

doi:10.3969/j.issn.2095-6002.2014.05.012

文章编号:2095-6002(2014)05-0063-06

引用格式:陈士恒,章晴,史晓梅,等. 超声提取-分散固相萃取-气相色谱法测定绿茶中有机磷类农药残留. 食品科学技术学报,2014,32(5):63-68.



CHEN Shiheng, ZHANG Qing, SHI Xiaomei, et al. Determination of 13 organophosphorus pesticides residues in green tea by ultrasonic assisted extraction-dispersive solid phase extraction-gas chromatography. Journal of Food Science and Technology, 2014,32(5):63-68.

## 超声提取-分散固相萃取-气相色谱法测定 绿茶中有机磷类农药残留

陈士恒, 章晴, 史晓梅, 杨永坛\*

(中粮营养健康研究院/北京市营养健康与食品安全重点实验室, 北京 100020)

**摘要:**应用超声辅助提取和分散固相萃取前处理方法结合气相色谱(配火焰光度检测器)建立了绿茶中13种有机磷类农药残留的快速分析方法. 5 g茶叶样品用20 mL乙腈(含1%乙酸)超声辅助提取后,以石墨化炭黑与伯仲胺混合型固相分散净化,高速离心后氮吹浓缩复溶,过滤膜,用气相色谱-火焰光度检测器进行检测. 在0.02~0.10 mg/kg的添加水平,13种有机磷农药的平均回收率是84.78%~116.72%,相对标准偏差是0.12%~9.32%,检出限是0.0008~0.01 mg/kg. 本方法简便快速,准确性好,成本低,该方法已用于市面上销售的绿茶产品中有机磷类农药残留测定,结果均低于国家标准GB 2763—2012的最大残留量要求.

**关键词:**有机磷农药;超声波提取;分散固相萃取;气相色谱;绿茶

**中图分类号:**TS272.7

**文献标志码:**A

有机磷类农药是我国使用范围最广、用量最大的一类广谱、高效的农药. 当前,茶叶中农药残留超限量已成为我国茶叶出口欧盟、北美和日本等发达地区和国家的主要技术性贸易壁垒<sup>[1-2]</sup>. 茶叶分发酵茶和不发酵茶,其中绿茶属于不发酵茶,含有较多的嘌呤类生物碱、糖类、色素、维生素和矿物质<sup>[3-5]</sup>,基质复杂,对痕量的农药残留检测有严重干扰. 目前,国内外研究茶叶中农药残留的前处理方法主要有索氏提取、振荡提取、超声提取、加速溶剂萃取、分散液液微萃取、固相萃取、分散固相萃取、凝胶渗透色谱等方法<sup>[6-10]</sup>. 其中分散固相萃取也称QuEChERS方法,是在2003年由Anastassiades和Lehotay等<sup>[11]</sup>开发的样品前处理技术,因分散固相萃取法具有快速(quick)、简单(easy)、便宜

(cheap)、有效(effective)、可靠(rugged)和安全(safe)的特点,而得名QuEChERS方法. 分散固相萃取法也被用于茶叶中农药残留的检测<sup>[12-14]</sup>,多采用气相色谱-质谱法或液相色谱-质谱法<sup>[15-16]</sup>,但结合气相色谱-火焰光度检测器(GC-FPD)检测的应用未见报道.

本实验采用超声波辅助提取,提高了有机磷农药的提取效率,结合分散固相萃取方法去除绿茶中的共提基质,再用氮吹提高方法的检出限,最后采用气相色谱火焰光度检测器法测定13种有机磷类农药,取得了较好的效果. 与传统方法相比,该方法提高了分析速度和效率,也提高了检测灵敏度,重复性好且回收率高,定量准确,操作简便,非常适合在基层企业进行推广.

收稿日期:2013-09-30

基金项目:中粮集团应用基础研究项目(2013-C2-F013).

作者简介:陈士恒,男,工程师,博士,主要从事农药残留分析方面的研究;

\*杨永坛,男,高级工程师,博士,主要从事色谱质谱联用技术在食品安全中的应用研究. 通讯作者.

