《茶叶中戊硝酚、消螨酚、毒菌酚残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》

团体标准编制说明

1 任务来源

2022 年 4 月 18 日，海峡两岸茶业交流协会 2022 年度团体标准立项（2022 年第 6 号（总第 39 号））文件批准《茶叶中戊硝酚、消螨酚、毒菌酚残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》团体标准立项，计划完成时间为 2023 年 4 月 18 日。《茶叶中戊硝酚、消螨酚、毒菌酚残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》团体标准由海峡两岸茶业交流协会归口，福建省产品质量检验研究院、武夷星茶叶有限公司、福建华祥苑股份有限公司、福建品品香茶业有限公司、国家茶叶质量监督检验中心(福建)、宁德市产品质量检验所、武夷山市食品卫生监督检验中心、熹茗茶业集团、桃渊茗茶叶科学研究所有限公司、厦门市产品质量监督检验院、福建农林大学等单位共同起草与编制。

2 编制原则和依据

2.1 编制原则

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》、GB/T 1.2-2020《 标准化工作导则 第 2 部分：以 ISO/IEC 标准化文件为基础的标准化文件起草规则的规定》以及 GB/T 20001.4-2015 《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》起草，采用转化国家标准，注重方法的科学性、准确性和可操作性，

方法建立在科学研究、验证、充分使用基础上。

2.2 编制依据

GB 2763-2021 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量

3 主要编制过程

3.1 申请立项

2022 年 4 月，由福建省产品质量检验研究院向海峡两岸茶业交流协会提出团体标准立项申请，于 2022 年 4 月 18 日获准立项。

3.2 项目启动会议

2022 年 5 月，标准工作组召开项目启动会。主要内容是交流、总结茶叶中戊硝酚、消螨酚、毒菌酚残留检测技术;展示标准制修订可行性方案、讨论标准制修订技术难点、要点;制定工作计划，明确任务，落实分工;经初步的讨论、分析，确定了标准制订的原则和技术路线，并形成了本标准的标准草案。

3.3 组织方法验证

2022 年 8 月，福建省产品质量检验研究院联系 4 家机构展开标准验证工作，8 月完成了系统的标准验证试验，收回有效《团体标准验证报告》4 份。

3.4 编写标准文本征求意见稿和编制说明

2022 年 8 月，编制小组与福建省茶产业标准化技术委员会、宁德市产品质量检验所、武夷星茶业有限公司、福建品品香茶业有限公司、福建华祥苑股份有限公司等单位召开标准研讨会，对标准内容进行讨论、修改，形成标准征求意见稿。同时通过全国团体标准信息平台以及同行专家向全社会相关专业人士征求意见。

2022 年 9 月，根据征求意见情况进行修改形成标准报批稿，申请标准的审定。

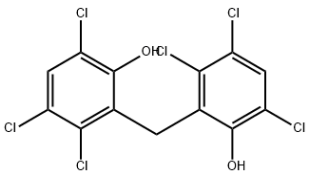
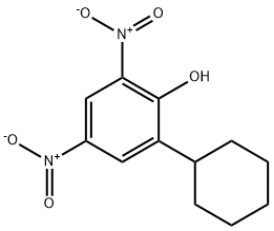
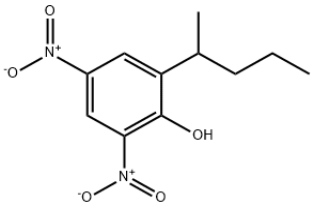
4 编制目的和意义

毒菌酚，为白色结晶性粉末，溶于醇、醚、丙酮、氯仿、丙二醇、橄榄油、棉籽油和稀碱液，不溶于水。与皮肤接触和吞食是有毒的，对水生生物有极高毒性，可能在水生环境中造成长期不利影响。

戊硝酚，原药为乳白色晶体，熔点 39.5-41.5 ℃，沸点 100 ℃(0.02 mmHg)，水中溶解度 242 mg/L(25 ℃)，能溶于乙醇、乙醚、丙酮、氯仿等有机溶剂，在强酸强碱条件下分解。

消螨酚，原药为浅黄色结晶，熔点 106 ℃。几乎不溶于水，溶于有机溶剂和乙酸中，可与胺类或碱金属离子生成水溶性盐。是胃毒和触杀性杀虫杀螨剂，有杀卵作用。吸入、皮肤接触和不慎吞咽有毒。对水生生物有极高毒性，可能在水生环境中造成长期不利影响。

表 1 毒菌酚、消螨酚、戊硝酚的 CAS 号、分子式、结构式及分子量

名称	英文名	CAS	分子式	结构式	分子量
毒菌酚	Hexachlorophene	70-30-4	$C_{13}H_6Cl_6O_2$		406.9
消螨酚	Dinex	131-89-5	$C_{12}H_{14}N_2O_5$		266.25
戊硝酚	Dinosam	4097-36-3	$C_{11}H_{14}N_2O_5$		254.24

目前我国最新版食品安全国家标准 GB 2763-2021《食品中农药最大残留限量标准》规定了茶叶中毒菌酚、戊硝酚和消螨酚的临时限量，但未规定与之配套的检测方法。现行标准中仅 GB/T 29673-2013《化妆品中六氯酚的测定 高效液相色谱法》可用于毒菌酚的测定，但该标准的适用范围为膏霜、水剂等化妆品，且标准定量限为 20 mg/kg，远高于茶叶中毒菌酚 0.01 mg/kg 的临时限量要求，而戊硝酚和消螨酚则无现行检测标准。

充分考虑促进福建省茶产业发展的需要，保障茶产品质量，推动我省茶产业持续发展，依照《海峡两岸茶业交流协会标准管理办法（试行）》，根据海峡两岸茶业交流协会团体标准制修订立项申请规定，特制定本标准。

5 分析方法原理和技术路线

最新发布的多残留检测标准 GB 23200.113-2018《食品安全国家标准 植物源性食品中 208 种农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱-质谱联用法》和 GB 23200.121-2021《食品安全国家标准 植物源性食品中 331 种农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱-质谱联用法》包括对茶叶样品的检测，但是所测农药列表中均不包括毒菌酚、戊硝酚、消螨酚。

由于许多农药在理化性质上具有相通性，GB 23200.113-2018《食品安全国家标准 植物源性食品中 208 种农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱-质谱联用法》、GB 23200.121-2021《食品安全国家标准 植物源性食品中 331 种农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱-质谱联用法》以及可用于测定相似酚类化合物如特乐酚、地乐酚的 SN/T 4591-2016《出口水果蔬菜中脱落酸等 60 种农药残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法》等现有检验标准可为本标准提供参考信息。

本标准在充分收集、研究相关标准及资料的基础上，结合本实验

室的条件和本方法的技术特点进行试验，在论证了方法的灵敏度、准确性、线性范围和应用范围的前提下，通过反复研究和分析，建立了液相色谱-串联质谱法测定茶叶中毒菌酚、戊硝酚、消螨酚残留量，该方法具有灵敏度高、检出限低、选择性好、易于普及等优点，可满足 GB 2763-2021 对茶叶中毒菌酚、戊硝酚、消螨酚残留量的限量要求。

6 标准的结构和内容

本标准由封面、前言、正文构成。正文内容包括：范围、规范性引用文件、原理、试剂与材料、仪器和设备、分析步骤、定量限、回收率和精密度。

6.1 范围

本标准规定了绿茶、红茶、白茶、乌龙茶中戊硝酚、消螨酚、毒菌酚残留量的液相色谱-质谱联用测定方法。

本标准适用于绿茶、红茶、白茶、乌龙茶中戊硝酚、消螨酚、毒菌酚残留量的定性鉴别及定量测定，其它茶叶可参照执行。

6.2 原理

试样用乙腈提取，提取液经分散固相萃取净化，液相色谱-质谱联用仪检测，外标法定量。

6.3 检测方法

建立了液相色谱-串联质谱法用于毒菌酚、戊硝酚、消螨酚残留量的测定

6.3.1 样品的前处理方法

6.3.1.1 传统 QuEChERS 净化法

称取 2 g 试样（精确至 0.01 g）于 50 mL 具塞离心管中，加 10 mL 水涡旋混匀，静置 30 min。加入 10 mL 乙腈、6 g 无水硫酸镁、1.5 g

乙酸钠及 1 颗陶瓷均质子，盖上离心管盖，剧烈震荡 1 min 后 4200 r/min 离心 5 min。吸取一定量上清液至内含除水剂和净化材料的塑料离心管中（每毫升提取液使用 150 mg 无水硫酸镁、50 mg C18、50 mg PSA 和 25 mg GCB），涡旋混匀 1 min。4200 r/min 离心 5 min，吸取上清液过微孔滤膜（4.5.5），用于测定。

