

茶叶中滴滴涕农药残留质控样品的制备与评价

吕欧*, 李涛, 林芳, 袁磊, 刘海波, 张乾

(陕西省食品药品监督检验研究院, 西安 710065)

摘要: **目的** 建立有机氯类农药残留质控样品的制备方法并对制备技术进行评价。**方法** 以茶叶为基质, 滴滴涕为目标物, 采用基质添加的方式制备质控样品。采用气相色谱-电子捕获检测器法(gas chromatography-electron capture detector, GC-ECD)对质控样品中目标物含量进行测定。通过随机抽样测定以评估样品的均匀性, 通过观察样品在12个月内目标物检测结果变化以评估样品的稳定性, 通过10家实验室对质控样品协同定值并进行不确定度评估。**结果** 本研究确定了质控样品中滴滴涕的标示值及不确定度。该方法制备的滴滴涕质控样品均匀性和稳定性良好。质控样品便于贮藏、运输且在常温下能够稳定保存12个月。**结论** 本研究确立了茶叶中滴滴涕质控样品研究的可行性, 所建立的制备技术可以确保质控样品定值结果的准确性, 为有机氯类农药残留质控样品制备方法的开发提供技术支持。

关键词: 茶叶; 滴滴涕; 质控样品; 制备与评价

Preparation and evaluation of dichlorodiphenyltrichloroethane quality control samples in the tea

LV Ou*, LI Tao, LIN Fang, YUAN Lei, LIU Hai-Bo, ZHANG Qian

(Shaanxi Institute for Food and Drug Control, Xi'an 710065, China)

ABSTRACT: Objective To establish the preparation method of quality control samples for organochlorine pesticide residues and evaluate the preparation technology. **Methods** Taking tea as matrix and dichlorodiphenyltrichloroethane as target, quality control samples were prepared by adding matrix. Gas chromatography-electron capture detector (GC-ECD) was used to determine the content of target substance in quality control samples. The uniformity of the sample was evaluated by random sampling determination, the stability of the sample was evaluated by observing the changes of the detection results of the target within 12 months, and the quality control samples were jointly set and evaluated by 10 laboratories. **Results** This study determined the labeling value and uncertainty of dichlorodiphenyltrichloroethane in quality control samples. The dichlorodiphenyltrichloroethane quality control sample prepared by this method had good uniformity and stability. The quality control samples were easy to store and transport and could be stably stored for 12 months at normal temperature. **Conclusion** This study established the feasibility of dichlorodiphenyltrichloroethane quality control sample research in tea. The established preparation technology can ensure the accuracy of quality control sample setting results and provide technical support for the development of preparation methods for organochlorine pesticide residues quality control samples.

KEY WORDS: tea; dichlorodiphenyltrichloroethane; quality control samples; preparation and evaluation

*通讯作者: 吕欧, 硕士, 主要研究方向为食品及保健食品检验、食品安全快速检测技术研究。E-mail: A992878504@163.com

*Corresponding author: LV Ou, Master, Shaanxi Institute for Food and Drug Control, No.21, Kejiwu Road, Gaoxin District, Xi'an 710065, China. E-mail: A992878504@163.com

1 引言

滴滴涕(dichlorodiphenyltrichloroethane, DDT)属于含氯有机合成杀虫剂,其主要成分是双对氯苯基三氯乙烷,可对神经系统和内脏系统产生毒害。滴滴涕化学性质稳定,不易降解,易在生物体内富集,能引起人体内分泌紊乱、生殖及免疫功能失调等疾病,且具有致癌、致畸、致突变的危害,严重危害人体健康^[1]。有机氯农药在自然环境中极难降解,可残留在水和土壤中,并进入大气进行远距离传输,对生态环境和农作物造成严重污染^[2,3]。六六六和滴滴涕等有机氯农药曾于 20 世纪 40~60 年代被广泛使用,但由于其危害性极大,我国已于 1983 年禁止使用,但目前此类物质在作物和环境中的残留量仍然较高^[2,4],有机氯农药对环境的污染和对人类健康的危害在世界范围内得到广泛关注。GB 2763-2016《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》^[5]对滴滴涕等多种有机氯类农药残留有严格的限量规定。农药残留检测是食品安全风险监测的重要部分,食品中农药残留品种复杂,监测工作较难。