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与试剂

有机磷农药标准品包括:敌敌畏、甲胺磷、乙酰甲胺磷、氧乐果、久效磷、乐果、甲基对硫磷、杀螟硫磷、对硫磷、水胺硫磷、三唑磷、苯硫磷、伏杀硫磷、无水氯化钠、无水乙酸钠和乙酸,均为分析纯,国药集团化学试剂有限公司。石墨化炭黑(graphitized carbon black, GCB)、伯仲胺(primary secondary amine, PSA),博纳艾杰尔公司。

茶叶样品购自市场。

### 1.2 仪器与设备

7890A型气相色谱仪(配超高惰性衬管、FPD检测器和Open Lab CDS for Chemstation工作站),美国安捷伦科技有限公司;TG 16-II型台式高速离心机,长沙平凡仪器仪表;BSA 224S-CW型电子天平,德国赛多利斯集团;SB-3200 DTDN型超声波清洗机,宁波新芝生物科技股份有限公司;HGC-24A型氮吹仪,天津恒奥科技发展有限公司;QL-902型旋涡混合器,海门其林贝尔仪器制造有限公司。

### 1.3 实验方法

#### 1.3.1 标准溶液的配制

精确称取13种农药的标准品,用甲苯-丙酮混合溶液配制成1 mg/mL的单一农药标准储备液,于-18℃条件下储存。

逐一吸取一定体积的单个农药标准储备液分别注入同一容量瓶中,用丙酮稀释至刻度,配制成10 mg/L的混合农药标准储备液,于-20℃条件下储存。

#### 1.3.2 色谱条件

色谱柱为DB-35 ms (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm,安捷伦公司);程序升温是100℃保持1 min,然后以8℃/min升温至300℃,保持19 min;载气为高纯氮气,恒流模式,流速为1.0 mL/min;进样口温度为220℃;进样方式是不分流进样;进样量为2 μL;检测器温度250℃,磷模式;H<sub>2</sub>流量是75 mL/min,空气流量是100 mL/min。

#### 1.3.3 前处理方法

取茶叶样品粉碎并混合均匀,称取5.00 g(精确至0.01 g),于50 mL离心管中,加入20 mL乙腈(含1%乙酸)提取溶液,然后加入2 g无水氯化钠和2 g无水乙酸钠,手动充分振荡3 min,然后超声20 min,6 000 r/min离心5 min。取6 mL上清液于装有300

mg GCB和120 mg PSA的10 mL离心管中,充分振荡涡旋1 min,6 000 r/min离心3 min,取4 mL上层清液于刻度试管中,常温条件下氮吹至1 mL以下,使用丙酮定容至1.0 mL,过0.25 μm有机滤膜后上机检测。

## 2 结果与分析

### 2.1 色谱柱的选择

有机磷农药极性差别较大,如甲胺磷、乙酰甲胺磷、久效磷和氧乐果等极性较强,而苯硫磷和伏杀硫磷等极性则较弱,因此色谱柱优化实验选用Rtx-1、Rtx-1701和DB-35 ms三种毛细管色谱柱,规格均为30 m × 0.25 mm × 0.25 μm。

实验结果表明,Rtx-1以交联键合的100%聚二甲基硅氧烷为固定相,是非极性毛细管柱;Rtx-1701的固定相含交联键合的14%氰基丙基苯基和86%二甲基聚硅氧烷;DB-35ms的固定相类似于含35%二苯基的聚二甲基硅氧烷,Rtx-1701和DB-35ms均是中等极性毛细管柱。实验中发现Rtx-1对甲胺磷、乙酰甲胺磷、久效磷和氧乐果的峰形容易拖尾;Rtx-1701和DB-35ms对13种有机磷农药均有较好的分离能力,而DB-35ms毛细管柱具有更高的使用温度,最高可达360℃,可在程序升温过程中设置更高的炉箱温度老化色谱柱,降低基质中高沸点物质对下一次分析造成的干扰。因此本实验选择DB-35ms作为色谱柱。

### 2.2 提取溶剂的选择

实验分别考察了20 mL乙腈(含体积分数为1%的乙酸)、乙酸乙酯和V(乙酸乙酯):V(正己烷)=1:1溶液3种提取溶剂的提取效果。

乙酸乙酯是中等极性溶剂,在提取一些极性较大的有机磷农药时回收率较差,且提取液呈较深的墨绿色,净化后仍有一定的绿色。V(乙酸乙酯):V(正己烷)=1:1溶液对基质中的杂质提取较少,对后续的净化较为有利,但对乙酰甲胺磷、久效磷和氧乐果的提取率低,亦不太适合。乙腈是极性较强的溶剂,容易渗透至茶叶细胞组织中,增强了农药的提取率,对不同极性有机磷农药的回收率均能满足农药残留分析要求,且利于后面的净化。同时乙腈中含体积分数为1%的乙酸,提高了有机磷农药的稳定性,因此实验中均采用20 mL乙腈(含体积分数为1%的乙酸)提取。