6.3.1.2 自动 QuEChERS 净化法

2 g 试样（精确到 0.01 g）于 50 mL 具塞离心管，放入全自动 QuEChERS 实验仪中，设置实验方案（样品中加入 10 mL 超纯水及 1 颗陶瓷均质子，剧烈震荡 1 min，加入 10 mL 乙腈，剧烈震荡 3min，再加入 6 g 无水硫酸镁、1.5 g 乙酸钠，涡旋混匀后离心。取 4 mL 样液至含 600 mg 无水硫酸镁、200 mg C18、200 mg PSA 和 100 mg GCB 的 QuEChERS 净化管中，剧烈振荡 1 min 后离心。），运行实验方案，待仪器停止后取出净化管，取上清液过微孔滤膜（4.5.5），用于测定。

6.3.2 液相色谱参考条件

a）色谱柱：T3 柱（2.1×50 mm，1.8 mm）

b）流动相：A 相为水（含 10 mmol/L 乙酸铵），B 相为甲醇。流动相梯度条件见表 1；

c）流速：0.4 mL/min。

d）柱温：40℃。

e）进样量：5 μL。

表 2 流动相及梯度洗脱程序

时间（min）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0	60	40
0.5	60	40
3.0	10	90
5.0	10	90
5.1	60	40
6.5	60	40

6.3.3 质谱参考条件

a) 离子源类型：电喷雾离子源

b）扫描方式：负模式扫描

c）电喷雾电压：-4500 V

d）离子源温度：550 ℃

e）雾化气：50 psi

f）辅助加热气：50 psi

g）气帘气：35 psi

h）多反应监测：每种农药分别选择一对定量离子，一对定性离子。每组所有需要检测离子对按照出峰顺序，分时段分别检测。各化合物保留时间、定量离子对、定性离子对和离子对质谱参数见表 3。各化合物多反应监测（MRM）色谱图参见图 1~图 3。

表 3 各目标物保留时间、母离子、子离子、去簇电压、碰撞能

目标物	保留时间（min）	母离子（m/z）	子离子（m/z）	去簇电压（V）	碰撞能(V)
戊硝酚	3.20	253.2	133.8*/192.8	-60	-60/-34
消螨酚	3.29	265.5	190.0*/218.0	-80	-48/-40
毒菌酚	4.13	404.9	194.9*/196.9	-50	-36/-36
*：定量离子					