茶叶是我国的传统饮品,也是世界三大饮料之一,目前我国的茶叶产量和种植面积位居世界第一^[6,7]。为了提高茶叶产量,农药在茶叶病虫害防治中被广泛使用,常有农药残留检出或超标的情况发生^[8],茶叶的质量和安全性引起国内外学者的重视,茶叶中农药残留问题引起普遍关注。

为保障食品品质满足市场监督管理,大批量筛选、现场快速检测分析成为有机氯类农药残留检测的发展趋势。基质的存在使得在分析检测时不能简单的采用纯品标准物质来检测校准或进行质量控制,需要一定带基质的质控样品协助检测才能保证检测结果的准确性或满足要求。由于食品基质复杂,农药残留量低,干扰因素多,制备以实物为基质,均匀性与稳定性良好的质控样品对农药残留的检测具有重要意义。目前对有机氯类农药残留质控样品的制备技术少有文献研究,因此本研究建立了茶叶中有机氯类农药残留质控样品的制备方法并对制备技术进行评价。以期对相关质控样品为滴滴涕标准物质的研制、有机氯类农药残留质控样品研制技术开发以及快速检测等方面提供技术保障。

2 材料与方法

2.1 仪器和试剂

滴滴涕标准物质(国家标准物质研究中心);甲醇、无水乙醇(色谱纯,德国 Merck KGaA 公司);硫酸、正己烷(优级纯,国药集团化学试剂有限公司)。

7890B 型气相色谱仪(美国 Agilent 公司); QS9L-1 粉碎机(佛山市威乐顿机械设备有限公司); RWBX 08S 型箱式智能微波干燥机(南京苏瑞公司); B30 搅拌机(广东力丰机

械制造有限公司); XL-20B 打粉机(广州市旭郎机械设备有限公司); RS-6B 真空包装机(福建安华机械有限公司)。

2.2 实验方法

2.2.1 滴滴涕质控样品的制备

本研究以茶叶为基质,滴滴涕为目标物,分析滴滴涕农药残留质控样品研制程序,制备流程见图 1。

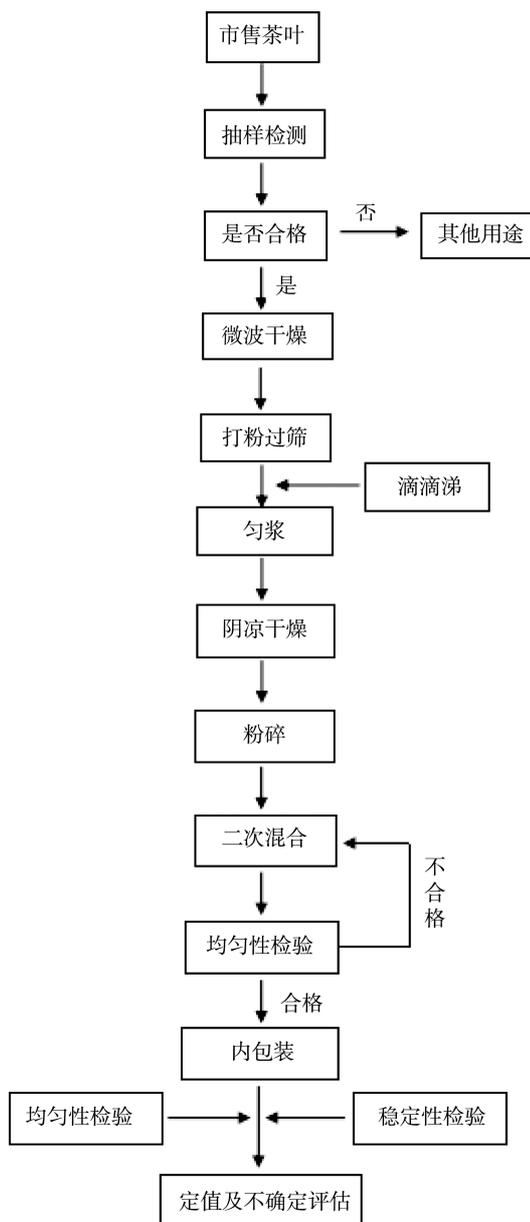


图 1 茶叶中滴滴涕质控样品制备流程

Fig.1 The preparation flow diagram of DDT quality control samples

(1) 基质的选择

采用市售同一批次的茶叶,随机抽取 3 个样品采用 GB/T 5009.19-2008《食品中有机氯农药多组分残留量的测定》^[9]方法对样品中滴滴涕含量进行检测,若两者检测结

