

茶叶中联苯菊酯、毒死蜱的测定能力验证 结果与分析

郑悦珊, 简德威, 熊含鸿, 李 南, 陈思敏, 洪泽淳, 刘莹莹, 孙明蔚, 梁旭霞*

(广东省食品检验所, 广州 510435)

摘要: **目的** 通过参加能力验证实验, 提高实验室农药残留检测的能力。 **方法** 优先选择本实验室常用方法, 依据 NY/T 761-2008、GB/T 23204-2008、GB 23200.13-2016 方法, 对样品进行相应的提取净化处理, 随后根据相应的仪器进行定性定量检测分析, 使用仪器比对、方法比对、人员比对、加标回收、质控样品作为质控方法。 **结果** 本次能力验证以 NY/T 761-2008 报出检验结果。样品编号为 18-U804 检测结果为联苯菊酯: 0.214 mg/kg, Z 比分数为-0.4, 毒死蜱为未检出; 样品编号为 18-Y023 检测结果为联苯菊酯为 0.582 mg/kg, Z 比分数为-0.3, 毒死蜱为 0.364 mg/kg, Z 比分数为-0.6, 组织机构判定结果为满意。 **结论** 本次能力验证结果为满意, 说明本实验室对农药残留的检测能力较好。

关键词: 茶叶; 联苯菊酯; 毒死蜱; 能力验证; Z 值

Proficiency testing results and analysis of determination of bifenthrin and chlorpyrifos in tea

ZHENG Yue-Shan, JIAN De-Wei, XIONG Han-Hong, LI Nan, CHEN Si-Min, HONG Ze-Chun, LIU Ying-Ying, SUN Ming-Wei, LIANG Xu-Xia*

(Guangdong Institute for Food Inspection, Guangzhou 510435, China)

ABSTRACT: Objective To ensure and improve the laboratory's ability to determinate pesticide residues by participating in competency verification experiment. **Methods** The samples were extracted and purified according to NY/T 761-2008, GB/T 23204-2008 and GB 23200.13-2016 methods, which were common methods in our laboratory. Qualitative and quantitative testing and analysis were carried out according to the corresponding instruments, using instrument comparison, method comparison, personnel comparison, recycling and quality control samples as quality control methods. **Results** The test results were reported in NY/T 761-2008 for this capability verification. 18-U804 test result for bifenthrin was 0.214 mg/kg, Z score for -0.4, chlorpyrifos did not check out, 18-Y023 test result for bifenthrin was 0.582 mg/kg, Z score for -0.3, and chlorpyrifos was 0.364 mg/kg, Z score for 0.6. The organization judged the result was satisfactory. **Conclusion** The result of this ability verification is satisfactory, which indicates that our laboratory has a good ability to detect pesticide residues.

KEY WORDS: tea; bifenthrin; chlorpyrifos; proficiency testing; Z score

基金项目: 广东省食品药品监督管理局科技创新项目(2018TDB11)、广东省食品检验所科技创新基金项目(2019JS08)

Fund: Supported by the Guangdong Provincial Food and Drug Administration, Science and Technology Innovation Project (2018TDB11), and Guangdong Institute for Food Inspection, Science and Technology Innovation Project (2019JS08)

*通讯作者: 梁旭霞, 博士, 主任技师, 主要研究方向为食品理化检测与食品安全。E-mail: liangxuxia@126.com

*Corresponding author: LIANG Xu-Xia, Ph.D, Chief Technician, Guangdong Institute of Food Inspection, No.1103 Zengcha Road, Baiyun District, Guangzhou 510410, China. E-mail: liangxuxia@126.com

1 引言

茶叶是我国传统的经济作物和出口产品。近年来, 茶叶中的农药残留是我国茶叶出口遇到的主要技术性贸易问题。美、韩等国时有通报在我国出口茶叶中检出联苯菊酯超过允许限量情况。在日常检测的茶叶中联苯菊酯和毒死蜱(在土壤中残留期较长的有机磷农药)的检出率都相对较高。茶叶中联苯菊酯、毒死蜱的残留控制得到高度重视^[1]。

本实验室作为广东省食品的承检机构, 肩负着保障人们食品安全的重要责任, 同时也要求实验室具备相当的技术能力。能力验证是中国计量认证和中国合格评定国家认可委员会认证评审的重要内容, 也作为评价检验检测机构技术能力的重要手段之一, 同时也是监管机构综合评价实验室检测能力的重要手段^[2-5]。能力验证(proficiency testing)已成为评价实验室技术能力的重要手段, 也是实验室内部质量控制的有效补充, 持续加强了重点检验检测领域实验室的能力建设, 并为实验室资质认定的有效性提供坚实的保障^[6-8]。