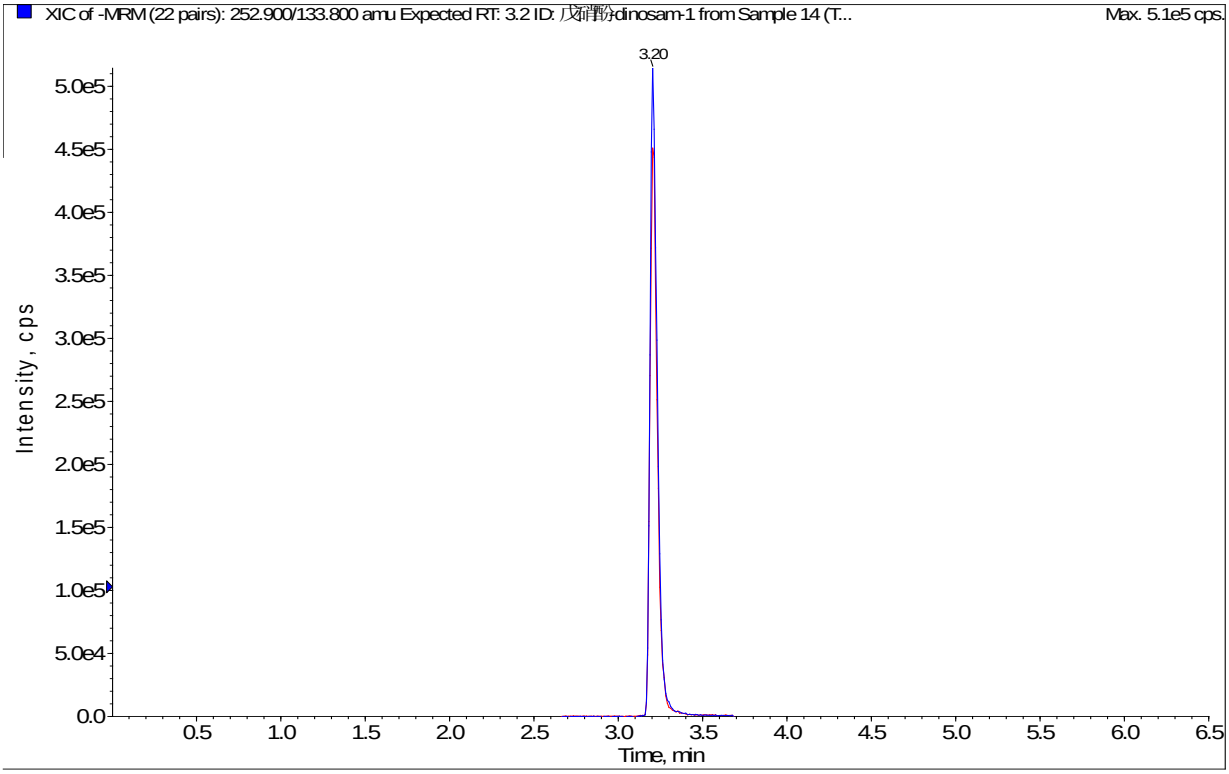


图 1 戊硝酚多反应监测（MRM）色谱图

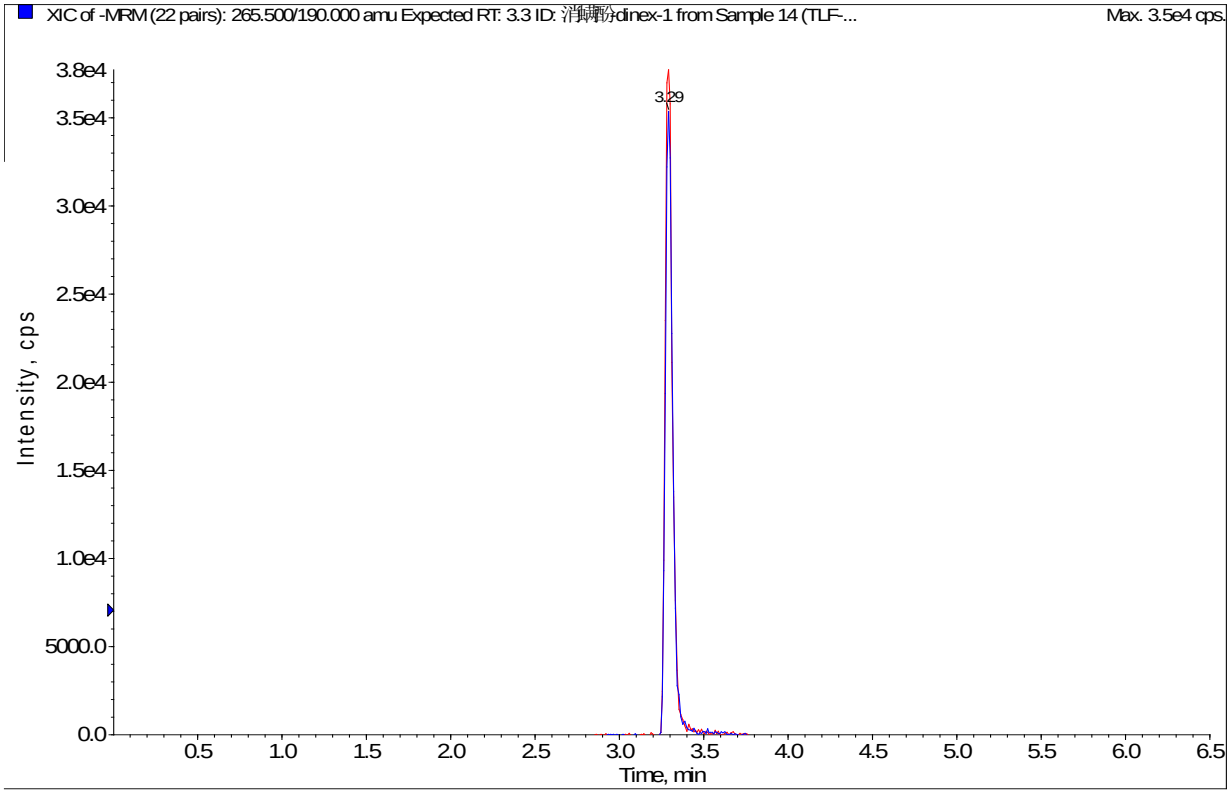


图 2 消螨酚多反应监测（MRM）色谱图

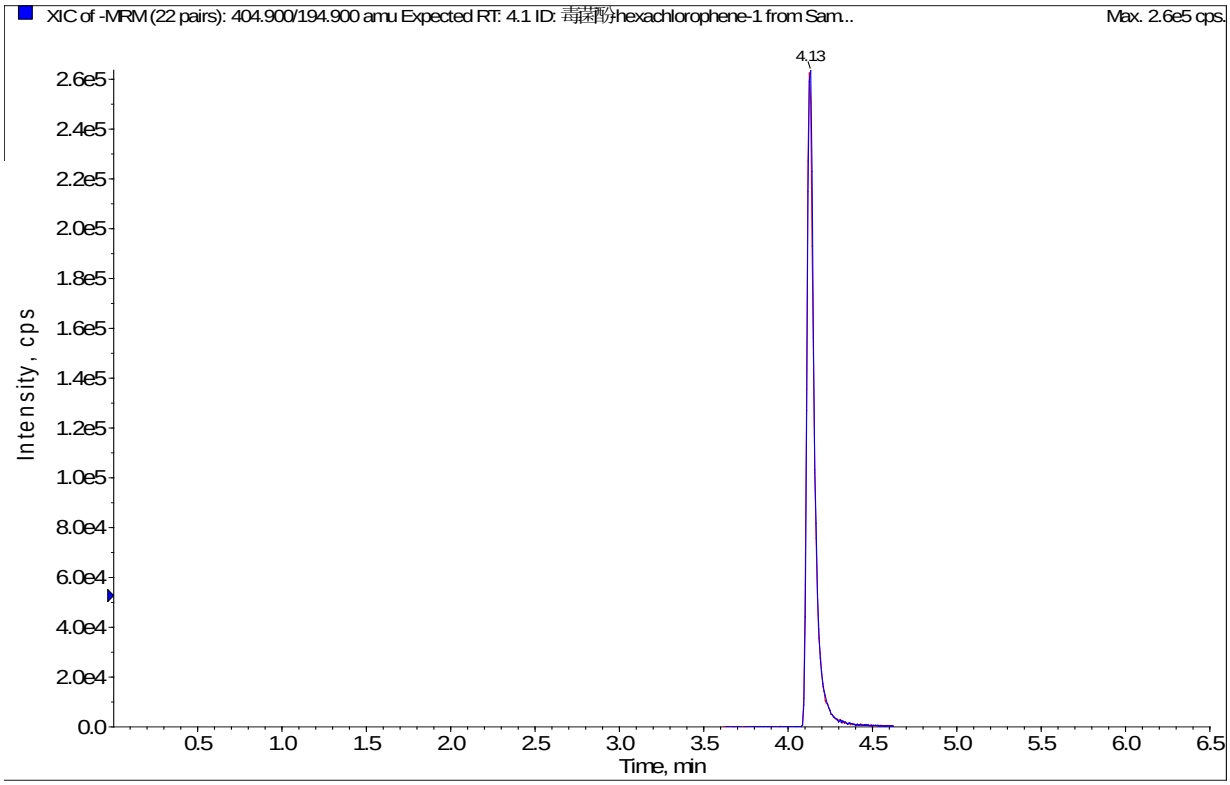


图. 3 毒菌酚多反应监测（MRM）色谱图

6.3.4 基质匹配标准工作曲线

精确吸取一定量的混合标准溶液，逐级用空白基质溶液释成质量浓度为 0.0005 mg/L、0.0010 mg/L、0.0025 mg/L、0.0050mg/L、0.0100 mg/L、0.0250 mg/L、0.0500 mg/L 的标准工作溶液，供液相色谱-质谱联用仪测定。以农药定量离子峰面积为纵坐标，农药标准溶液质量浓度为横坐标，绘制标准曲线。

表 4 回归参数

化合物	回归方程	相关系数（R）	线性范围（ng/mL）
戊硝酚	y = 3.96412e5 x + 5491.00219	0.99685	0.5~50
消螨酚	y = 14759.55232 x + 896.15039	0.99716	
毒菌酚	y = 9.54391e4 x + -118.96211	0.99321	