果均小于方法检测限, 该批次样品可作为阳性质控样品与阴性质控样品的基质样品。

(2) 基质材料的制备

对可作为基质的茶叶样品进行微波干燥, 干燥时微波功率为 0.5 kW, 1 kg 物料干燥 5 min。按照 GB 5009.3-2016《食品安全国家标准 食品中水分的测定》^[10]中第一法直接干燥法对干燥后基质样品中水分含量进行测定, 确保基质样品水分含量控制在 5% 以下。将基质样品倒入打粉机中打成粉末, 然后过 40 目筛, 使样品呈现均一状态。

(3) 原料与辅料混合

精密量取一定量滴滴涕标准溶液(含量为 100 $\mu\text{g/mL}$), 用甲醇溶解, 配成一定浓度的滴滴涕溶液; 将滴滴涕溶液加入到无水乙醇中, 混合均匀; 将基质样品与含药乙醇倒入搅拌机中进行匀浆, 以 600 r/min 搅拌 5 h 以上; 采用避光阴凉干燥, 干燥过程最高温度不得超过 30 $^{\circ}\text{C}$ 。

生产 1 kg 空白滴滴涕质控样品的生产处方如表 1 所示。

表 1 空白滴滴涕质控样品配料表

Table 1 The ingredient list of negative quality control samples

原辅料名称	规格	用量	备注
滴滴涕	标准物质	0.0 mL	原料
甲醇	色谱级	20 mL	辅料
茶叶	/	1 kg	辅料
无水乙醇	色谱级	5 L	润滑剂

生产 1 kg 滴滴涕质控样品(含滴滴涕 0.5 mg/kg)的生产处方如表 2 所示。

表 2 滴滴涕质控样品配料表

Table 2 The ingredient list of DDT quality control samples

原辅料名称	规格	用量	备注
滴滴涕	标准物质	5 mL	原料
甲醇	色谱级	20 mL	辅料
茶叶	/	1 kg	辅料
无水乙醇	色谱级	5 L	润滑剂

(4) 粉碎过筛

将干燥后的样品转移至粉碎机进行粉碎, 转速 10000 r/min, 时间为 10~15 s。粉碎后的样品过 40 目筛, 进行 2 次混合。

(5) 内包装

内包装采用铝箔袋真空包装, 根据不同用途确定装样量。采用 GB/T 5009.19-2008《食品中有机氯农药多组分残留量的测定》^[9]方法对样品均匀性进行检验, 若样品的均匀性良好, 即对样品进行分装; 若样品的均匀性未达到

要求, 则需对样品再次混合, 直至样品混合均匀。

(6) 外包装

外包装采用铝箔袋进行 2 次抽真空处理, 包装袋标签打印清晰准确。

2.2.2 质控样品中滴滴涕含量的检测

目前可用于滴滴涕农药残留的检测方法主要有气相色谱法(gas chromatographic, GC)^[11,12]、气相色谱-质谱联用法(gas chromatography-mass spectrography, GC-MS)^[13,14]等。本文按照 GB/T 5009.19-2008《食品中有机氯农药多组分残留量的测定》^[9], 样品经正己烷提取, 硫酸净化后, 采用气相色谱电子捕获检测器(gas chromatographic electron capture detector, GC-ECD)检测茶叶质控样品中滴滴涕含量。该方法具有简便快捷、提取效率高、精密度高等优点, 目前已被广泛应用于水、大米以及茶叶等基质中滴滴涕残留量检测^[13,15,16]。

2.2.3 质控样品均匀性检验

按照 JJF 1343-2012《标准物质定值的通用原则及统计学原理》^[17], 随机抽取 10 个样品进行均匀性实验, 每个样品在重复条件下检测 2 次。通过计算组内方差和组间方差判断质控样品均匀性。