本次能力验证由中国检验检疫科学研究院测试评价中心组织, 目的是为了检验本实验室的农药残留检测的能力, 提高实验室在农药检测技术方面的竞争力^[9-11]。本次能力验证项目为联苯菊酯和毒死蜱, 其中毒死蜱为有机磷类农药, 联苯菊酯为有机氯类农药^[12-14], 查文献可得联苯菊酯和毒死蜱可同时经电子捕获检测器(electron capture detector, ECD)检测。根据 ACAS-PT658(2018)《茶叶中联苯菊酯、毒死蜱的测定能力验证参试指导书》和日常蔬菜中农药残留检测经验及相关文献, 结合国家检验标准 NY/T 761-2008^[15]、GB/T 23204-2008^[16]和 GB 23200.13-2016^[17]方法进行实验。本文对本次能力验证的实验过程及结果进行分析, 以期对茶叶中联苯菊酯、毒死蜱的相关检验提供参考。

2 材料与方法

2.1 样品来源

样品为铝箔袋密封真空包装的茶叶样品, 约 100 g/袋, 共 2 袋, 编号为 18-U804(以下简称 U)和 18-Y023(以下简称 Y), 由中国检验检疫科学研究院测试评价中心提供。

2.2 仪器与试剂

GC 2010 Plus 气相色谱仪[配电子捕获检测器(ECD), 日本岛津公司]; Agilent 7890B 气相色谱仪[配电子捕获检测器(ECD), 美国安捷伦公司]; GCMS-2010Ultra 气质联用仪、LC-MS-8050 液质联用仪(日本岛津公司); IKARV10 旋转蒸发器、IKAT25 均质器(德国艾卡公司); AutoEVA-60 氮吹仪(厦门睿科公司)。

联苯菊酯标准物质(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$, GSB05-2333-2016, 中国农业部环境保护科研监测所; 98.10%, CXY333856, 美国 Stanford Analytical Chemicals Inc.); 毒死蜱标准物质(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 21307XM, 北京曼哈格公司; 99.89%, G130559, 德国 Dr.Ehrenstorfer 公司); 环氧七氯 B(1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$, P-054S-10X, 美国 Accu Standard Inc.); 果蔬汁中毒死蜱、氯氰菊酯、多效唑、哒螨灵定量分析质控样品(QC-FJ-711, 中国检验检疫科学研究院测试评价中心)

丙酮、二氯甲烷、正己烷(色谱纯, 北京康科德公司); 乙腈、甲醇(色谱纯, 德国默克公司); 甲酸(色谱纯, 北京赛默飞公司); 无水硫酸钠(分析纯, 广州化学试剂厂)。

净化小柱: TPT 柱(2 g/12 mL, 美国 SQ 公司), 弗罗里矽柱(1000 mg/6 mL, 美国 SQ 公司)。

2.3 实验方法

2.3.1 试剂配制

丙酮-正己烷溶液(1:9, V:V): 量取 10 mL 丙酮, 加入到 90 mL 正己烷中, 混合均匀。

乙腈-甲苯溶液(3:1, V:V): 量取 50 mL 甲苯, 加入到 150 mL 乙腈中, 混合均匀。

乙腈-水溶液(3:2, V:V): 量取 10 mL 水, 加入到 15 mL 乙腈中, 混合均匀。

0.1%甲酸水: 移取 1 mL 甲酸加入 1 L 容量瓶, 用水定容, 超声 20 min。

2.3.2 标准溶液的配制

NY/T 761-2008 第 2 部分方法二(以下简称 761): 先将联苯菊酯、毒死蜱标准物质配制标准混合储备液, 用空白样品基质溶液稀释为 0.1、0.2、0.4、0.6、0.8 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

GB/T 23204-2008(以下简称 23204): 先将联苯菊酯、毒死蜱标准物质配制标准混合储备液, 用空白样品基质溶液稀释为 0.05、0.1、0.2、0.6、0.8、1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

GB 23200.13-2016(以下简称 23200.13): 先将联苯菊酯、毒死蜱标准物质配制标准混合储备液, 用空白样品基质溶液稀释为 0.01、0.05、0.1、0.2、0.5、1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

2.3.3 样品前处理

(1)761: 称取 2.00 g 样品加入 20 mL 乙腈, 高速匀浆提取 2 min, 过滤至装有 3~6 g 氯化钠的具塞量筒中, 残渣再用 20 mL 乙腈再次提取, 合并乙腈层, 旋至近干, 用 2 mL 正己烷复溶, 弗罗里矽柱用 5 mL 丙酮-正己烷溶液(1:9, V:V)活化后, 加入待净化液, 用 10 mL 丙酮-正己烷溶液(1:9, V:V)洗脱, 收集洗脱液, 氮吹浓缩近干, 用正己烷复溶定容至 2 mL。

(2)23204: 称取 5.00 g 样品加入 15 mL 乙腈, 高速匀浆提取 1 min, 取上清液, 残渣再用 15 mL 乙腈再次提取, 合并上清液, 旋至约 1 mL, 将浓缩液加入 TPT 柱[加入 2 cm 无水硫酸钠, 并经 10 mL 乙腈-甲苯溶液(3:1, V:V)洗涤柱], 润洗鸡心瓶后, 用 25 mL 乙腈-甲苯溶液(3:1, V:V)洗