6.3.5 方法的检出限和定量限

选择空白样品基质 6 个平行样，分别添加定量限浓度水平进行实验，见图 4~6。

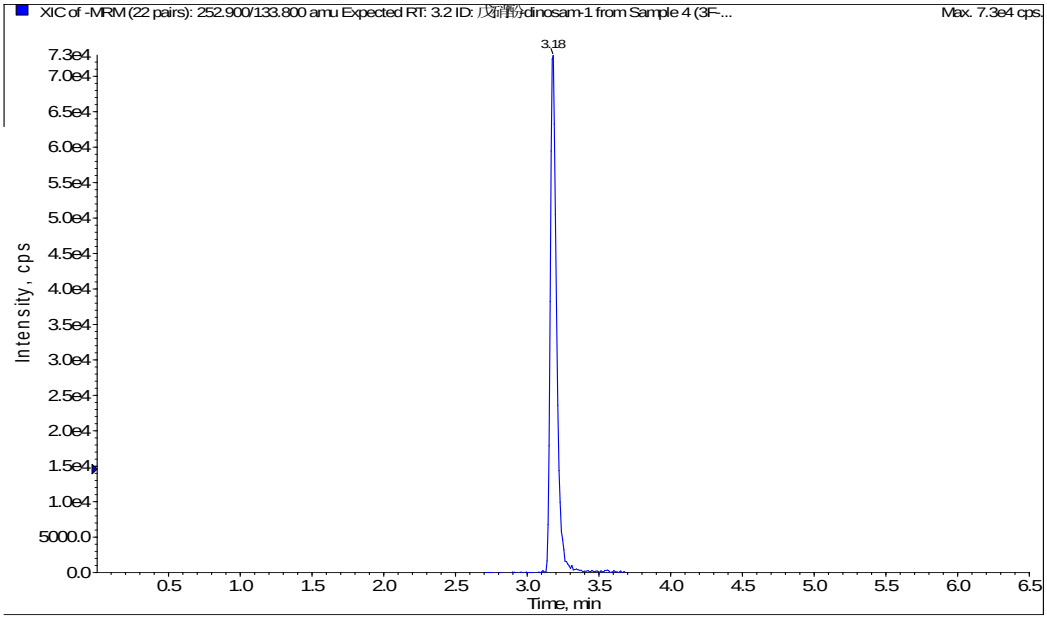


图 4 乌龙茶中添加 0.002 mg/kg 戊硝酚的色谱峰图

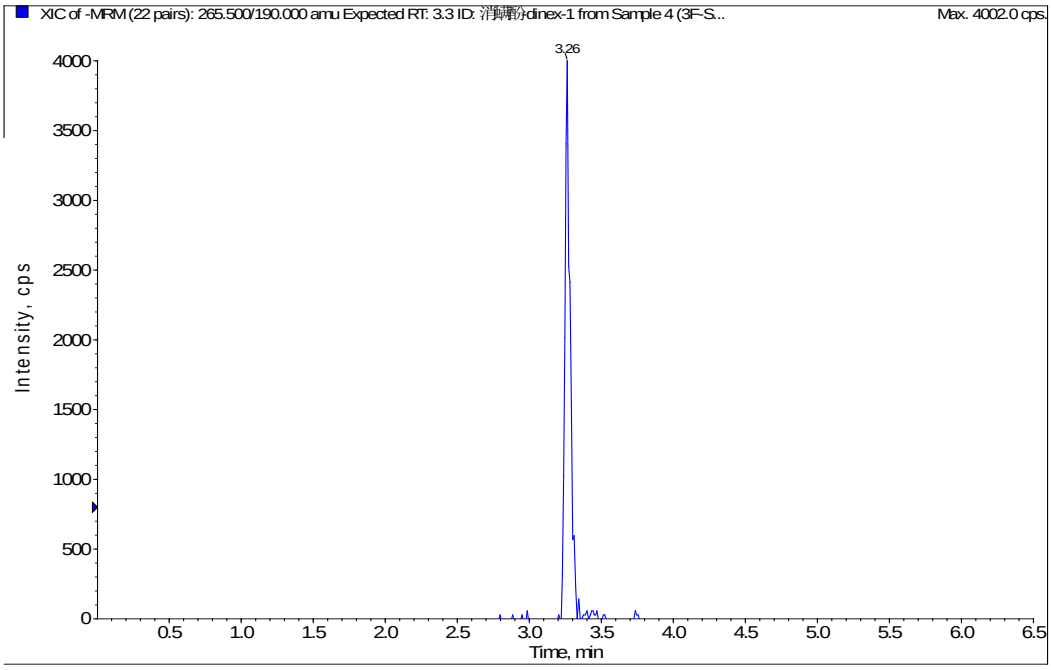


图 5 乌龙茶中添加 0.005 mg/kg 消螨酚的色谱峰图

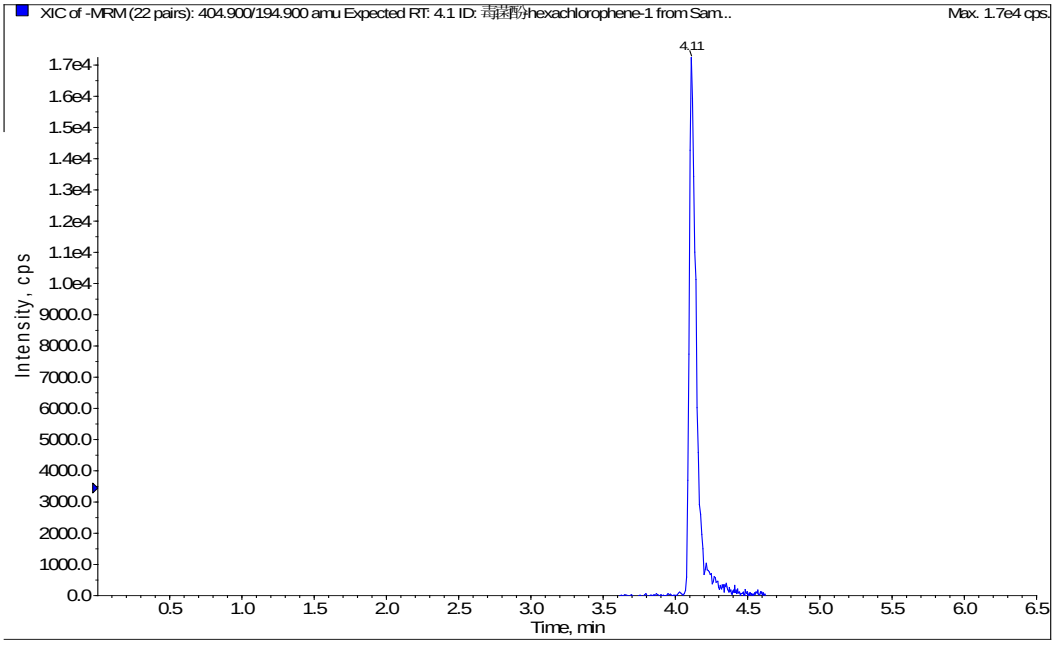


图 6 乌龙茶中添加 0.002 mg/kg 毒菌酚的色谱峰图

6.4 技术指标和试验验证

6.4.1 实验室内准确度与精密度试验

分别称取 2.0 g 空白样品（白茶、红茶、绿茶、乌龙茶），在基质中加入混合标准溶液，加标水平分别为一倍定量限、二倍定量限、十倍定量限，每个加标水平平行测定 6 次，计算样品含量、回收率以及相对标准偏差，结果详见表 5~7。结果表明，以茶叶为基质，回收率在 64.8%~101.6%之间，RSD 均小于 10%；回收率和精密度符合 GB/T 27404-2008 的要求。

表 5 白茶、红茶、绿茶、乌龙茶中戊硝酚添加回收试验-传统 QuEChERS 净化法

项目	加标量 (mg/kg)	绿茶				红茶				白茶				乌龙茶			
		实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）
戊硝酚	0.002	0.00143	71.4	69.0	2.2	0.00144	72.2	71.0	1.2	0.00146	72.8	74.1	1.6	0.00132	65.9	64.8	1.5
		0.00140	70.1			0.00142	70.8			0.00151	75.5			0.00128	64.2		
		0.00134	67.2			0.00140	69.8			0.00152	75.8			0.00127	63.5		
		0.00136	68.0			0.00143	71.4			0.00147	73.7			0.00131	65.7		
		0.00138	69.0			0.00143	71.6			0.00147	73.5			0.00128	64.2		
		0.00136	68.1			0.00141	70.4			0.00147	73.7			0.00130	65.1		
	0.004	0.00289	72.2	73.4	1.5	0.00296	74.1	76.1	2.2	0.00308	76.9	78.2	1.3	0.00291	72.8	73.4	2.1
		0.00293	73.1			0.00296	74.0			0.00308	77.0			0.00302	75.6		
		0.00289	72.3			0.00309	77.3			0.00316	78.9			0.00296	74.0		
		0.00299	74.7			0.00307	76.7			0.00315	78.7			0.00285	71.2		
		0.00294	73.5			0.00308	76.9			0.00317	79.1			0.00290	72.6		
		0.00298	74.6			0.00311	77.7			0.00314	78.6			0.00298	74.5		
	0.020	0.01521	76.0	76.2	0.5	0.01746	87.3	86.9	1.0	0.01815	90.8	87.7	2.1	0.01612	80.6	80.3	2.2
		0.01514	75.7			0.01730	86.5			0.01779	88.9			0.01637	81.8		
		0.01532	76.6			0.01751	87.6			0.01731	86.6			0.01657	82.9		
		0.01517	75.9			0.01706	85.3			0.01717	85.8			0.01598	79.9		
		0.01534	76.7			0.01751	87.5			0.01736	86.8			0.01571	78.6		
		0.01520	76.0			0.01748	87.4			0.01749	87.5			0.01567	78.4		

表 6 白茶、红茶、绿茶、乌龙茶中消螨酚添加回收试验-传统 QuEChERS 净化法

项目	加标量 (mg/kg)	绿茶				红茶				白茶				乌龙茶			
		实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）
消螨酚	0.005	0.00429	85.7	77.1	8.0	0.00421	84.2	81.3	3.7	0.00417	83.3	74.8	6.0	0.00408	81.5	77.3	5.6
		0.00409	81.8			0.00410	81.9			0.00354	70.7			0.00392	78.3		
		0.00369	73.8			0.00407	81.3			0.00373	74.6			0.00409	81.8		
		0.00392	78.3			0.00418	83.6			0.00361	72.2			0.00386	77.1		
		0.00376	75.2			0.00378	75.6			0.00364	72.8			0.00376	75.2		
		0.00341	68.1			0.00405	81.0			0.00376	75.2			0.00351	70.2		
	0.010	0.00837	83.7	80.4	5.2	0.00864	86.4	84.5	7.2	0.00835	83.5	84.1	5.0	0.00910	91.0	89.7	3.3
		0.00839	83.9			0.00856	85.6			0.00831	83.1			0.00894	89.3		
		0.00738	73.8			0.00801	80.0			0.00885	88.4			0.00891	89.0		
		0.00829	82.9			0.00776	77.6			0.00891	89.0			0.00864	86.4		
		0.00768	76.7			0.00824	82.4			0.00827	82.7			0.00879	87.8		
		0.00813	81.3			0.00948	94.8			0.00777	77.7			0.00949	94.9		
	0.050	0.04179	83.6	82.2	2.6	0.05098	102.0	101.1	4.0	0.05155	103.1	101.6	3.3	0.04893	97.9	98.8	5.8
		0.04155	83.1			0.05158	103.2			0.05097	101.9			0.05428	108.6		
		0.04264	85.3			0.05296	105.9			0.05088	101.7			0.05077	101.5		
		0.04035	80.7			0.05170	103.4			0.05291	105.8			0.04893	97.8		
		0.03975	79.5			0.04782	95.6			0.05082	101.6			0.04676	93.5		
		0.04046	80.9			0.04839	96.8			0.04781	95.6			0.04668	93.3		

表 7 白茶、红茶、绿茶、乌龙茶中毒菌酚添加回收试验-传统 QuEChERS 净化法

项目	加标量 (mg/kg)	绿茶				红茶				白茶				乌龙茶			
		实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）
毒菌酚	0.002	0.00134	66.8	68.3	1.5	0.00146	73.2	70.1	2.6	0.00160	80.0	79.1	2.8	0.00151	75.6	67.3	7.1
		0.00140	69.8			0.00140	70.1			0.00162	80.9			0.00140	69.9		
		0.00136	67.8			0.00141	70.5			0.00163	81.5			0.00126	63.0		
		0.00137	68.3			0.00139	69.3			0.00159	79.7			0.00133	66.5		
		0.00137	68.4			0.00139	69.6			0.00152	76.1			0.00128	64.1		
		0.00137	68.7			0.00135	67.7			0.00153	76.7			0.00129	64.5		
	0.004	0.00285	71.2	71.5	2.2	0.00319	79.7	81.6	1.5	0.00334	83.6	84.0	1.6	0.00324	81.0	82.8	2.7
		0.00292	73.0			0.00327	81.7			0.00334	83.4			0.00338	84.5		
		0.00290	72.5			0.00333	83.2			0.00342	85.6			0.00326	81.4		
		0.00286	71.4			0.00326	81.6			0.00343	85.7			0.00322	80.5		
		0.00274	68.6			0.00323	80.8			0.00332	83.0			0.00332	83.1		
		0.00289	72.3			0.00330	82.4			0.00331	82.8			0.00345	86.2		
	0.020	0.01598	79.9	80.3	1.1	0.01939	97.0	98.2	1.5	0.01954	97.7	98.8	1.7	0.01867	93.3	94.3	3.2
		0.01611	80.6			0.01999	99.9			0.02027	101.3			0.01921	96.0		
		0.01577	78.9			0.01979	99.0			0.01981	99.0			0.01987	99.4		
		0.01619	81.0			0.01936	96.8			0.01991	99.5			0.01871	93.5		
		0.01625	81.2			0.01942	97.1			0.01925	96.2			0.01820	91.0		
		0.01606	80.3			0.01992	99.6			0.01978	98.9			0.01847	92.4		

