甲拌磷		Phorate	13.26	75	47	8
					121	65	8
8	甲基对硫磷		Parathion-methyl	15.72	124.9	47	12
					124.9	79	6
9	甲基硫环磷		Phosfolan-methyl	16.28	168	109	8
					92	91	5
10	甲氰菊酯		Fenpropathrin	22.9	97.1	55.1	6
					181	151.9	22
11	喹螨醚		Fenazaquin	23.04	145	117	12
					160	145	8
12	联苯菊酯		Bifenthrin	22.76	165.1	163.6	24
					181	179	12
13	硫丹	α-硫丹	alhpa-Endos uLfan	19.58	194.7	125	22
					194.7	159.4	8
		β-硫丹	beta-Endos uLfan	21.21	158.9	123	12
					194.7	159	8
		硫丹硫酸盐	Endos uLfan-S uLfate	22.02	238.7	203.9	12
					271.7	236.8	12
14	氯氟氰菊酯		Cyhalothrin	23.31，23.44	180.9	152	22
					197.1	141.1	10
15	氯菊酯		Permethrin	24.04，24.14	183	165.1	10
					183	168.1	10
16	氯氰菊酯		Cypermethrin	24.76，24.65	163	91.1	12
				24.94，25.18	163	127.1	6
17	氯唑磷		Isazofos	13.69	118.9	76	18
					161	119	8

序号	中文名称		英文名称	保留时间（min）	母离子	子离子	碰撞电压(V)
18	氰戊菊酯		Fenvalerate	25.67，25.90	125	89.3	20
					167	125	10
19	噻螨酮		Hexythiazox	19.33	184	59	20
					184	149	6
20	噻嗪酮		Buprofezin	20.62	190	175	8
					305	190	6
21	三氯杀螨醇		Dicofol	17.25	111	74.9	12
					139	111	12
22	杀螟硫磷		Fenitrothion	16.45	125	79	8
					277	260	6
23	水胺硫磷		Isocarbophos	16.92	121.1	65	14
					136	108	12
24	特丁硫磷		Terbufos	14.18	230.9	174.9	12
					230.9	203	8
25	溴氰菊酯		Deltamethrin	26.56，26.87	181	152.1	22
					252.8	172	8
26	氧乐果		Omethoate	12.19	109.8	62.9	24
					109.8	64	16
27	乙酰甲胺磷		Acephate	10.59	95.5	65.4	8
					136	94	12
28	六六六	α-六六六	Alpha-HCH	13.41	182.8	146.7	12
					218.8	183	8
		β-六六六	Beta-HCH	14.05	180.9	145	14
					218.7	183	8
		γ-六六六	Gama-HCH	14.15	180.9	109	26
					180.9	145	14
		δ-六六六	Delta-HCH	14.75	182.8	146.7	14
					218.8	182.9	8
29	滴滴涕	p,p´-滴滴涕	4,4’-DDT	22.08	235	165.1	22
					235	199.5	10
		o,p´-滴滴涕	2,4'-DDT	21.42	235	165.1	22
					235	199.5	10
		p,p´-滴滴伊	4,4’-DDE	19.72	246	176.1	28
					317.8	248	18
		p,p´-滴滴滴	4,4'-DDD	21.49	235	165.1	20
					235	199	14
30	灭线磷		Ethoprophos	11.74	157.9	96.9	16
					157.9	113.9	6