### 2.3 提取方式的选择

实验过程中比较了振荡提取、均质提取和超声

波辅助提取三种常见提取方法. 其中振荡提取要达到较好回收率时所需的时间较长, 一般需要 40 ~ 60 min, 效率较低. 均质提取可在短时间内, 使溶剂和茶叶充分混合, 提取效果较好, 但需要价格较高的均质机和刀头, 这种提取方法不适合在基层企业进行推广. 而超声辅助提取所采用的设备较为简单低廉, 所需时间小于 30 min, 操作简便, 因此实验中采用超声辅助提取的方式.

## 2.4 净化剂填料的用量

研究表明 GCB 能够较好的去除色素和固醇类杂质, 但同时也会对农药组分产生一定吸附<sup>[14]</sup>, 因此需要对 GCB 的用量进行考察.

在茶叶样品中添加有机磷农药混标, 按照 1.3 的实验方法, 将 GCB 用量从 70 mg 增加到 300 mg, 考察有机磷农药的回收率变化, 如图 1.

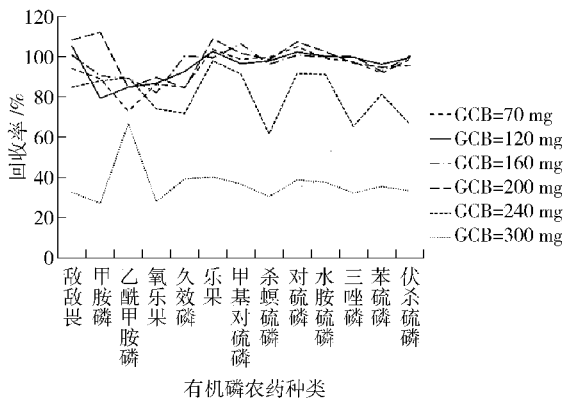


图1 GCB 用量对 13 种有机磷农药加标回收率的影响

Fig. 1 Effects of different dosages of GCB on recoveries of 13 organophosphorus pesticides

从图 1 中可看到 GCB 用量大于 200 mg 时, 久效磷、杀螟硫磷、三唑磷和伏杀硫磷的回收率已低于 80%; 当 GCB 用量为 200 mg, 净化后的溶液颜色为极浅的绿色, 整体回收率较好, 因此 GCB 的用量采用 200 mg.

PSA 是一种弱阴离子交换吸附剂, 能通过形成氢键去除脂肪酸、糖及其他基质共萃取物<sup>[14]</sup>. 由于 PSA 同时存在伯胺、仲胺而具有更高的去杂质能力.

在茶叶样品中添加有机磷农药混标, 按照 1.3 的实验方法, 将 PSA 用量从 80 mg 增加到 240 mg, 考察有机磷农药的回收率变化, 如图 2.

从图 2 可看到 PSA 用量大于 120 mg 时, 甲胺磷、乙酰甲胺磷和氧乐果的加标回收率已小于 80%, 当 PSA 用量为 120 mg 时, 13 种有机磷类农药的整体回收率最好. 因此实验中 PSA 用量均为 120 mg.

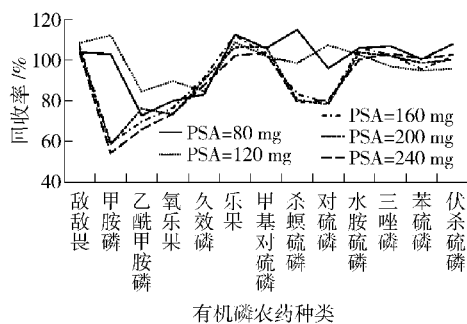
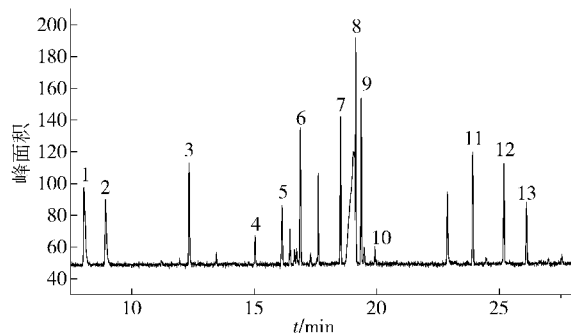