表 8 白茶、红茶、绿茶、乌龙茶中戊硝酚添加回收试验-自动 QuEChERS 净化法

项目	加标量 (mg/kg)	绿茶				红茶				白茶				乌龙茶			
		实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）
戊硝酚	0.002	0.00157	78.4	74.8	4.2	0.00148	73.9	74.1	2.9	0.00142	71.2	76.0	3.6	0.00144	72.2	76.1	4.7
		0.00142	71.2			0.00155	77.7			0.00156	78.0			0.00158	79.2		
		0.00152	76.2			0.00149	74.5			0.00150	74.8			0.00149	74.6		
		0.00155	77.3			0.00143	71.3			0.00157	78.6			0.00144	72.1		
		0.00142	70.8			0.00146	72.9			0.00152	76.2			0.00159	79.5		
		0.00150	75.0			0.00149	74.3			0.00155	77.4			0.00158	79.2		
	0.004	0.00320	79.9	78.9	3.0	0.00315	78.7	77.8	2.9	0.00317	79.2	78.9	2.7	0.00321	80.2	79.2	2.3
		0.00328	82.0			0.00302	75.6			0.00318	79.4			0.00319	79.8		
		0.00324	81.1			0.00319	79.8			0.00321	80.2			0.00310	77.5		
		0.00305	76.3			0.00301	75.2			0.00303	75.7			0.00322	80.5		
		0.00307	76.7			0.00307	76.9			0.00310	77.4			0.00323	80.7		
		0.00311	77.6			0.00322	80.5			0.00327	81.7			0.00305	76.3		
	0.020	0.01745	87.2	83.6	3.1	0.01677	83.8	87.8	3.4	0.01696	84.8	88.3	3.9	0.01827	91.4	89.4	2.9
		0.01596	79.8			0.01730	86.5			0.01731	86.6			0.01830	91.5		
		0.01663	83.1			0.01828	91.4			0.01840	92.0			0.01801	90.0		
		0.01643	82.1			0.01738	86.9			0.01808	90.4			0.01708	85.4		
		0.01673	83.7			0.01735	86.7			0.01688	84.4			0.01820	91.0		
		0.01712	85.6			0.01827	91.3			0.01826	91.3			0.01737	86.8		

表 9 白茶、红茶、绿茶、乌龙茶中消螨酚添加回收试验-自动 QuEChERS 净化法

项目	加标量 (mg/kg)	绿茶				红茶				白茶				乌龙茶			
		实测值 (mg/kg)	回收率(%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）
消螨酚	0.005	0.00362	72.4	77.5	9.8	0.00356	71.3	78.4	7.2	0.00423	84.7	76.6	5.7	0.00387	77.4	80.9	8.0
		0.00384	76.7			0.00422	84.4			0.00362	72.4			0.00408	81.5		
		0.00430	86.1			0.00366	73.2			0.00370	73.9			0.00449	89.8		
		0.00351	70.2			0.00378	75.7			0.00380	76.0			0.00418	83.6		
		0.00360	71.9			0.00416	83.1			0.00390	78.0			0.00352	70.5		
		0.00438	87.6			0.00413	82.5			0.00375	75.0			0.00413	82.7		
	0.010	0.00787	78.7	77.8	3.7	0.00753	75.3	77.6	2.9	0.00814	81.4	79.1	2.7	0.00820	82.0	78.5	4.4
		0.00730	73.0			0.00787	78.7			0.00779	77.9			0.00825	82.5		
		0.00777	77.7			0.00816	81.6			0.00771	77.1			0.00767	76.7		
		0.00795	79.5			0.00779	77.9			0.00765	76.5			0.00734	73.4		
		0.00813	81.3			0.00762	76.2			0.00811	81.1			0.00794	79.4		
		0.00765	76.5			0.00762	76.2			0.00804	80.4			0.00773	77.3		
	0.050	0.04358	87.2	84.6	4.2	0.04677	93.5	90.7	5.5	0.04644	92.9	89.1	5.7	0.04664	93.3	88.8	5.6
		0.04164	83.3			0.04798	96.0			0.04259	85.2			0.04180	83.6		
		0.04389	87.8			0.04340	86.8			0.04227	84.5			0.04775	95.5		
		0.03910	78.2			0.04678	93.6			0.04213	84.3			0.04192	83.8		
		0.04316	86.3			0.04138	82.8			0.04603	92.1			0.04511	90.2		
		0.04230	84.6			0.04581	91.6			0.04792	95.8			0.04312	86.2		

表 10 白茶、红茶、绿茶、乌龙茶中毒菌酚添加回收试验-自动 QuEChERS 净化法

项目	加标量 (mg/kg)	绿茶				红茶				白茶				乌龙茶			
		实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）
毒菌酚	0.002	0.00145	72.6	74.4	3.6	0.00140	70.0	76.2	4.8	0.00155	77.4	76.0	5.6	0.00144	72.0	77.8	3.8
		0.00154	77.1			0.00152	76.0			0.00141	70.5			0.00156	78.2		
		0.00154	76.9			0.00158	78.8			0.00158	78.8			0.00156	78.1		
		0.00141	70.4			0.00158	79.2			0.00158	78.9			0.00160	79.9		
		0.00147	73.7			0.00148	74.0			0.00160	79.8			0.00158	79.1		
		0.00152	75.9			0.00158	79.2			0.00141	70.7			0.00159	79.6		
	0.004	0.00321	80.1	78.1	2.8	0.00318	79.5	79.6	2.9	0.00306	76.5	78.0	4.0	0.00308	76.9	78.6	2.1
		0.00312	78.0			0.00321	80.3			0.00326	81.5			0.00319	79.8		
		0.00311	77.7			0.00320	79.9			0.00307	76.8			0.00324	81.0		
		0.00324	81.1			0.00327	81.8			0.00329	82.3			0.00314	78.5		
		0.00301	75.3			0.00324	80.9			0.00303	75.9			0.00313	78.4		
		0.00306	76.6			0.00301	75.3			0.00300	75.0			0.00307	76.8		
	0.020	0.01605	80.3	81.8	2.8	0.01813	90.7	86.7	4.2	0.01859	92.9	86.6	4.3	0.01690	84.5	87.3	3.1
		0.01606	80.3			0.01833	91.6			0.01660	83.0			0.01783	89.1		
		0.01609	80.5			0.01664	83.2			0.01763	88.2			0.01777	88.8		
		0.01724	86.2			0.01676	83.8			0.01671	83.6			0.01715	85.7		
		0.01627	81.3			0.01735	86.8			0.01743	87.2			0.01694	84.7		
		0.01639	81.9			0.01688	84.4			0.01698	84.9			0.01820	91.0		

7 实验室间验证情况

7.1 验证样品的制作

本次验证试验共使用了 4 种茶叶基质样品（绿茶、红茶、白茶、乌龙茶）。在称取的空白基质茶叶中加入混合标准溶液，充分摇匀，验证实验采取 3 水平 6 平行实验。

7.2 验证结果

本标准邀请了国家茶叶质量监督检验中心(福建)、宁德市产品质量检验所、厦门市产品质量监督检验院、武夷山市食品卫生监督检验中心，四家实验室利用该检测方法对 4 种茶叶基质进行 3 个浓度水平（n=6）的加标实验。实验结果无异常值（见表 11~表 22），平均加标回收率为 63.5%~101.0%，相对标准偏差均不高于 10%。

表 11 白茶、红茶、绿茶、乌龙茶中戊硝酚验证结果-国家茶叶质量监督检验中心(福建)（传统 QuEChERS 净化法）

项目	加标量 (mg/kg)	绿茶				红茶				白茶				乌龙茶			
		实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）
戊硝酚	0.002	0.00154	77.1	77.8	1.1	0.00173	86.3	86.0	2.0	0.00179	89.6	89.9	0.5	0.00158	78.8	79.1	1.3
		0.00155	77.6			0.00167	83.5			0.00179	89.3			0.00158	78.8		
		0.00156	78.1			0.00174	87.2			0.00179	89.7			0.00160	80.0		
		0.00154	77.1			0.00176	87.8			0.00181	90.6			0.00156	77.9		
		0.00155	77.7			0.00174	87.1			0.00181	90.3			0.00157	78.4		
		0.00159	79.3			0.00168	84.2			0.00180	89.8			0.00161	80.6		
	0.004	0.00318	79.4	80.8	3.9	0.00359	89.9	93.6	3.3	0.00362	90.6	93.3	4.4	0.00338	84.5	81.8	3.2
		0.00317	79.3			0.00383	95.8			0.00401	100.1			0.00338	84.4		
		0.00320	79.9			0.00384	96.0			0.00362	90.5			0.00323	80.7		
		0.00320	79.9			0.00358	89.4			0.00360	90.1			0.00312	78.1		
		0.00316	79.0			0.00380	95.0			0.00386	96.5			0.00320	80.0		
		0.00349	87.2			0.00383	95.8			0.00369	92.3			0.00332	83.1		
	0.020	0.01696	84.8	84.2	1.5	0.01926	96.3	95.5	1.7	0.01925	96.3	96.5	0.2	0.01757	87.8	88.8	0.8
		0.01659	82.9			0.01900	95.0			0.01926	96.3			0.01764	88.2		
		0.01692	84.6			0.01939	96.9			0.01925	96.3			0.01786	89.3		
		0.01658	82.9			0.01947	97.3			0.01934	96.7			0.01778	88.9		
		0.01673	83.7			0.01862	93.1			0.01929	96.4			0.01798	89.9		
		0.01724	86.2			0.01884	94.2			0.01935	96.8			0.01774	88.7		