脱, 收集洗脱液, 40 °C 旋蒸浓缩后用正己烷进行溶剂交换, 加入 40 μ L 内标混匀, 正己烷定容 1 mL。

(3)23200.13: 称取 2.00 g 样品加入 15 mL 乙腈, 高速匀浆提取 1 min, 取上清液, 残渣再用 15 mL 乙腈再次提取, 合并上清液, 旋至近干, 氮吹至干, 加入 5 mL 乙腈溶解残余物, 取其中 1 mL 加入 TPT 柱(加入 2 cm 无水硫酸钠, 并经 10 mL 乙腈-甲苯溶液(3:1, V:V)洗涤柱, 润洗鸡心瓶后, 用 25 mL 乙腈-甲苯溶液(3:1, V:V)洗脱, 收集洗脱液, 40 °C 旋蒸浓缩近干, 氮吹至干, 1 mL 乙腈-水溶液溶解残渣, 经 0.2 μ m 微孔滤膜过滤定容 1 mL。

2.3.4 仪器条件

(1)761: 仪器设备为 2010Plus 气相色谱仪, 色谱柱信息: HP-5(0.25 μ m \times 0.32 mm, 30 m); 进样口类型为不分流进样, 温度为 250 °C; 检测器类型为 ECD, 温度为 250 °C; 柱温箱升温程序为 50 °C 保持 1 min 以 25 °C/min 升至 125 °C, 再以 7 °C/min 升至 300 °C 保持 7 min; 载气流量为 1.69 mL/min。

仪器设备为 Agilent 7890B 安捷伦气相色谱仪, 色谱柱信息: DB-17(1 μ m \times 0.53mm, 30 m); 进样口类型为不分流进样, 温度为 220 °C; 检测器类型为 ECD, 温度为 320 °C; 柱温箱升温程序为 150 °C 保持 2 min 以 2 °C/min 升至 190 °C 保持 2 min, 再以 7 °C/min 升至 250 °C 保持 12.5 min; 色谱柱流量为 6 mL/min, 总流量为 15 mL/min。

(2)23204: 仪器设备为 GC-MS-2010Ultra 气质联用仪, 色谱柱信息: RTX-1701(0.25 μ m \times 0.25 mm, 30 m); 进样口类型为不分流进样, 温度为 220 °C; 离子源为 EI 源, 温度为 230 °C; 柱温箱升温程序为 70 °C 保持 1 min, 以 30 °C/min 升至 130 °C, 以 5 °C/min 升至 250 °C, 再以 10 °C/min 升至 300 °C 保持 5 min; 载气流量为 1.2 mL/min。

(3)23200.13: 仪器设备为 LC-MS-8050 液质联用仪,

色谱柱信息: C₁₈(2.1 mm \times 100 mm, 1.7 μ m); 流动相: A: 0.1% 甲酸水, B: 乙腈, 流速 0.3 mL/min; 梯度洗脱程序为在 0~3 min 内流动相 B 由 10% 升至 95%, 3~4 min 流动相 B 保持 95%, 4~4.01 min, 流动相 B 由 95% 降至 10%, 4.01~5 min 流动相 B 保持 10%。

3 结果与分析

按照 761、23204 和 23200.13 各个方法对样品 U 和 Y 进行前处理, 并且进行加标回收实验, 对比各方法的检测结果选择合适的方法对样品进行前处理及检测; 比较溶剂校正和基质校正的结果有无差异, 选择合适的校正方法, 对选择的校正方法曲线的线性关系进行分析; 同时对样品进行 2 个浓度的加标回收实验、质控样品实验、人员比对、仪器比对以及方法比对, 验证样品的检测结果; 最后对本实验室的检测结果和 Z 值进行分析。

3.1 预实验

分别按照 761、23204 和 23200.13 方法对样品 U 和 Y 进行前处理, 同时对 U 样品进行加标实验(加标量为 0.2 mg/kg), 将处理所得的样液按照 761 和 23204 方法的仪器条件上机检测, 对比各方法的检测结果(见图 1、2)。

由表 1 可知, 所采用的前处理方法在 2010 Plus、GCMS-2010Ultra 以及 LC-MS-8050 液质联用仪所得的毒死蜱及联苯菊酯的加标回收率均满足 GB/T 27404-2008 的要求(该含量水平的回收率范围为 80%~110%)^[18], 其中联苯菊酯在 Agilent 7890B 上的回收率较低, 采用 23200.13 方法只能测得毒死蜱一个项目, 23204 回收率较好但是前处理较为繁琐, 故采用 761 前处理方法在 2010 Plus 气相色谱仪上进行检测。

表 1 预实验检测结果及加标回收率
Table 1 Detection results and recoveries of labeling of preliminary experiments