图2 PSA 用量对 13 种有机磷农药加标回收率的影响

Fig. 2 Effects of different dosages of PSA on recoveries of 13 organophosphorus pesticide

## 2.5 方法的线性范围和检出限

在 1.2 的实验方法下, 13 种有机磷类农药分离良好 (见图 3). 用空白茶叶样品制备样品空白提取液, 作为基质匹配标准溶液的稀释液. 将 10 mg/L 的混标储备液逐级稀释为浓度是 0.250, 0.100, 0.050, 0.020, 0.010, 0.005 mg/L 的基质匹配混合标准溶液进行测定, 以 13 种有机磷农药的质量浓度对相应的峰面积绘制标准曲线, 求得线性方程及相关系数. 以信噪比 ( $S/N$ ) = 3 计算方法中各种有机磷农药的检出限 (LOD), 以  $S/N = 10$  计算方法中各种有机磷农药的定量限 (LOQ), 见表 1.



1. 敌敌畏; 2. 甲胺磷; 3. 乙酰胺磷; 4. 氧乐果; 5. 久效磷; 6. 乐果; 7. 甲基对硫磷; 8. 杀螟硫磷; 9. 对硫磷; 10. 水胺硫磷; 11. 三唑磷; 12. 苯硫磷; 13. 伏杀硫磷

图3 13 种有机磷农药基质匹配标准溶液的色谱图

Fig. 3 Chromatogram of matrix-match standard solutions of 13 organophosphorus pesticides

## 2.6 方法的加标回收和精密度实验

为考察方法的准确度, 按照 1.3 所确定的方法, 在相应线性范围内进行了 3 个水平 (0.02, 0.05, 0.10 mg/kg) 的添加回收率试验, 每个水平做 5 个平行样品测定, 茶叶中 13 种有机磷农药的回收率均在 80% ~ 120% (见表 2), 各种有机磷农药的相对标准偏差 (RSD) 均小于 10%.

表1 13种有机磷农药的线性范围、相关系数、检出限和定量限

Tab.1 Linear equations, correlation coefficients, limit of detection, and limit of quantity of 13 organophosphorous pesticides

序号	保留时间/min	农药名称	线性相关性方程	$R^2$	LOD/(mg·kg <sup>-1</sup> )	LOQ/(mg·kg <sup>-1</sup> )
1	8.070	敌敌畏	$y = 12\ 746.02x - 8.934$	0.999	0.003 3	0.011
2	8.921	甲胺磷	$y = 14\ 013.048x - 41.053$	0.997	0.002 7	0.008 9
3	12.341	乙酰甲胺磷	$y = 14\ 804.073x - 18.215$	0.990	0.001 4	0.004 5
4	15.033	氧乐果	$y = 4\ 322.933x + 7.007$	0.997	0.004 0	0.013
5	16.138	久效磷	$y = 8\ 998.630x - 10.602$	0.999	0.002 3	0.007 5
6	16.878	乐果	$y = 11\ 174.329x - 13.594$	0.999	0.001 7	0.005 7
7	18.517	甲基对硫磷	$y = 11\ 255.495x - 14.483$	0.999	0.001 8	0.006 0
8	19.178	杀螟硫磷	$y = 12\ 592.426x - 40.753$	0.996	0.000 8	0.002 8
9	19.375	对硫磷	$y = 11\ 715.242x - 22.394$	0.999	0.001 5	0.005 1
10	19.942	水胺硫磷	$y = 2\ 138.141x + 12.668$	0.998	0.011	0.036
11	23.919	三唑磷	$y = 8\ 769.407x - 1.310$	0.999	0.002 2	0.007 4
12	25.186	苯硫磷	$y = 8\ 868.752x - 12.570$	0.999	0.002 4	0.007 9
13	26.112	伏杀硫磷	$y = 4\ 270.608x + 8.428$	0.997	0.004 1	0.014

表2 13种有机磷农药添加实验的平均回收率和相对标准偏差

Tab.2 Average spiked recoveries and relative standard deviations of 13 organophosphorus pesticides %