2.2.4 质控样品稳定性检验

参照 GB/T 15000.3-2008《标准样品工作导则(3) 标准样品 定值的一般原则和统计方法》^[18], 对质控样品的稳定性进行考察。该质控样品为常温保存, 分别于样品分装完后 0、1、2、4、6、8、10、12 个月考察稳定性, 每个时间点随机抽取 2 个样品, 每个样品平行测定 3 次。以 2 瓶样品测定结果的总平均值作为该时间点稳定性检验结果, 以 0 个月均匀性检验结果的总平均值作为该时间点稳定性检验结果。均匀性研究检验方法与检测方法一致。按照 GB/T 15000.3-2008《标准样品工作导则(3) 标准样品 定值的一般原则和统计方法》^[18]数据统计方法, 采用线性回归趋势分析评估滴滴涕质控样品的稳定性。

2.2.5 定值及不确定性评估

质控样品的定值由 10 个通过资质认定的实验室协作完成, 采用 GB/T 5009.19-2008^[9]作为定值的检测方法。为确保质控样品定值结果的准确性和可溯源性, 各实验室定值过程中必须使用通过计量检定或校准的仪器设备和容量器具以及有证标准物质。每个实验室对该质控样品测定 3 次, 以各实验室检测结果的平均值作为该质控样品的标示值。根据 JJF 1343-2012^[17], 质控样品的不确定度由短期稳定性引入的不确定度、测定值的标准不确定度、瓶间差异引入的不确定度与长期稳定性引入的不确定度组成。因采取多家实验室协作定值的方式, 短期稳定性引入的不确定度已包含在实验室的检测值中, 故可忽略不计。最终的不确定度由以上不确定度的扩展不确定度表示。

3 结果与分析

3.1 质控样品制备方法的选择

目前国内外制备实物农药残留质控样品的主要方式有提取液添加、种养殖和实物基体添加。本研究按照不同实物基质特性选择相应的质控样品制备方法,从而确保制备过程便捷高效。在前期研究中,将香辛料微波干燥后,直接采用基体添加的方式制备固体复合香辛料中罂粟壳质控样品^[19];圆白菜经真空冷冻干燥后,制成蔬菜冻干粉,采用基体添加的方式制备圆白菜中氨基甲酸酯类农药残留质控样品^[20],从而克服蔬菜实物不易保存、运输困难等难题。市售茶叶本身含水量较低,进一步经微波干燥后,通过对茶叶实物加标制备茶叶中滴滴涕质控样品,该方法程序简单,可操作性强,耗时短。采用该方法制备的滴滴涕质控样品能够室温保存,解决了质控样品难以储存、运输不便等问题。通过真空、避光包装保存,抑制微生物反应,有利于质控样品长期稳定保存。随机抽取 6 份质控样品进行水分测定^[10],测定的平均含水量为 2.66%,相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为 2.9%。由此可见,本方法制备的滴滴涕质控样品水分含量低,有利于长期保存。

3.2 质控样品均匀性评估

采用 GB/T 5009.19-2008^[9]方法检测质控样品中滴滴涕含量,测量结果用单因素方差分析法统计处理。方差分析的 F 统计量小于 F 临界值,即认为样品均匀性良好。统计结果见表 3,组间自由度为 9,组内自由度为 10,查 JJF 1343^[17]附录表 B 得到 $F_{0.05}(9, 10)$ 为 3.02,由表 3 可以看出 F 值小于 $F_{0.05}(9, 10)$,表明滴滴涕质控样品组内及组间的均匀性良好,证明样品间不存在显著性差异,能满足实际需要。

3.3 质控样品稳定性考察

参照 JJF 1343^[17], X 表示稳定性考察时间, Y 表示稳定性考察结果,则存在 $Y=\beta_0+\beta_1X$ 。通过 t 检验判断斜率 β_1 与