上机仪器	项目	前处理	U-1/(mg/kg)	U-2/(mg/kg)	Y-1/(mg/kg)	Y-2/(mg/kg)	回收率/%
2010 Plus 气相色谱仪	毒死蜱	761	ND	ND	0.362	0.364	104.2
	联苯菊酯	761	0.223	0.212	0.566	0.554	103.0
GCMS-2010Ultra 气质联用仪	毒死蜱	23204	ND	ND	0.324	0.320	93.8
	联苯菊酯	23204	0.185	0.179	0.533	0.515	104.7
LC-MS-8050 液质联用仪	毒死蜱	23200.13	ND	ND	0.322	0.335	90.0
	联苯菊酯	23200.13	-	-	-	-	-
Agilent 7890B 气相色谱仪	毒死蜱	761	ND	ND	0.302	0.32	99.5
	联苯菊酯	761	0.166	0.146	0.498	0.559	70.5

注: ND 为未检出; - 为该项目在该仪器上无法读出数据。

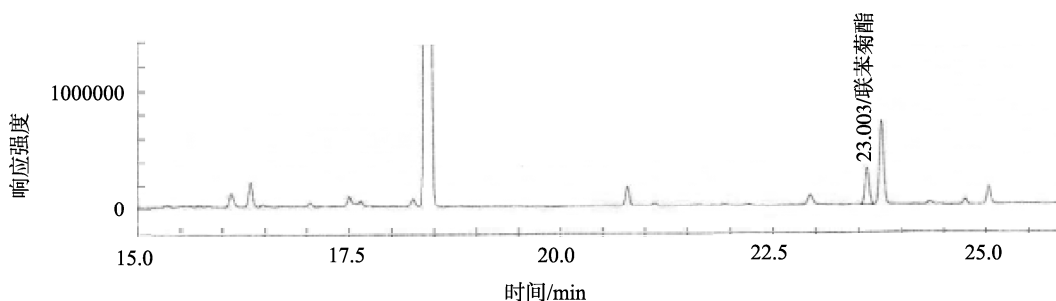


图 1 样品 U 气相图谱

Fig.1 Gas phase diagram of sample U

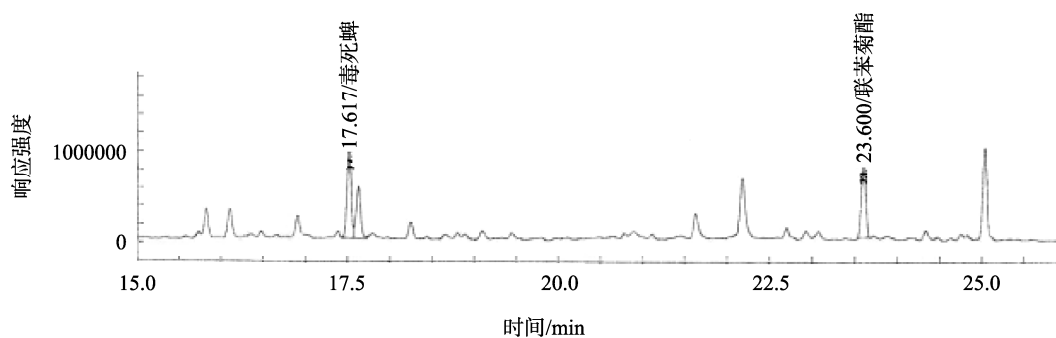


图 2 样品 Y 气相图谱

Fig.2 Gas phase diagram of sample Y

表 2 溶剂与基质标准曲线校正结果

Table 2 Correction results of standard curve of solvent and matrix

项目		U-1/(mg/kg)	U-2/(mg/kg)	Y-1/(mg/kg)	Y-2/(mg/kg)	回收率/%
毒死蜱	溶剂曲线	ND	ND	0.356	0.360	117.0
	基质曲线	ND	ND	0.309	0.312	104.2
联苯菊酯	溶剂曲线	0.247	0.235	0.628	0.615	112.0
	基质曲线	0.223	0.212	0.566	0.554	103.0

注: ND 为未检出; 加标量为 0.2 mg/kg。

3.2 标准曲线的选择

同时按照 761 的方法配制溶剂以及空白样品基质溶液标准曲线进行校正样品以及计算其相应的加标回收率。由表 2 可知, 采用基质曲线校正样品的回收率为 103.0%~104.2%, 溶剂标准曲线校正的样品回收率为 112.0%~117.0%, 均满足 GB/T 27404-2008 的要求, 但是考虑到茶叶基质的复杂性, 采用基质曲线进行校正可以尽可能避免因基质复杂引起的检测结果差异, 故采用基质曲线进行校正。

3.3 线性关系

用 761 方法的标准系列进行测定, 制作标准曲线, 其

线性回归方程和相关系数见表 3。毒死蜱和联苯菊酯的标准曲线相关系数 r 均大于 0.99, 满足 GB/T 27404-2008 对于确证方法校准曲线的要求。

3.4 加标回收实验

分别称取 U 样品, 加入毒死蜱、联苯菊酯标准储备液, 毒死蜱加标量为 0.2 mg/kg 和 0.4 mg/kg, 联苯菊酯加标量为 0.2 mg/kg 和 0.6 mg/kg, 经 761 方法前处理及仪器条件进行检测, 结果如表 4。毒死蜱的加标回收率在 98.8%~107.0% 之间, 联苯菊酯的加标回收率在 101.0%~105.3% 之间, 满足 GB/T 27404-2008 的要求(该含量水平的回收率范围为 80%~110%)。