序号	农药名称	添加 0.02 mg/kg		添加 0.05 mg/kg		添加 0.10 mg/kg	
		平均回收率	RSD( $n=5$ )	平均回收率	RSD( $n=5$ )	平均回收率	RSD( $n=5$ )
1	敌敌畏	96.49	7.41	106.39	4.76	104.16	1.58
2	甲胺磷	101.78	8.89	113.93	4.12	107.04	1.42
3	乙酰甲胺磷	89.75	5.67	110.70	2.77	94.03	2.82
4	氧乐果	84.78	3.45	101.94	3.52	85.43	6.61
5	久效磷	101.77	5.72	114.50	3.13	92.78	4.75
6	乐果	102.36	0.33	116.07	1.36	104.84	1.76
7	甲基对硫磷	107.05	8.28	112.16	1.79	102.24	0.67
8	杀螟硫磷	97.07	4.39	114.51	0.89	101.20	0.12
9	对硫磷	107.34	7.54	116.72	1.94	105.50	2.15
10	水胺硫磷	91.92	5.53	111.19	2.80	116.02	2.37
11	三唑磷	100.38	3.17	116.73	1.29	94.15	1.65
12	苯硫磷	98.45	9.32	115.05	1.36	93.60	4.37
13	伏杀硫磷	87.33	8.01	111.74	5.13	85.96	3.84

## 2.7 方法的应用

为了验证方法的可行性,应用本方法对市场上购买的10个绿茶样品进行上述13种有机磷类农药的测定,结果见表3.实验显示有8个茶叶样品被检

出农药残留,但残留量均低于GB 2763—2012中对茶叶农药最大残留限量的规定,说明这10个茶叶产品是安全的.

表3 实际茶叶样品检测结果

Tab.3 Determination results of tea samples from local supermarkets

序号	农药名称	茶叶编号										GB 2763—2012 对茶叶 的最大残留限量/ (mg·kg <sup>-1</sup> )
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
1	敌敌畏	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	0.1*
2	甲胺磷	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	0.05*
3	乙酰甲胺磷	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	0.1
4	氧乐果	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	0.02*
5	久效磷	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	0.02*
6	乐果	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	0.018	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	0.05*
7	甲基对硫磷	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	0.01*
8	杀螟硫磷	n. d.	n. d.	0.091	0.031	n. d.	n. d.	0.019	n. d.	0.13	0.036	0.5
9	对硫磷	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	0.01*
10	水胺硫磷	n. d.	0.074	0.033	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	0.052	0.01
11	三唑磷	n. d.	0.021	0.011	n. d.	n. d.	n. d.	0.014	n. d.	n. d.	n. d.	0.1*
12	苯硫磷	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	-
13	伏杀硫磷	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	0.1*

n. d. 表示未检测出; \* 表示 GB 2763—2012 中未对茶叶有最大残留限量, 以其他食品类别的最小值代替; - 表示 GB 2763—2012 未有规定最大残留限量

### 3 结 论

建立了超声辅助提取-分散固相萃取-气相色谱法测绿茶中 13 种有机磷类农药残留的方法, 方法灵敏度能满足国内外食品安全标准中对茶叶的最大残留限量要求. 在 0.02 ~ 0.10 mg/kg 的添加水平, 13 种有机磷农药的平均回收率是 84.78% ~ 116.72%, 相对标准偏差 ( $n = 5$ ) 是 0.12% ~ 9.32%, 检出限是 0.0008 ~ 0.01 mg/kg. 本方法简便快速, 准确性好, 操作步骤少, 采用 GC-FPD 作为 QuEChERS 技术后续的检测方法, 成本低廉, 较适用于在基层企业进行推广.