表 12 白茶、红茶、绿茶、乌龙茶中消螨酚验证结果-国家茶叶质量监督检验中心(福建)（传统 QuEChERS 净化法）

项目	加标量 (mg/kg)	绿茶				红茶				白茶				乌龙茶			
		实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）
消螨酚	0.005	0.00349	69.7	70.3	1.0	0.00397	79.3	78.6	1.1	0.00412	82.4	82.3	0.9	0.00351	70.1	69.9	1.7
		0.00354	70.8			0.00387	77.4			0.00416	83.2			0.00350	70.0		
		0.00354	70.7			0.00395	79.0			0.00416	83.2			0.00348	69.6		
		0.00353	70.6			0.00399	79.7			0.00409	81.8			0.00341	68.1		
		0.00346	69.1			0.00393	78.6			0.00407	81.3			0.00347	69.4		
		0.00354	70.7			0.00389	77.8			0.00410	82.0			0.00359	71.8		
	0.010	0.00744	74.4	74.8	0.5	0.00855	85.5	87.3	2.7	0.00849	84.9	87.6	6.9	0.00689	68.8	71.9	5.2
		0.00753	75.3			0.00854	85.4			0.00959	95.9			0.00771	77.1		
		0.00746	74.6			0.00862	86.2			0.00835	83.5			0.00736	73.6		
		0.00747	74.6			0.00863	86.3			0.00838	83.8			0.00668	66.8		
		0.00751	75.1			0.00890	89.0			0.00827	82.7			0.00742	74.2		
		0.00750	75.0			0.00914	91.4			0.00948	94.8			0.00711	71.0		
	0.050	0.04149	83.0	80.9	2.1	0.04497	89.9	90.6	0.5	0.04515	90.3	89.3	1.2	0.04286	85.7	84.9	0.9
		0.04149	83.0			0.04546	90.9			0.04425	88.5			0.04257	85.1		
		0.04032	80.6			0.04508	90.2			0.04440	88.8			0.04259	85.2		
		0.03946	78.9			0.04540	90.8			0.04463	89.3			0.04194	83.9		
		0.04030	80.6			0.04537	90.7			0.04537	90.7			0.04207	84.1		
		0.03972	79.4			0.04543	90.9			0.04406	88.1			0.04280	85.6		

表 13 白茶、红茶、绿茶、乌龙茶中毒菌酚验证结果-国家茶叶质量监督检验中心(福建)（传统 QuEChERS 净化法）

项目	加标量 (mg/kg)	绿茶				红茶				白茶				乌龙茶			
		实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）
毒菌酚	0.002	0.00139	69.7	70.3	1.0	0.00153	76.5	71.2	3.7	0.00152	75.8	75.3	3.2	0.00150	75.2	75.2	1.4
		0.00142	70.8			0.00140	69.8			0.00158	79.1			0.00151	75.4		
		0.00141	70.7			0.00139	69.5			0.00147	73.7			0.00153	76.5		
		0.00141	70.6			0.00142	71.0			0.00147	73.5			0.00149	74.5		
		0.00138	69.1			0.00142	70.8			0.00146	72.8			0.00152	76.1		
		0.00141	70.7			0.00140	69.8			0.00154	76.8			0.00147	73.7		
	0.004	0.00304	76.1	77.5	6.2	0.00304	76.0	77.5	3.6	0.00345	86.2	84.7	2.0	0.00335	83.9	84.7	2.8
		0.00302	75.5			0.00314	78.5			0.00344	85.9			0.00338	84.4		
		0.00302	75.6			0.00305	76.4			0.00330	82.5			0.00344	86.0		
		0.00302	75.5			0.00328	81.9			0.00339	84.8			0.00323	80.6		
		0.00300	75.1			0.00314	78.4			0.00330	82.6			0.00349	87.2		
		0.00349	87.2			0.00295	73.8			0.00344	86.0			0.00345	86.2		
	0.020	0.01544	77.2	78.3	1.7	0.01789	89.4	88.8	0.6	0.01759	87.9	87.6	0.6	0.01814	90.7	89.9	0.9
		0.01560	78.0			0.01771	88.5			0.01768	88.4			0.01814	90.7		
		0.01578	78.9			0.01771	88.5			0.01758	87.9			0.01777	88.9		
		0.01530	76.5			0.01769	88.5			0.01743	87.1			0.01790	89.5		
		0.01577	78.8			0.01764	88.2			0.01749	87.5			0.01808	90.4		
		0.01605	80.3			0.01787	89.4			0.01739	87.0			0.01788	89.4		

表 14 白茶、红茶、绿茶、乌龙茶中戊硝酚验证结果-宁德市产品质量检验所（传统 QuEChERS 净化法）

项目	加标量 (mg/kg)	绿茶				红茶				白茶				乌龙茶			
		实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）
戊硝酚	0.002	0.00157	78.5	78.4	1.2	0.00170	84.8	85.6	1.6	0.00180	90.1	89.8	0.6	0.00150	75.2	77.0	2.2
		0.00155	77.6			0.00173	86.3			0.00178	89.0			0.00154	77.0		
		0.00154	77.0			0.00176	87.9			0.00180	90.2			0.00152	76.0		
		0.00158	79.2			0.00170	85.0			0.00178	89.2			0.00157	78.7		
		0.00158	78.8			0.00171	85.4			0.00180	89.8			0.00159	79.4		
		0.00159	79.4			0.00168	84.1			0.00181	90.4			0.00152	76.1		
	0.004	0.00319	79.7	80.7	2.5	0.00358	89.6	90.8	1.2	0.00354	88.6	91.2	2.7	0.00341	85.2	83.9	2.1
		0.00319	79.8			0.00368	92.0			0.00376	94.1			0.00332	83.1		
		0.00321	80.2			0.00358	89.4			0.00358	89.4			0.00340	85.0		
		0.00323	80.9			0.00366	91.5			0.00374	93.4			0.00323	80.6		
		0.00316	79.0			0.00364	90.9			0.00356	89.1			0.00338	84.5		
		0.00338	84.6			0.00366	91.4			0.00371	92.7			0.00339	84.7		
	0.020	0.01673	83.7	84.4	1.4	0.01861	93.0	94.3	1.5	0.01889	94.4	93.8	0.8	0.01806	90.3	90.3	0.3
		0.01681	84.0			0.01897	94.9			0.01870	93.5			0.01799	89.9		
		0.01696	84.8			0.01876	93.8			0.01868	93.4			0.01814	90.7		
		0.01707	85.3			0.01859	92.9			0.01888	94.4			0.01808	90.4		
		0.01720	86.0			0.01888	94.4			0.01886	94.3			0.01804	90.2		
		0.01656	82.8			0.01937	96.8			0.01853	92.6			0.01803	90.1		

表 15 白茶、红茶、绿茶、乌龙茶中消螨酚验证结果-宁德市产品质量检验所（传统 QuEChERS 净化法）

项目	加标量 (mg/kg)	绿茶				红茶				白茶				乌龙茶			
		实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）
消螨酚	0.005	0.00351	70.2	70.2	0.6	0.00390	78.0	79.6	1.1	0.00416	83.2	82.1	1.0	0.00354	70.7	70.0	1.7
		0.00350	69.9			0.00401	80.1			0.00406	81.2			0.00349	69.7		
		0.00354	70.8			0.00402	80.3			0.00408	81.5			0.00347	69.4		
		0.00348	69.6			0.00401	80.2			0.00409	81.8			0.00341	68.2		
		0.00351	70.2			0.00396	79.2			0.00415	83.0			0.00359	71.7		
		0.00351	70.2			0.00401	80.1			0.00410	81.9			0.00351	70.2		
	0.010	0.00745	74.5	75.7	1.7	0.00883	88.3	87.6	2.5	0.00944	94.4	88.6	6.6	0.00815	81.5	81.3	0.4
		0.00765	76.5			0.00910	91.0			0.00930	92.9			0.00813	81.3		
		0.00738	73.8			0.00891	89.1			0.00914	91.4			0.00818	81.8		
		0.00756	75.5			0.00859	85.9			0.00782	78.2			0.00810	80.9		
		0.00772	77.2			0.00860	85.9			0.00879	87.9			0.00816	81.6		
		0.00767	76.7			0.00857	85.7			0.00867	86.6			0.00811	81.1		
	0.050	0.04156	83.1	81.6	1.9	0.04507	90.1	90.5	1.0	0.04518	90.3	91	0.8	0.04325	86.5	86.0	0.7
		0.04147	82.9			0.04589	91.8			0.04551	91.0			0.04276	85.5		
		0.03969	79.4			0.04561	91.2			0.04576	91.5			0.04254	85.1		
		0.04140	82.8			0.04494	89.9			0.04554	91.1			0.04323	86.5		
		0.04047	80.9			0.04470	89.4			0.04508	90.2			0.04316	86.3		
		0.04032	80.6			0.04527	90.5			0.04599	92.0			0.04302	86.0		