表 3 线性回归方程和相关系数

Table 3 The linear equations and correlation coefficients

方法	项目	线性方程	相关系数 r
761	毒死蜱	$Y=1.08677 \times 10^7 X$	0.9994
	联苯菊酯	$Y=5.702687 \times 10^6 X$	0.9998

表 4 加标回收实验结果

Table 4 Results of recovery

项目	本底值	加标量/(mg/kg)	测定值/(mg/kg)	回收率/%
毒死蜱	ND	0.2	0.202	101.5
			0.214	107.0
			0.395	98.8
		0.4	0.414	103.5
			0.416	101.0
			0.424	105.0
联苯菊酯	0.214	0.6	0.824	101.7
			0.846	105.3

3.5 质控样品实验

称取质控样 QC-FJ-711 与 U、Y 样品同时进行前处理和上机检测(质控样品中有毒死蜱测试项目), 质控样品的结果如表 5。结果表明, 采用 761 方法测定质控样品, 其毒死蜱的测定结果基本一致, 且在质控样品特性值区间范围内, 测定值与质控样的特性值差值为 0.0003 mg/kg, 符合能力评定标准差, 均在参考值范围内, 说明采用实验方案对前处理和仪器测定方法的选择是合适的, 采用 761 方法对毒死蜱、联苯菊酯进行测定, 其结果是准确的。

3.6 方法比对、仪器比对和人员比对

对 761 法和 23200.13 法进行方法比对, 采用 23204 法进行人员比对, 对 761 法进行人员比对, 结果如表 6。由表 6 可知, 仪器比对毒死蜱的平均值相对相差为 1.6%, 联苯菊酯平均值相对相差为 0.9%, 仪器比对的结果差异小于 10%, 表明测定结果受到仪器的影响较小; 方法比对的测定结果平均值相对相差为 10.7%, 方法比对的结果差异大于 10%, 可能是茶叶基质比较复杂, 761 和 23200.13 两个方法净化条件不一, 所用的净化柱不一样, 净化效果不一样, 受到样品基质的影响不同; 人员比对的结果平均值相对相差为 2.7%, 人员比对的结果差异小于 10%, 表明测定结果受到实验人员差异的影响较小。

表 5 质控样品实验结果

Table 5 Results of reference material

实验组序号	质控样品测定值/(mg/kg)	质控样品特性值/(mg/kg)	能力评定标准差/(mg/kg)	特性值区间/(mg/kg)	测定值与特性值差值/(mg/kg)	相对标准偏差/%
1	0.0119	0.0116	0.0025	0.0067~0.0166	0.0003	2.6
2	0.0119				0.0003	2.6

表 6 能力验证的实验组别

Table 6 Experimental group of ability verification

实验组序号	实验员	测定方法	仪器	含量/(mg/kg)	
				毒死蜱	联苯菊酯
1	A	761	GC 2010 Plus	0.364	0.582
2	A	761	Agilent7890B	0.370	0.577
3	A	761	GC 2010 Plus	0.214	-
4	A	23200.13	LC-MS-8050	0.327	-
5	B	23204	GCMS-2010Ultra	ND	0.188
6	C	23204	GCMS-2010Ultra	ND	0.183

3.7 样品含量值的确定与评价

以 761 法的检测结果作为报出值。本次能力验证共有 49 个实验室参加, 其中参与联苯菊酯结果统计的实验室有 41 个, 参加毒死蜱结果统计的实验室有 37 个, 本实验室 18-U804 测定结果为毒死蜱为未检出, 联苯菊酯为 0.214 mg/kg, Z 值为-0.4; 18-Y023 测定结果为毒死蜱为 0.364 mg/kg, Z 值为-0.6, 联苯菊酯为 0.582 mg/kg, Z 值为-0.3, 实验代码为 003, 当 $|Z| \leq 2.0$ 为满意结果, $2.0 < |Z| < 3.0$ 为可疑结果, $|Z| \geq 3.0$ 为不满意结果, 本实验室实验结果为满意(具体见图 3~5)。

实验数据表明, 对于 18-U804 和 18-Y023 样品中的毒死蜱和联苯菊酯的测定中, 采用基质曲线进行校正, 毒死蜱基质曲线 $r=0.9994$, 联苯菊酯 $r=0.9998$, 均大于 0.99, 线性关系良好; 采用加标回收实验、质控样品实验、加标回