#### 参考文献:

- [1] 郭亚锋. 技术性贸易壁垒对我国绿茶出口的影响[J]. 贵州农业科学, 2010, 38(12): 230-233.
- [2] 江涛, 覃琼霞. 中日绿茶贸易中的技术性贸易壁垒度量[J]. 茶叶科学, 2010, 30(4): 322-327.
- [3] 于新蕊, 曲军, 丛月珠. 茶叶的化学成分及药理作用研究进展[J]. 中草药, 1995, 26(4): 219-221.
- [4] 谭和平, 叶善蓉, 陈丽, 等. 茶叶中色素的测试方法概述[J]. 中国测试, 2009, 35(2): 78-82.
- [5] 魏威. 绿茶化学成分及其抗氧化性的研究[D]. 大连: 辽宁师范大学, 2010.
- [6] 冯洁, 汤桦, 陈大舟, 等. 茶叶中 9 种有机氯和拟除虫菊酯农药残留的前处理方法研究[J]. 分析测试学报, 2010, 29(10): 1041-1047.
- [7] Chen Guoqiang, Cao Pengying, Liu Renjiang. A multi-residue method for fast determination of pesticides in tea by ultra performance liquid chromatography - electrospray tandem mass spectrometry combined with modified QuEChERS sample preparation procedure [J]. Food Chemistry, 2011, 125(4): 1406-1411.
- [8] Huang Zhiqiang, Li Yongjun, Chen Bo, et al. Simultaneous determination of 102 pesticide residues in Chinese teas by gas chromatography-mass spectrometry [J]. J Chromatogr B, 2007, 853(1-2): 154-162.
- [9] Lu Caihong, Liu Xingang, Dong Fengshou, et al. Simultaneous determination of pyrethrins residues in teas by ultra-performance liquid chromatography/tandem mass spectrometry [J]. Anal Chim Acta, 2010, 678(1): 56-62.
- [10] Moinfar S, Mohammad-Reza M H. Development of dispersive liquid-liquid microextraction method for the analysis of organophosphorus pesticides in tea [J]. J Hazard Mater, 2009, 169(1-3): 907-911.
- [11] Anastassiades M, Lehota 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 residue in produce[J]. *J AOAC Int*, 2003, 86 (2) : 412 - 431.
- [12] 崔泓,张尧. QuEChERS-GC 法测定茶叶中三氯杀螨醇和拟除虫菊酯农药[J]. *中国卫生检验杂志*, 2010, 20(10): 2459 - 2460.
- [13] 张芬,张新忠,罗逢健,等. QuEChERS 净化 GC/ECD 测定茶叶与土壤中噻虫嗪、虫螨腈及高效氯氟氰菊酯残留[J]. *分析测试学报*, 2013, 32(4): 393 - 400.
- [14] 章晴,陈士恒,杨永坛. 分散固相萃取-气相色谱法测定茶叶中 25 种有机氯和拟除虫菊酯类农药残留[J]. *分析仪器*, 2013(4): 16 - 22.
- [15] Lozano A, Łukasz R, Belmonte-Valles N, et al. Pesticide analysis in teas and chamomile by liquid chromatography and gas chromatography tandem mass spectrometry using a modified QuEChERS method: validation and pilot survey in real samples[J]. *J Chromatogr A*, 2012, 1268(14): 109 - 122.
- [16] 徐娟,陈捷,叶弘毅,等. QuEChERS 提取与高效液相色谱-电喷雾电离串联质谱联用法检测茶叶中的 19 种农药残留[J]. *分析测试学报*, 2011, 30(9): 990 - 995.

## Determination of 13 Organophosphorus Pesticides Residues in Green Tea by Ultrasonic Assisted Extraction-Dispersive Solid Phase Extraction-Gas Chromatography

CHEN Shiheng, ZHANG Qing, SHI Xiaomei, YANG Yongtan \*

(*COFCO Nutrition and Health Research Institute/Beijing Key Laboratory of Nutrition, Health and Food Safety, Beijing 100020, China*)

**Abstract:** Gas chromatography (with a FPD detector) was applied to the quick determination of 13 organophosphorus pesticides residues in green tea with sample pretreatment by ultrasonic assisted extraction and dispersive solid phase extraction. The sample (5 g) was extracted with 20 mL acetonitrile (containing 1% acetic acid) by ultrasonic, and the extract was purified by dispersive solid-phase extraction with graphitized carbon/primary secondary amine (GCB/PSA). After the high speed centrifugation, nitrogen flushing concentration, and filtration, the sample was detected by GC-FPD. At the fortification level from 0.02 - 0.10 mg/kg, the average recovery of 13 organophosphorus pesticides was 84.78% - 116.72%. Meanwhile, the relative standard deviation ( $n=3$ ) was from 0.12% - 9.32% and the limits of detection was 0.0008 - 0.01 mg/kg. The method was simple, rapid, accurate, and low-cost with few impurity disturbs and suitable for organophosphorus pesticides detection in green tea. This method was applied for the detection green teas in local markets, and the results of all organophosphorus pesticides were under the maximum residue limits of GB 2763—2012.

**Key words:** organophosphorus pesticides; ultrasonic extraction; dispersive solid-phase extraction; gas chromatography; green tea

(责任编辑:李 宁)