β_0 之间是否存在显著性差异。如果 $|\beta_1|$ 小于 $t_{(\alpha,n-2)} \times S(\beta_1)$,说明斜率不显著,证明没有观察到不稳定性变化趋势;如果 $|\beta_1|$ 大于 $t_{(\alpha,n-2)} \times S(\beta_1)$,则证明不稳定。统计结果见表 4,自由度为 6 时, $|\beta_1| < t_{(0.95,6)} \times S(\beta_1)$,则斜率 β_1 是不显著的,结果证明在 12 个月内滴滴涕质控样品稳定性良好。质控样品的稳定性只研究至 12 个月,则暂定其保质期为 12 个月,如材料的稳定性得到进一步证明,质控样品有效期还可延长。

3.4 质控样品的定值分析

质控样品的定值由 10 个认可实验室协作完成,采用的检验方法为 GB/T 5009.19-2008^[9],每个实验室对同一样品测定 3 次,各实验室检测结果见表 5。

表 3 滴滴涕质控样品均匀性评估结果
Table 3 The homogeneity assessment results of DDT quality control samples

样本	结果 1 /(mg/kg)	结果 2 /(mg/kg)	组内平均值 /(mg/kg)	总平均值 /(mg/kg)
1	0.487	0.473	0.480	0.485
2	0.463	0.465	0.464	
3	0.503	0.482	0.493	
4	0.488	0.506	0.497	
5	0.478	0.489	0.484	
6	0.461	0.471	0.466	
7	0.482	0.506	0.494	
8	0.489	0.513	0.501	
9	0.508	0.483	0.496	
10	0.476	0.479	0.478	
组间方差	0.000152			
组内方差	0.000149			
F	1.02			
$F_{0.05}(9, 10)$	3.02			

表 4 滴滴涕质控样品稳定性考察结果
Table 4 The stability testing results of DDT quality control samples

时间	0	1	2	4	6	8	10	12
结果平均值/(mg/kg)	0.485	0.489	0.478	0.482	0.475	0.484	0.474	0.482
β_1				-0.000836				
β_0				0.486				
$S(\beta_1)$				0.000450				
$t_{0.95,6}$				2.48				
$t_{0.95,6} \times S(\beta_1)$				0.00112				
结论				$ \beta_1 < t_{0.95,6} \times S(\beta_1)$				

表 5 各实验室质控样品检测结果
Table 5 The results of DDT in different groups

实验室编号	检测结果				标准偏差 $s/\%$
	结果 1/(mg/kg)	结果 2/(mg/kg)	结果 3/(mg/kg)	组内平均值/(mg/kg)	
1	0.480	0.489	0.483	0.484	0.46
2	0.479	0.484	0.470	0.478	0.71
3	0.504	0.491	0.487	0.494	0.89
4	0.486	0.472	0.477	0.478	0.71
5	0.480	0.489	0.486	0.485	0.46
6	0.475	0.469	0.483	0.476	0.70
7	0.503	0.485	0.491	0.493	0.92
8	0.476	0.487	0.480	0.481	0.56
9	0.478	0.474	0.471	0.474	0.35
10	0.508	0.492	0.486	0.495	1.1
总平均值/(mg/kg)			0.484		

对所有数据进行以下统计分析:

(1)柯克伦检验

柯克伦检验是对实验室内变异的检验,对其标准差的最大值进行检验,查看是否存在异常数据。按照 GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)第二部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》^[21],将检验统计量 C 与临界值作比较,若 $C \leq C_{(5\%)}$,则表示测定结果为正确值;若 $C_{(5\%)} < C \leq C_{(1\%)}$,则表示测定结果为可疑值;若 $C > C_{(1\%)}$,则表示结果为离群值,需剔除该值。当实验室数 $P=10$,每个实验室测定数 $n=3$ 时,查 GB/T 6379.2-2004^[21]表 4 得到科克伦检验 5%的临界值为 0.445,1%的临界值为 0.536。由各实验室标准方差中最大观测值计算得到 $C=0.245$, $C < C_{(5\%)}$,则 10 个实验室的检验结果全部通过柯克伦检验。