收实验、人员比对、仪器比对以及方法比对的手段对实验验证结果进行验证。对 U 样品进行 2 个浓度的加标回收实验, 其中毒死蜱的加标回收率在 98.8%~107.0%之间, 联苯菊酯的加标回收率在 101.0%~105.3%之间, 均满足 GB/T 27404-2008 的要求; 质控样品实验中毒死蜱的测定结果在质控样品特性值区间范围内, 符合能力评定标准差; 仪器比对毒死蜱的平均值相对相差为 1.6%, 联苯菊酯平均值相对相差为 0.9%, 测定结果受到仪器的影响较小; 人员比对的结果平均值相对相差为 2.7%, 测定结果受到实验人员差异的影响较小; 方法比对的测定结果平均值相对相差为 10.7%, 可能是茶叶基质比较复杂, 761 和 23200.13 两个方法净化条件不一, 所用的净化柱不一样, 净化效果不一样, 受到样品基质的影响不同; 通过以上实验的对实验结果进行验证, 可得实验结果准确性较高。

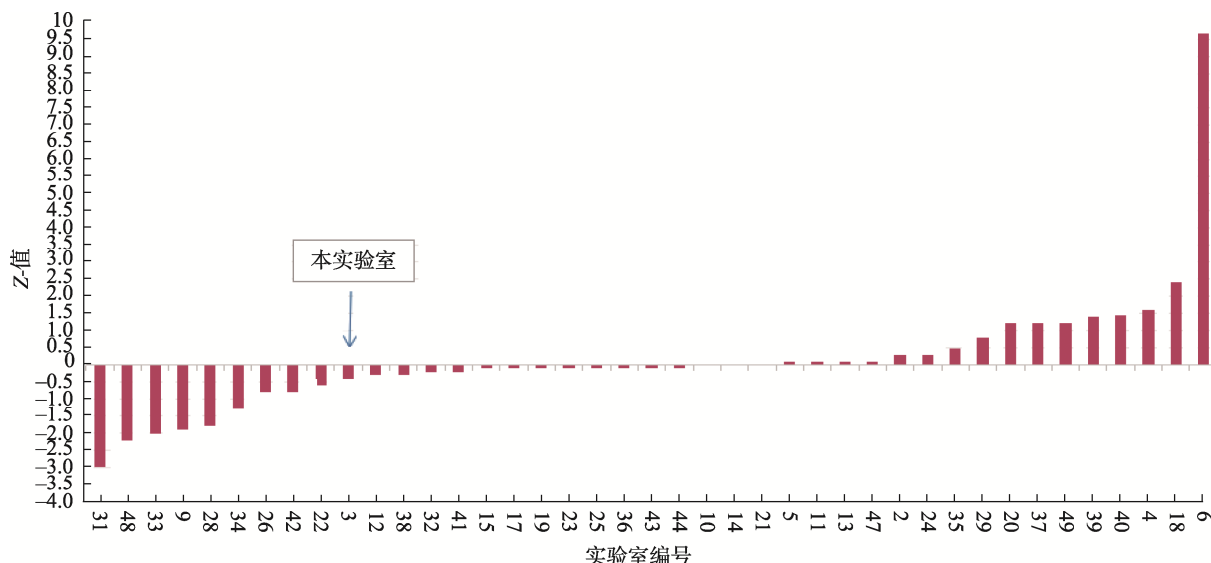


图 3 18-U804 中联苯菊酯 Z 值柱状分布图
Fig.3 Bifenthrin of Z-score for cadmium in 18U-804

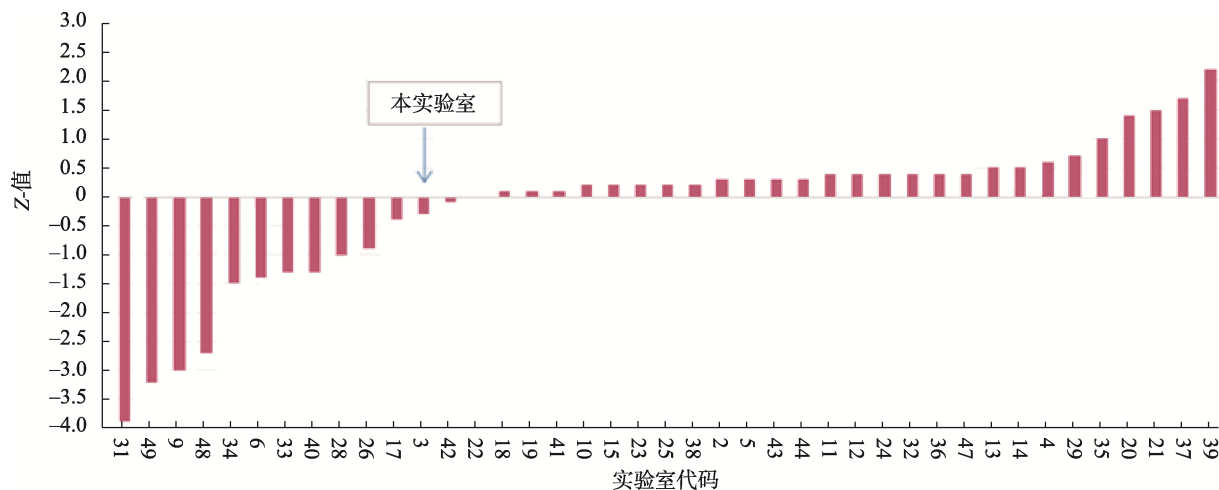


图 4 18-Y023 中联苯菊酯 Z 值柱状分布图
Fig.4 Bifenthrin of Z-score for cadmium in 18-Y023

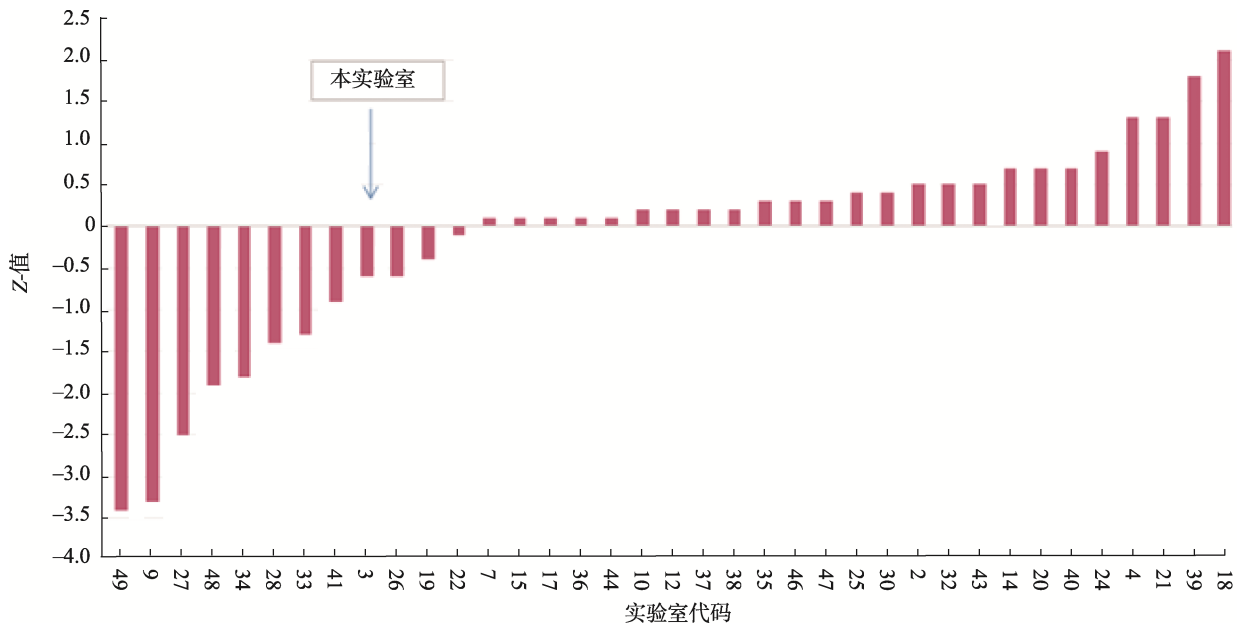


图 5 18-Y023 中毒死蜃 Z 值柱状分布图

Fig.5 Chlorpyrifos of Z-score for cadmium in 18-Y023

4 结论与讨论

本次中国检验检疫科学研究院测试评价中心组织的 ACAS-PT658(2018)茶叶中联苯菊酯、毒死蜃的测定能力验证实验中, 结果满意。

本实验室采用加标回收实验、质控样品实验、加标回收实验、人员比对、仪器比对以及方法比对的手段对实验验证结果进行验证, 实验结果准确性较高。但是方法比对的结果差异大于 10%, 往后可改进实验方法, 探索引起方法比对之间差异性较大的原因, 同时也可改善样品的前处理过程, 尽可能避免因基质复杂引起的差异性, 使检验结果更准确。

参考文献

- [1] 余孔捷, 蔡春平, 杨方, 等. 茶叶中联苯菊酯、毒死蜃残留量的测定能力验证分析[J]. 化学分析计量, 2011, 20(2): 65-67.
Yu KJ, Cai CP, Yang F, *et al.* Determination of bifenthrin and chlorpyrifos residues in tea leaves: A validation analysis [J]. Chem Anal Metrol, 2011, 20(2): 65-67.
- [2] 熊含鸿, 洪泽淳, 李南, 等. 2017 年广东省示范超市蔬菜中农药残留调查及风险评估[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(12): 2928-2934.
Xiong HH, Hong ZC, Li N, *et al.* Analysis and risk assessment of pesticide residues in vegetable at model market in Guangdong province in 2017 [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(12): 2928-2934.
- [3] 陈科, 陈晓敏, 胡文敏, 等. 米粉中 γ -六六六农药残留盲样考核的结果分析和整改措施[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(12): 2914-2919.
Chen K, Chen XM, Hu WM, *et al.* Results analysis and the rectification of the blind sample assessment of γ -hexachlorocyclohexane in rice flour [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(12): 2914-2919.