注：部分化合物存在异构体，存在多个异构体峰的保留时间。

附　录　B
（资料性附录）
茶叶中 30 种农药的添加浓度及回收率的实验数据

单位：%

序号	中文名称		低水平添加			中水平添加			高水平添加		
			0.01 mg/kg			0.02 mg/kg			0.1 mg/kg		
			绿茶	红茶	乌龙茶	绿茶	红茶	乌龙茶	绿茶	红茶	乌龙茶
1	苯醚甲环唑		102.9	108.1	92.8	105.4	105.4	95.6	102.6	106.6	92.7
2	虫螨腈		107.6	102.8	99.6	104.8	100.2	95.5	93.4	108.3	86.1
3	哒螨灵		105.5	104.6	110.9	102.5	103.2	112.0	96.5	101.0	108.6
4	氟氯氰菊酯		96.7	103.2	90.6	98.3	94.9	92.4	96.6	99.8	89.0
5	氟氰戊菊酯		100.9	101.5	101.2	100.0	98.4	105.5	84.1	105.7	91.1
6	甲胺磷		89.3	100.7	101.2	95.6	98.2	104.5	93.0	103.3	102.7
7	甲拌磷		90.4	98.0	95.7	94.0	90.1	100.3	91.1	95.4	97.0
8	甲基对硫磷		104.5	99.7	91.6	100.6	93.5	90.5	89.1	102.9	80.5
9	甲基硫环磷		99.9	100.7	95.3	104.6	99.3	98.1	103.6	108.4	96.2
10	甲氰菊酯		102.9	105.7	92.6	100.5	109.2	90.8	87.3	85.5	83.1
11	喹螨醚		104.5	100.7	98.2	107.2	98.2	101.1	105.4	97.6	99.2
12	联苯菊酯		96.4	107.3	103.2	97.4	99.3	107.9	97.1	88.7	111.0
13	硫丹	α-硫丹	99.9	102.1	102.9	96.2	94.7	99.5	90.4	101.2	94.0
		β-硫丹	98.2	102.1	88.6	102.7	93.8	93.9	106.3	101.4	97.2
		硫丹硫酸酯	95.0	97.9	98.1	104.0	103.2	106.3	91.9	105.2	95.7
14	氯氟氰菊酯		110.2	104.5	99.0	108.9	99.3	99.5	101.9	94.9	92.8
15	氯菊酯		102.9	109.7	89.4	99.3	100.4	87.7	92.0	101.8	83.8
16	氯氰菊酯		99.3	101.4	95.6	104.8	120.9	99.5	97.9	88.1	94.4
17	氯唑磷		105.8	106.4	104.5	108.1	105.8	99.5	92.7	99.9	106.1
18	氰戊菊酯		102.6	106.0	96.0	105.2	106.2	96.3	95.9	108.3	89.5
19	噻螨酮		96.4	101.9	103.8	101.5	100.4	109.4	98.9	105.0	105.2
20	噻嗪酮		98.1	111.4	90.4	108.3	105.5	100.6	108.1	97.4	100.9
21	三氯杀螨醇		101.2	105.9	105.8	102.0	94.8	110.0	90.8	97.9	99.6
22	杀螟硫磷		104.1	103.4	105.5	104.6	101.1	106.1	93.9	103.8	95.4
23	水胺硫磷		100.4	108.8	96.8	102.7	98.1	98.0	97.5	99.8	93.7
24	特丁硫磷		86.1	93.9	91.0	93.7	94.1	98.0	85.4	100.0	90.1
25	溴氰菊酯		99.8	108.4	90.6	104.9	101.5	94.1	106.1	103.3	94.5
26	氧乐果		106.7	100.0	104.7	106.1	101.7	106.1	108.8	110.4	107.1
27	乙酰甲胺磷		91.5	100.3	89.7	103.7	100.6	97.4	98.8	109.3	93.5
28	六六六	α-六六六	90.1	96.6	81.9	104.5	95.6	92.1	99.5	108.1	87.0
		β-六六六	94.4	107.0	82.6	104.8	101.3	90.9	100.6	112.1	84.7
		γ-六六六	90.5	97.4	97.5	102.8	96.2	110.4	90.8	105.9	97.5
		δ-六六六	95.0	102.3	103.9	100.3	101.8	109.8	93.6	105.8	103.3
29	滴滴涕	p,p'-DDT	96.9	105.9	86.7	104.9	99.1	89.3	102.3	98.3	87.8
		o,p'-DDT	97.8	103.5	107.2	105.0	100.7	108.3	93.1	109.0	102.4
		p,p'-DDE	92.3	102.8	93.0	99.5	98.8	100.7	93.3	107.9	94.7

序号	中文名称	低水平添加			中水平添加			高水平添加		
		0.01 mg/kg			0.02 mg/kg			0.1 mg/kg		
		绿茶	红茶	乌龙茶	绿茶	红茶	乌龙茶	绿茶	红茶	乌龙茶
	p,p'-DDD	98.4	105.6	99.0	104.6	98.5	106.6	93.6	111.6	95.8
30	灭线磷	92.9	97.8	94.2	100.2	98.5	101.6	90.6	104.0	92.3