(2)对 10 个实验室的检测结果均值进行格拉布斯检验

格拉布斯检验主要是对实验室间变异的检验,利用格拉布斯检验分析 10 个实验室检验结果平均值中最大观测值与最小观测值是否为离群值。按照 GB/T 6379.2-2004^[21],将格拉布斯检验统计量 G 与临界值作比较,若 $G \leq G_{(5\%)}$,表示该实验室结果为正确值;若 $G_{(5\%)} < G \leq G_{(1\%)}$,表示该实验室结果为可疑值;若 $G > G_{(1\%)}$,表示该实验室结果为离群值,需剔除该值。当实验室数 $P=10$,查 GB/T 6379.2-2004^[21]表 5 得到格拉布斯检验 5%的临界值为 2.290,1%的临界值为 2.482。经计算,实验室检验结果平均值中最大观测值统计量 G_{1p} 为 0.0711,实验室检验结果平均值中最小观测值统计量 G_{11} 为 0.0505, G_{1p} 和 G_{11} 均小于 $G_{(5\%)}$,则各组数据的均值全部通过格拉布斯检验。

3.5 不确定度分析

根据 JJF 1343-2012^[17],本次质控样品定值引入的不确定度主要包括 4 个方面:短期稳定性引入的不确定度 u_{sts} ;测定值的标准不确定度 u_{char} ;瓶间差异引入的不确定度 u_{bb} ;长期稳定性引入的不确定度 u_{lts} 。因本次质控样品是协同定值,短期稳定性引入的不确定度已包含在实验室的检测值中,故可忽略不计, u_{sts} 为 0。

3.5.1 测定值的标准不确定度

检测数据经柯克伦检验与格拉布斯检验分析,所有数据均可保留并参与最终定值,测定值的标准不确定度 u_{char} 统计结果见表 6。

表 6 不确定度评估表
Table 6 The uncertainty assessment form

不确定度	u_{char}	u_{bb}	u_{lts}	u_{sts}	u_{CRM}
	0.051	0.0013	0.0054	0	0.10

3.5.2 瓶间差异引入的不确定度

通过质控样品均匀性研究,瓶间均匀性已被验证,统计方法采用单因素方差分析,瓶间差异引入的不确定度 u_{bb} 统计结果见表 6。

3.5.3 长期稳定性引入的不确定度

稳定性数据统计采用线性拟合方程模型,质控样品稳定性研究表明 12 个月内样品稳定性良好,长期稳定性引入的不确定度 u_{lts} 统计结果见表 6。

3.5.4 扩展不确定度

根据 JJF 1343-2012^[17],扩展不确定度为 $u_{CRM} = k \times \sqrt{u_{char}^2 + u_{bb}^2 + u_{lts}^2 + u_{sts}^2}$,其中 k 为包含因子,

95%的置信概率时, $k=2$, 统计结果见表 6。

3.6 定值结果的表示

按照 JJF 1343-2012^[17], 完整的定值结果应包含两部分内容, 即标示值和扩展不确定度。本批次滴滴涕质控样品的标准值为(0.484±0.10) mg/kg。

4 讨论与结论

本研究选择高残留、化学性质相对稳定的有机氯类农药作为目标物, 采用基体添加混匀方式制备有机氯类农药残留质控样品。采用本研究方法制备得到的质控样品便于贮藏、运输且在常温下能够长期稳定保存。样品的干燥、真空以及避光保存确保了滴滴涕质控样品的稳定性。样品中农药残留目标物的制备值与测得值较好吻合, 有利于根据目标值生产所需质控样品。本研究建立的质控样品制备技术可用于茶叶中多种有机氯类农药残留质控样品的研制, 为今后开展有机氯农药残留质控样品制备共性关键技术研究提供了数据基础, 有利于农药残留质控样品在国家食品风险监测中真正发挥质量控制的作用, 确保监测数据的准确性。本研究建立的质控样品制备程序在有机氯类农药残留实验室能力验证、技术比武以及快速检测领域的过程质量控制、快检产品评价等快速检测领域具有重要意义。