- [4] 杨志群, 唐毅, 陈海燕, 等. 从氨氮的能力验证可疑结果看实验室管理[J]. 食品安全质量检测学报, 2017, 8(6): 2336-2339.
Yang ZQ, Tang Y, Chen HY, *et al.* Laboratory management from the proficiency testing suspicious results of ammonia nitrogen [J]. J Food Saf Qual, 2017, 8(6): 2336-2339.
- [5] 周崇黎, 张雷. 常见能力验证不满意结果原因分析及对策[J]. 现代测量与实验室管理, 2013, (3): 38-39.
Zhou CC, Zhang L. Cause analysis and countermeasures of unsatisfactory results of common ability verification [J]. Adv Meas Lab Manag, 2013, (3): 38-39.
- [6] 林立民, 刘萍萍, 马文丽, 等. 能力验证与实验室质量管理实践研究[J]. 食品安全质量检测学报, 2013, 4(4): 1288-1291.
Lin LM, Liu PP, Ma WL, *et al.* Competence verification and laboratory quality management practice research [J]. J Food Saf Qual, 2013, 4(4): 1288-1291.
- [7] 毛燕, 闫林. 实验室参加能力验证活动的意义分析[J]. 食品安全质量检测学报, 2014, 5(9): 2958-2961.
Mao Y, Yan L. Analysis of the significance of laboratory participation in competence verification activities [J]. J Food Saf Qual, 2014, 5(9): 2958-2961.
- [8] 张建忠, 时晓剑, 贾鑫. 高效液相色谱同时测定吡虫啉和多菌灵农药残留能力验证方法研究[J]. 河南农业, 2018, (32): 62-63.
Zhang JZ, Shi XJ, Jia X. Study on the verification method for simultaneous determination of imidacloprid and polymycelium residues by HPLC [J]. Henan Agric, 2018, (32): 62-63.
- [9] 周顺珍, 郭灿, 周国兰, 等. 实验室盲样考核过程中的质量控制[J]. 贵州茶叶, 2016, 44(2): 16-17.
Zhou SZ, Guo C, Zhou GL, *et al.* Quality control of unknown sample test in laboratory [J]. J Guizhou Tea, 2016, 44(2): 16-17.
- [10] 缪晓丹, 范珺, 叶小君. 气相色谱法对添加盲样的大白菜进行分析检测[J]. 浙江农业科学, 2018, 59(2): 322-323.

- Miao XD, Fan J, Ye XJ. The gas chromatography is analyzing the addition of the blind cabbage [J]. Zhejiang Agric Sci, 2018, 59(2): 322-323.
- [11] 张冷思, 徐春奎, 丁立彤, 等. 浅析农药残留检测能力验证注意事项 [J]. 中国检验检测, 2018, 26(4): 71-72.
Zhang LS, Xu CK, Ding LT, *et al.* Pesticide residue detection ability verification notes [J]. Chin Inspect Body Lab, 2018, 26(4): 71-72.
- [12] 张潜, 郭学炜. 果蔬汁中毒死蜱农药残留测定的质量控制 [J]. 中国卫生检验杂志, 2018, 28(20): 2556-2558.
Zhang Q, Guo XW. The quality control of the remains determined by the death of the fruit and vegetable juices [J]. Chin J Health Lab Technol, 2018, 28(20): 2556-2558.
- [13] 乔菲, 金红宇, 项新华, 等. 人参中 17 种有机氯农药残留测定能力验证分析 [J]. 药物分析杂志, 2018, 38(6): 1024-1028.
Qiao F, Jin HY, Xiang XH, *et al.* Evaluation of results in proficiency testing for determination of 17 organochlorine pesticides in ginseng [J]. Chin J Pharm Anal, 2018, 38(6): 1024-1028.
- [14] 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 foods [S].
- [15] NY/T 761-2008 蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定 [S].
NY/T 761-2008 Pesticide multiresidue screen methods for determination of organophosphorus pesticides, organochlorine pesticides, pyrethroid pesticides and carbamate pesticides in vegetables and fruits [S].
- [16] GB/T 23204-2008 茶叶中 519 种农药及相关化学品残留量的测定 气相色谱-质谱法 [S].
GB/T 23204-2008 Determination of residues of 519 pesticides and related chemicals in tea gas chromatography-mass spectrometry [S].
- [17] GB 23200.13-2016 食品安全国家标准 茶叶中 448 种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-质谱法 [S].
GB 23200.13-2016 National food safety standard-Determination of residues of 448 pesticides and related chemicals in tea-Liquid chromatography-mass spectrometry [S].
- [18] GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检测 [S].
GB/T 27404-2008 Criterion on quality control of laboratories-Chemical testing of food [S].

(责任编辑: 于梦娇)

作者简介



郑悦珊, 主要研究方向为食品理化检测与分析。

E-mail: 837177508@qq.com



梁旭霞, 博士, 主任技师, 主要研究方向为食品理化检测与食品安全。

E-mail: liangxuxia@126.com