表 16 白茶、红茶、绿茶、乌龙茶中毒菌酚验证结果-宁德市产品质量检验所（传统 QuEChERS 净化法）

项目	加标量 (mg/kg)	绿茶				红茶				白茶				乌龙茶			
		实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）
毒菌酚	0.002	0.00137	68.4	69.2	2.7	0.00145	72.3	75.7	4.0	0.00151	75.6	76.9	2.6	0.00150	75.0	76.0	2.1
		0.00141	70.6			0.00152	75.8			0.00149	74.7			0.00157	78.7		
		0.00141	70.7			0.00144	72.2			0.00153	76.5			0.00154	77.0		
		0.00142	70.8			0.00157	78.5			0.00161	80.3			0.00152	75.8		
		0.00137	68.4			0.00159	79.4			0.00152	76.2			0.00151	75.7		
		0.00132	66.1			0.00153	76.4			0.00156	78.2			0.00148	74.2		
	0.004	0.00287	71.8	72.0	8.8	0.00344	86.0	82.0	3.9	0.00356	89.0	88.2	1.1	0.00305	76.3	78.5	4.4
		0.00298	74.5			0.00335	83.9			0.00357	89.3			0.00332	83.0		
		0.00276	69.1			0.00313	78.2			0.00350	87.5			0.00308	77.1		
		0.00330	82.4			0.00321	80.3			0.00347	86.6			0.00303	75.8		
		0.00253	63.2			0.00339	84.7			0.00354	88.5			0.00332	83.0		
		0.00285	71.2			0.00317	79.1			0.00352	88.1			0.00303	75.8		
	0.020	0.01545	77.3	77.4	1.0	0.01811	90.6	89.8	1.0	0.01793	89.6	89.2	0.8	0.01816	90.8	91.5	1.1
		0.01547	77.4			0.01786	89.3			0.01798	89.9			0.01814	90.7		
		0.01561	78.0			0.01810	90.5			0.01774	88.7			0.01825	91.2		
		0.01531	76.5			0.01814	90.7			0.01766	88.3			0.01859	93.0		
		0.01569	78.5			0.01776	88.8			0.01775	88.8			0.01850	92.5		
		0.01533	76.7			0.01778	88.9			0.01799	90.0			0.01811	90.6		

表 17 白茶、红茶、绿茶、乌龙茶中戊硝酚验证结果-厦门市产品质量监督检验院（传统 QuEChERS 净化法）

项目	加标量 (mg/kg)	绿茶				红茶				白茶				乌龙茶			
		实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）
戊硝酚	0.002	0.00156	78.1	78.9	1.0	0.00172	86.0	87.3	1.1	0.00179	89.6	89.7	0.7	0.00155	77.3	77.0	2.0
		0.00158	79.0			0.00172	86.1			0.00180	90.2			0.00151	75.3		
		0.00160	79.8			0.00176	87.8			0.00179	89.5			0.00150	75.2		
		0.00157	78.5			0.00176	87.8			0.00178	88.8			0.00157	78.3		
		0.00160	79.8			0.00176	88.1			0.00179	89.5			0.00158	79.1		
		0.00156	78.0			0.00176	87.9			0.00181	90.6			0.00154	77.1		
	0.004	0.00314	78.6	79.0	3.2	0.00357	89.3	93.8	4.2	0.00371	92.8	92.9	2.7	0.00323	80.7	81.9	1.7
		0.00325	81.2			0.00392	98.0			0.00356	89.0			0.00321	80.3		
		0.00323	80.9			0.00357	89.3			0.00378	94.4			0.00334	83.4		
		0.00298	74.6			0.00377	94.3			0.00377	94.1			0.00334	83.6		
		0.00323	80.8			0.00392	98.0			0.00364	91.0			0.00327	81.7		
		0.00312	77.9			0.00375	93.8			0.00384	95.9			0.00327	81.8		
	0.020	0.01655	82.7	83.6	1.2	0.01939	96.9	97.0	1.4	0.01899	94.9	94.7	0.4	0.01796	89.8	89.1	0.7
		0.01675	83.7			0.01953	97.7			0.01903	95.1			0.01779	89.0		
		0.01680	84.0			0.01950	97.5			0.01890	94.5			0.01790	89.5		
		0.01689	84.5			0.01889	94.5			0.01894	94.7			0.01773	88.6		
		0.01691	84.5			0.01948	97.4			0.01881	94.1			0.01786	89.3		
		0.01643	82.2			0.01964	98.2			0.01900	95.0			0.01762	88.1		

表 18 白茶、红茶、绿茶、乌龙茶中消螨酚验证结果-厦门市产品质量监督检验院（传统 QuEChERS 净化法）

项目	加标量 (mg/kg)	绿茶				红茶				白茶				乌龙茶			
		实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）
消螨酚	0.005	0.00349	69.8	71.4	1.5	0.00392	78.4	78.7	1.2	0.00415	83.0	82.3	1.0	0.00361	72.1	70.4	3.2
		0.00362	72.3			0.00390	78.0			0.00416	83.2			0.00348	69.5		
		0.00360	72.0			0.00400	80.0			0.00411	82.2			0.00340	68.0		
		0.00363	72.5			0.00399	79.8			0.00406	81.2			0.00361	72.2		
		0.00354	70.7			0.00390	77.9			0.00408	81.5			0.00338	67.6		
		0.00357	71.3			0.00391	78.1			0.00413	82.5			0.00364	72.7		
	0.010	0.00754	75.4	76.8	7.5	0.00840	84.0	87.4	4.5	0.00905	90.5	89.1	7.3	0.00820	82.0	81.5	0.4
		0.00754	75.3			0.00925	92.5			0.00927	92.6			0.00812	81.1		
		0.00688	68.8			0.00922	92.2			0.00925	92.5			0.00816	81.5		
		0.00775	77.5			0.00846	84.6			0.00794	79.4			0.00814	81.3		
		0.00776	77.6			0.00864	86.4			0.00967	96.7			0.00816	81.6		
		0.00866	86.6			0.00847	84.7			0.00831	83.1			0.00811	81.1		
	0.050	0.04166	83.3	83.2	0.6	0.04662	93.2	92.2	0.9	0.04602	92.0	91.3	1.0	0.04359	87.2	86.1	0.9
		0.04170	83.4			0.04614	92.3			0.04540	90.8			0.04311	86.2		
		0.04128	82.5			0.04581	91.6			0.04570	91.4			0.04266	85.3		
		0.04145	82.9			0.04576	91.5			0.04607	92.1			0.04333	86.7		
		0.04144	82.9			0.04562	91.2			0.04483	89.7			0.04281	85.6		
		0.04199	84.0			0.04654	93.1			0.04591	91.8			0.04267	85.3		

表 19 白茶、红茶、绿茶、乌龙茶中毒菌酚验证结果-厦门市产品质量监督检验院（传统 QuEChERS 净化法）

项目	加标量 (mg/kg)	绿茶				红茶				白茶				乌龙茶			
		实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）
毒菌酚	0.002	0.00140	69.9	70.4	0.9	0.00151	75.5	77.0	2.9	0.00155	77.4	76.5	0.8	0.00154	76.8	75.6	2.2
		0.00141	70.7			0.00156	77.9			0.00152	75.9			0.00149	74.5		
		0.00142	71.2			0.00157	78.5			0.00153	76.4			0.00148	74.1		
		0.00141	70.5			0.00156	78.2			0.00155	77.3			0.00148	74.1		
		0.00141	70.5			0.00158	78.9			0.00152	76.1			0.00152	76.2		
		0.00139	69.5			0.00146	73.1			0.00152	76.2			0.00156	78.2		
	0.004	0.00287	71.9	78.4	10.4	0.00321	80.2	81.2	3.7	0.00351	87.8	87.6	1.6	0.00338	84.5	85.9	2.7
		0.00323	80.6			0.00314	78.5			0.00349	87.3			0.00334	83.4		
		0.00288	72.0			0.00341	85.2			0.00356	89.1			0.00352	88.1		
		0.00281	70.2			0.00329	82.1			0.00356	89.1			0.00356	89.0		
		0.00354	88.4			0.00335	83.7			0.00343	85.7			0.00346	86.6		
		0.00349	87.2			0.00310	77.6			0.00346	86.6			0.00336	84.0		
	0.020	0.01579	79.0	79.1	1.3	0.01776	88.8	89.1	1.0	0.01808	90.4	89.3	1.1	0.01855	92.7	92.0	0.9
		0.01579	79.0			0.01764	88.2			0.01797	89.8			0.01856	92.8		
		0.01622	81.1			0.01799	90.0			0.01795	89.7			0.01818	90.9		
		0.01567	78.3			0.01778	88.9			0.01757	87.9			0.01842	92.1		
		0.01568	78.4			0.01769	88.4			0.01769	88.5			0.01848	92.4		
		0.01580	79.0			0.01809	90.4			0.01785	89.2			0.01818	90.9		