附　录　C

（资料性附录）

茶叶中 16 种农药及相关化学品中文与英文名称、定性、定量离子对、锥孔电压与碰撞能

序号	中文名		英文名称	定量离子	定性离子	锥孔电压(V)	碰撞能(V)
1	吡虫啉		Imidacloprid	256.07/175.02	256.07/209.02	18	20；18
2	吡蚜酮		Pymetrozine	218.1/79	218.1/105	31	19；20
3	除虫脲		Diflubenzuron	311.16/140.89	311.16/157.96	24	32；14
4	敌百虫		Trichlorfon	257.03/109.24	257.03/221.01	21	18；11
5	丁醚脲		Diafenthiuron	385.12/277.7	385.12/328.7	28	35；15
6	啶虫脒		Acetamiprid	223.1/89.85	223.1/125.74	22	34；20
7	多菌灵		Carbendazim	192.1/131.84	192.1/159.82	28	28；18
8	克百威	克百威	Carbofuran	222.1/123	222.1/165.1	28	16；16
		3-羟基克百威	3-Hydroxycarbofuran	238.1/135.1	238.1/181	18	20；12
9	硫环磷		Phosfolan	256.1/140	256.1/168	25	24；16
10	氯噻啉		Imidaclothiz	264/122.28	264/180.93	16	26；14
11	灭多威		Methomyl	163.1/82.26	163.1/106.41	12	8；10
12	内吸磷		Demeton	259.1/61	259.1/89	30	35；28
13	噻虫嗪		Thiamethoxam	292.1/131.5	292.1/211.2	15	20；11
14	杀螟丹		Cartap	238.16/73.17	238.16/150.3	20	25；15
15	辛硫磷		Phoxim	299.1/96.9	299.1/129	17	27；40
16	茚虫威		Indoxacarb	528.15/218	528.15/249.1	15	23；18

附　录　D
（资料性附录）
茶叶中 16 种农药的添加浓度及回收率的实验数据

单位：%

序号	中文名称		低水平添加			中水平添加			高水平添加		
			0.01 mg/kg			0.02 mg/kg			0.1 mg/kg		
			绿茶	红茶	乌龙茶	绿茶	红茶	乌龙茶	绿茶	红茶	乌龙茶
1	吡虫啉		98.7	93.6	95.2	98.9	93.5	89.1	101	94.7	86.3
2	吡蚜酮		93.2	89.6	85.3	95.7	89.6	85.7	92.5	89.5	90.2
3	除虫脲		96.1	87.4	88.9	95.2	86.5	87.1	93.4	90.2	91.0
4	敌百虫		68.7	70.3	65.3	69.8	67.2	71.5	69.1	68.2	73.4
5	丁醚脲		93.5	91.4	87.3	90.6	93.2	91.5	90.2	85.3	87.1
6	啶虫脒		99.0	93.5	88.7	100	96.2	91.7	99.6	89.7	88.4
7	多菌灵		89.2	91.5	92.8	93.7	89.2	90.6	94.5	90.7	92.6
8	克百威	克百威	95.3	89.7	91.2	98.1	92.4	90.3	94.2	91.7	90.8
		3-羟基克百威	76.2	69.5	71.8	80.6	76.3	75.2	82.1	79.3	76.5
9	硫环磷		96.5	98.6	103	95.7	94.2	97.1	93.4	96.7	98.2
10	氯噻啉		91.6	87.6	89.5	93.6	87.9	91.3	88.6	94.2	92.5
11	灭多威		89.7	86.5	87.2	91.4	85.9	88.6	84.6	87.2	89.1
12	内吸磷		83.6	75.8	68.9	87.2	76.2	67.5	86.5	75.2	76.9
13	噻虫嗪		78.5	69.4	67.8	79.2	65.7	66.9	73.4	65.9	68.2
14	杀螟丹		76.2	68.1	73.5	69.7	65.9	67.2	73.4	68.1	69.3
15	辛硫磷		74.2	65.4	63.8	76.5	68.2	69.3	72.9	65.3	69.4
16	茚虫威		75.2	68.3	65.1	73.2	69.5	71.8	76.8	69.4	67.5

附　录　E

（资料性附录）

茶叶中草甘膦、草铵膦的添加浓度及回收率的实验数据

单位：%

序号	中文名称	低水平添加			中水平添加			高水平添加		
		0.1 mg/kg			0.2 mg/kg			1 mg/kg		
		绿茶	红茶	乌龙茶	绿茶	红茶	乌龙茶	绿茶	红茶	乌龙茶
1	草甘膦	83.2	78.4	76.2	85.6	79.4	77.8	87.3	80.2	81.4
2	草铵膦	82.9	75.9	78.6	84.1	82.6	81.5	85.7	82.3	81.6