参考文献

- [1] 姬艳梅, 王小文, 梁宝翠, 等. 土壤中有机氯农药的污染状况与生态毒性研究[J]. 农业灾害研究, 2011, 1(2): 41-43.
Ji YM, Wang XW, Liang BC, *et al.* The pollution of organo-organochlorine pesticide and their ecological ecotoxicity study in soil [J]. J Agric Catastroph, 2011, 1(2): 41-43.
- [2] 池玉林. 快速溶剂萃取-凝胶渗透色谱净化-G 分析土壤中六六六和滴滴涕残留[J]. 环境研究与监测, 2013, 26(4): 23-25, 28.
Chi YL. Rapid solvent extraction-gel permeation chromatography purification - G analysis of soil residues of hexachlorocyclohexane and DDT [J]. Environ Study Monit, 2013, 26(4): 23-25, 28.
- [3] 黄志, 范磊. 快速溶剂萃取-气相色谱法测定土壤中六六六和滴滴涕残留[J]. 化工技术与开发, 2014, 43(22): 46-49.
Huang Z, Fan L. Determination of Residual HCH and DDT in Soil by ASE-GC [J]. Technol Devel Chem Ind, 2014, 43(22): 46-49.
- [4] 陈学斌. 典型污染场地及周边土壤中几种持久性有机污染物环境行为研究[D]. 郑州: 河南农业大学, 2016.
Chen XB. Environmental chemistry behavior of several potential persistent organic pollutants in typical contaminated sites and surrounding soils [J]. Zhengzhou: Henan Agricultural University, 2016.
- [5] GB 2763-2016 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量[S].
GB 2763-2016 National food safety standard-Maximum residue limits for pesticides in food [S].
- [6] 杨波. 我国茶叶出口贸易的影响因素及竞争力提升研究[J]. 福建茶叶, 2017, (1): 44-45.
Yang B. Study on the factors influencing China's tea export trade and the improvement of its competitiveness [J]. Tea Fujian, 2017, (1): 44-45.
- [7] 管曦, 杨江帆. 中国城乡居民茶叶消费对比研究[J]. 茶叶科学, 2015, 35(4): 397-403.
Guan X, Yang JF. Comparative study of tea consumption between urban and rural residents in China [J]. J Tea Sci, 2015, 35(4): 397-403.
- [8] 林建原, 吴晓杰. 气相色谱-质谱法测定果蔬中有机磷农药残留量[J]. 中国食品学报, 2012, (3): 160-166.
Lin JY, Wu XJ. Determination of organochlorine pesticides in fruits and vegetables by gas chromatography-mass spectrometry [J]. J Chin Ins Food Sci Technol, 2012, (3): 160-166.
- [9] GB/T 5009.19-2008 食品中有机氯农药多组分残留量的测定[S].
GB/T 5009.19-2008 Determination of organochlorine pesticide multiresidues in food [S].
- [10] GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定[S].
GB 5009.3-2016 National food safety standard-Determination of moisture in foods [S].
- [11] 赵道辉, 吴品文, 倪蕾, 等. 茶叶中三氯杀螨醇、六六六及 DDT 农药残留量检测与现状分析[J]. 中国卫生检验杂志, 2004, 14(3): 327-328.
Zhao DH, Wu JW, Ni L, *et al.* Determination and analysis of pesticide residues in tea including trichloride, hexanol and DDT [J]. Chin J Health Lab Technol, 2004, 14(3): 327-328.
- [12] 许仁杰, 蔡春平, 丁立平, 等. 双重净化-气相色谱法同时测定蛋及蛋制品中六六六、滴滴涕和指示性多氯联苯[J]. 食品科学, 2016, 37(24): 222-227.
Xu RJ, Cai CP, Ding LP, *et al.* Simultaneous determination of hexachlorocyclohexanes, dichloro diphenyltrichloroethanes and polychlorinated biphenyls in eggs and egg products by double depuration-gas chromatography [J]. Food Sci, 2016, 37(24): 222-227.
- [13] 李志, 焦彦朝, 王兴宁. 气相色谱-质谱联用法测定茶叶中 21 种农药残留[J]. 中国酿造, 2019, 38(3): 181-186.
Li Z, Jiao YC, Wang XN. Determination of 21 pesticide residues in tea by GC-MS [J]. Chin Brew, 2019, 38(3): 181-186.
- [14] 王东, 侯传金, 赵尔成, 等. 分散液液微萃取/气相色谱-质谱法测定蜂蜜中六六六和滴滴涕类农药残留[J]. 色谱, 2015, 33(1): 40-45.
Wang D, Hou CJ, Zhao EC, *et al.* Determination of hexachlorocyclohexane and dichlorodiphenyltrichloroethane residues in honey by gas chromatography-mass spectrometry combined with dispersive liquid-liquid microextraction [J]. Chin J Chromatogr, 2015, 33(1): 40-45.
- [15] 王建萍, 李建兵, 翟士星, 等. 中国茶叶农药残留标准化概况[J]. 中国标准化, 2018, (6): 98-104.
Wang JP, Li JB, Zhi SX, *et al.* The status of Chinese standards for pesticide residue in tea [J]. Chin Standard, 2018, (6): 98-104.
- [16] 史晓梅, 陈士恒, 章晴, 等. 分散固相萃取-气相色谱法测定大米中六六六和滴滴涕残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2014, 5(4): 1117-1124.
Shi XM, Chen SH, Zhang Q, *et al.* Simultaneous determination of hexachlorocyclohexane and dichlorodiphenyltrichloroethane residues in rice by dispersive solid phase extraction and gas chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2014, 5(4): 1117-1124.
- [17] JJF 1343-2012 标准物质定值的通用原则及统计学原理[S].
JJF 1343-2012 General and statistical principles for characterization of reference materials [S].
- [18] GB/T 15000.3-2008 标准样品的工作导则(3)标准样品 定值得一般原