表 20 白茶、红茶、绿茶、乌龙茶中戊硝酚验证结果-武夷山市食品卫生监督检验中心（传统 QuEChERS 净化法）

项目	加标量 (mg/kg)	绿茶				红茶				白茶				乌龙茶			
		实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）
戊硝酚	0.002	0.00159	79.7	79.0	2.3	0.00174	86.9	87.2	0.4	0.00182	90.8	89.1	1.2	0.00155	77.5	77.2	1.0
		0.00153	76.7			0.00175	87.6			0.00176	87.8			0.00153	76.7		
		0.00158	78.9			0.00174	86.8			0.00180	90.0			0.00156	77.9		
		0.00159	79.5			0.00175	87.4			0.00179	89.3			0.00156	78.0		
		0.00164	81.8			0.00174	86.9			0.00178	88.8			0.00154	77.0		
		0.00154	77.2			0.00175	87.6			0.00176	88.1			0.00152	76.1		
	0.004	0.00318	79.5	79.2	3.4	0.00338	84.6	91.2	4.4	0.00368	92.0	92.8	1.9	0.00349	87.3	87.4	2.2
		0.00323	80.8			0.00368	92.0			0.00371	92.9			0.00360	90.1		
		0.00319	79.7			0.00365	91.4			0.00379	94.7			0.00340	84.9		
		0.00322	80.5			0.00357	89.3			0.00362	90.6			0.00347	86.6		
		0.00323	80.9			0.00386	96.5			0.00367	91.7			0.00357	89.2		
		0.00295	73.8			0.00374	93.5			0.00380	95.0			0.00346	86.6		
	0.020	0.01701	85.1	83.9	1.2	0.01901	95.0	95.8	0.6	0.01922	96.1	95.9	1.1	0.01778	88.9	89.5	0.8
		0.01702	85.1			0.01925	96.3			0.01935	96.7			0.01812	90.6		
		0.01652	82.6			0.01913	95.6			0.01885	94.2			0.01775	88.7		
		0.01675	83.8			0.01929	96.5			0.01899	95.0			0.01799	89.9		
		0.01676	83.8			0.01921	96.0			0.01933	96.6			0.01780	89.0		
		0.01666	83.3			0.01901	95.1			0.01935	96.7			0.01799	90.0		

表 21 白茶、红茶、绿茶、乌龙茶中消螨酚验证结果-武夷山市食品卫生监督检验中心（传统 QuEChERS 净化法）

项目	加标量 (mg/kg)	绿茶				红茶				白茶				乌龙茶			
		实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）
消螨酚	0.005	0.00368	73.6	72.6	1.3	0.00401	80.2	79.6	0.7	0.00421	84.2	83.1	1.3	0.00367	73.4	72.2	1.0
		0.00361	72.1			0.00398	79.5			0.00410	81.9			0.00364	72.7		
		0.00358	71.5			0.00401	80.1			0.00423	84.6			0.00361	72.2		
		0.00360	71.9			0.00393	78.6			0.00413	82.6			0.00361	72.2		
		0.00370	73.9			0.00399	79.8			0.00415	83.0			0.00358	71.6		
		0.00362	72.3			0.00398	79.5			0.00412	82.3			0.00357	71.4		
	0.010	0.00740	74.0	74.9	1.5	0.00951	95.1	92.3	2.7	0.00971	97.1	95.5	2.5	0.00892	89.2	86.2	3.4
		0.00768	76.7			0.00954	95.3			0.00924	92.3			0.00821	82.1		
		0.00740	74.0			0.00924	92.4			0.00975	97.4			0.00857	85.7		
		0.00748	74.8			0.00897	89.6			0.00959	95.9			0.00861	86.0		
		0.00745	74.5			0.00918	91.8			0.00975	97.4			0.00845	84.5		
		0.00758	75.8			0.00896	89.6			0.00928	92.8			0.00900	90.0		
	0.050	0.04235	84.7	83.4	1.5	0.04711	94.2	95.1	0.9	0.04501	90.0	90.9	0.9	0.04292	85.8	86.1	0.7
		0.04110	82.2			0.04745	94.9			0.04509	90.2			0.04289	85.8		
		0.04122	82.4			0.04821	96.4			0.04514	90.3			0.04284	85.7		
		0.04105	82.1			0.04733	94.7			0.04604	92.1			0.04289	85.8		
		0.04227	84.5			0.04717	94.3			0.04549	91.0			0.04348	87.0		
		0.04219	84.4			0.04794	95.9			0.04581	91.6			0.04338	86.7		

表 22 白茶、红茶、绿茶、乌龙茶中毒菌酚验证结果-武夷山市食品卫生监督检验中心（传统 QuEChERS 净化法）

项目	加标量 (mg/kg)	绿茶				红茶				白茶				乌龙茶			
		实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率（%）	RSD（%）
毒菌酚	0.002	0.00143	71.3	71.8	1.3	0.00157	78.6	78.9	1.0	0.00153	76.4	76.6	0.7	0.00150	74.9	75.9	1.1
		0.00146	72.8			0.00157	78.6			0.00152	76.1			0.00152	76.1		
		0.00144	72.1			0.00158	78.8			0.00154	77.2			0.00153	76.4		
		0.00140	70.2			0.00156	78.1			0.00155	77.3			0.00153	76.6		
		0.00144	71.8			0.00161	80.3			0.00152	76.2			0.00150	74.8		
		0.00145	72.6			0.00158	78.8			0.00153	76.4			0.00153	76.7		
	0.004	0.00309	77.2	78.6	3.1	0.00356	88.9	92.4	2.7	0.00334	83.6	83.6	0.9	0.00337	84.1	84.0	0.6
		0.00329	82.2			0.00375	93.8			0.00333	83.3			0.00337	84.3		
		0.00320	80.0			0.00361	90.2			0.00338	84.5			0.00338	84.5		
		0.00303	75.7			0.00369	92.2			0.00332	83.0			0.00337	84.2		
		0.00308	77.0			0.00381	95.3			0.00337	84.4			0.00333	83.1		
		0.00319	79.7			0.00376	94.0			0.00330	82.6			0.00335	83.8		
	0.020	0.01590	79.5	78.9	0.9	0.01774	88.7	87.4	0.8	0.01812	90.6	90.1	0.8	0.01784	89.2	89.7	0.8
		0.01584	79.2			0.01751	87.5			0.01793	89.7			0.01802	90.1		
		0.01553	77.6			0.01740	87.0			0.01818	90.9			0.01818	90.9		
		0.01576	78.8			0.01741	87.1			0.01797	89.8			0.01781	89.1		
		0.01576	78.8			0.01748	87.4			0.01811	90.5			0.01781	89.0		
		0.01594	79.7			0.01734	86.7			0.01780	89.0			0.01800	90.0		

8 贯彻标准的要求、措施和建议

为了使该标准的制定能尽快服务于茶叶市场，有效地监控茶叶中的戊硝酚、消螨酚、毒菌酚残留情况，判断日常饮用茶叶是否存在安全隐患，推动福建省茶产业高质量发展，建议标准发布后，要做好宣传培训、加大贯彻实施和建立检查监督机制等工作。具体来说：（1）加大宣贯力度。一是利用各种新闻媒体，大力宣传，为标准的实施营造良好的社会氛围。二是由相关职能部门组织培训学习。（2）加强标准实施评价。对在标准实施过程中发现的问题及提出的意见，要进行深入探讨和研究，做好标准的修订和完善工作。

参考文献

[1]GB/T 1.1-2000《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写规则》

[2]GB/T 20001.4-2001《标准编写规则 第 4 部分：化学分析方法》

[3]SN/T 4591-2016《出口水果蔬菜中脱落酸等 60 种农药残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法》

[4]GB 23200.121-2021《食品安全国家标准 植物源性食品中 331 种农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱-质谱联用法》

编写组

2022 年 8 月 16 日