则和统计方法[S].

GB/T 15000.3-2008 Directives for the work of reference materials (3) reference materials-General and statistical principles for certification [S].

[19] 袁磊, 李涛, 林芳, 等. 固体复合香辛料中罂粟壳质控样的制备方法 [J], 食品科学技术学报, 2019, 37(1): 26-34.

Yuan L, Li T, Lin F, et al. Preparation of quality control sample for poppy shell in solid compound spice [J]. J Food Sci Technol, 2019, 37(1): 26-34.

[20] 吕欧, 李涛, 王豆, 等. 氨基甲酸酯类农药残留质控样品的制备与评价-以灭多威为例[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(24): 8499-8503.

Lv O, Li T, Wang D, et al. Preparation and evaluation of quality control samples of carbamate pesticide residues—a case study of methomyl [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(24): 8499-8503.

[21] GB/T 6379.2-2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第二

部分: 确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法[S].

GB/T 6379.2-2004 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results-Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method [S].

(责任编辑: 王 欣)

作者简介



吕 欧, 硕士, 主要研究方向为食品及保健食品检验, 食品安全快速检测技术研究。

E-mail: A992878504@163.com



“食品保鲜与贮藏”专题征稿函

食品保鲜与贮藏对保障食品的品质具有重要意义, 越来越得到国内外学者的广泛关注。

鉴于此, 近期本刊特别策划了“食品保鲜与贮藏”专题, 主要围绕**(1)果蔬、粮食、水产品、禽肉制品等食品保鲜方法、技术; (2)食品在储藏中的生理、生化变化; (3)食品腐败以及控制方法等**或您认为有意义的领域展开讨论, 计划在**2020年7~8月**出版。

我们去年也组织过此专题, 由上海海洋大学的谢晶教授担任专题主编, 于5月见刊, 专题共收录文章17篇, 各方面反响都很不错。

鉴于您在该领域的成就, 学报主编国家食品安全风险评估中心吴永宁研究员及编辑部全体成员特别邀请有关食品领域研究人员为本专题撰写稿件, 以期进一步提升该专题的学术质量和影响力。综述及研究论文均可, 请在**2020年5月10日**前通过网站或E-mail投稿。我们将快速处理并经审稿合格后优先发表。

同时烦请您帮忙在同事之间转发一下, 希望您能够推荐该领域的相关专家并提供电话和E-mail。再次感谢您的关怀与支持!

投稿方式(注明专题**食品保鲜与贮藏**):

网站: www.chinafoodj.com(备注: 投稿请登录食品安全质量检测学报主页-作者登录-注册投稿-投稿选择“专题: **食品保鲜与贮藏**”)

邮箱投稿: E-mail: jfoodsqq@126.com(备注: **食品保鲜与贮藏**专题投稿)

《食品安全质量检测学报》编辑部