

茶叶中的甲氰菊酯、噻嗪酮含量的测定 能力验证研究

张娇娇, 王瑞国, 许育民*, 冯 晖, 王六强
(河南省食品工业科学研究所有限公司, 郑州 450000)

摘要: **目的** 通过参加 CNCA-20-01“茶叶中的甲氰菊酯、噻嗪酮含量的测定”能力验证, 提高实验室对茶叶中的甲氰菊酯、噻嗪酮的检测能力。**方法** 样品经乙腈提取后净化, 分别采用气相色谱法(gas chromatography, GC)和气相色谱串联质谱法(gas chromatography-tandem mass spectrometry, GC-MS/MS)进行检测比对, 并通过多种质量控制措施对测定结果进行验证。**结果** CNCA-20-01 样品中甲氰菊酯和噻嗪酮的测定结果分别为 16.927 mg/kg 和 21.349 mg/kg; Z 值分别为 -0.45、-0.94, |Z| 均小于 2。**结论** 实验检测能力评价结果为满意, 表明本实验室对于茶叶中甲氰菊酯、噻嗪酮含量的定量测定能力较好。

关键词: 茶叶; 甲氰菊酯; 噻嗪酮; 能力验证

Study on the proficiency testing of determination of fenpropathrin and buprofezin content in tea

ZHANG Jiao-Jiao, WANG Rui-Guo, XU Yu-Min*, FENG Hui, WANG Liu-Qiang

(Research Institute of Henan Food Industry Scientific Co. Ltd., Zhengzhou 450000, China)

ABSTRACT: Objective To improve the laboratory's ability to determinate fenpropathrin and buprofezin in tea by participating in the capability verification of CNCA-20-01 *Determination of fenpropathrin and buprofezin in tea*. **Methods** The samples were extracted with acetonitrile and purified. The gas chromatography and gas chromatography-tandem mass spectrometry were used for detection comparison, and the determination results were verified by multiple quality control measures. **Results** The assay results for fenpropathrin and buprofezin in CNCA-20-01 were 16.927 mg/kg and 21.349 mg/kg, respectively. Z values were -0.45 and -0.94, respectively, |Z| was less than 2. **Conclusion** The evaluation result of experimental detection ability is satisfactory, which indicates that our laboratory has good quantitative determination ability for fenpropathrin and buprofezin in tea.

KEY WORDS: tea; fenpropathrin; buprofezin; proficiency testing

0 引言

我国是茶叶生产大国, 也是茶叶出口第二大国, 种植面积和产量位居世界首位^[1]。近年来, 茶叶的农药残留超标情况已成为影响我国茶叶出口的主要因素, 也极大地影

响我国茶叶市场竞争力^[2]。在普通茶叶生产过程中采用农药预防病虫害较为普遍^[3-4], 如甲氰菊酯, 属于拟除虫菊酯类农药, 广泛用于茶叶的虫螨防治, 是一种高效、低毒、低残留的拟除虫菊酯类杀虫剂^[5]。而噻嗪酮, 是一种噻二嗪类昆虫生长调节剂, 属昆虫蜕皮抑制剂。通过抑制壳多

*通信作者: 许育民, 高级工程师, 主要研究方向为食品生产。E-mail: 254810839@qq.com

*Corresponding author: XU Yu-Min, Senior Engineer, Research Institute of Henan Food Industry Scientific Co. Ltd., Zhengzhou 450000, China. E-mail: 254810839@qq.com

糖合成和干扰新陈代谢,使害虫不能正常蜕皮和变态而逐渐死亡,具有高活性、高选择性、长残效期的特点。甲氰菊酯和噻嗪酮在我国茶区使用广泛,也是目前我国出口茶叶中严重超标的农药品种之一。因此,能否准确检测茶叶中甲氰菊酯和噻嗪酮的含量具有十分重要的意义。

能力验证(proficiency testing, PT)是科学评价实验室检测和质量控制能力的有力手段^[6],是实现实验室能力进行考核监督和确认的一种验证活动,也是判定实验室和检测机构能力的唯一外部质量控制能力的活动^[7-10]。能力验证的主要内容是利用实验室间比对,按照预先制定的准则评价参加者的能力^[11-14],基于能力验证的设计目标,制备满足目标要求的样品,并选择与之适宜的统计方法和评价模式^[15]。其目的和作用是:提升检测能力、监控实验室运行状态,确保检测数据的科学性和合理性、增加客户对实验室检测能力的信任,维持检测机构间的相互认可^[16-18],从而提高实验室知名度,保障实验室持续发展和能力建设^[19],定期参加能力验证也是资质认定、机构考核等检验检测机构的特定要求^[20]。

为了验证并提高本实验室对茶叶中甲氰菊酯、噻嗪酮的定量测定能力,本实验室参加了由国家市场监督管理总局组织的、中国测试技术研究院组织的茶叶中甲氰菊酯、噻嗪酮含量检测的能力验证。本研究对本次能力验证的关键环节:实验方案设计、定量测定结果分析和质量控制措施进行分析,讨论检测过程中分析及解决问题的思路与方法,总结经验,尤其是本研究所提及的质控方式和注意事项可为各同行实验室提供借鉴与参考,以期指导实验室能力验证工作的开展。

1 材料与方 法

1.1 仪器与试剂

能力验证样品:编号为 2099 号,本次能力验证计划共 2 份茶叶样品,其中考核样品 1 份,空白基质(绿茶)1 份,均采用自封袋和铝箔袋双层包装,经 3~4 d 运输到达实验室。本次能力验证样品已通过均匀性检验和其他有关验证。收到的样品于低温、干燥、密封条件下保存。

正己烷、乙腈、甲醇、丙酮、二氯甲烷(色谱级,上海安谱实验科技股份有限公司);无水硫酸钠(分析纯,天津市光复科技发展有限公司)(650 °C 灼烧 4 h,贮于干燥器中,冷却后备用);甲苯(优级纯,吴江市华誉化工有限公司);甲氰菊酯标准品、噻嗪酮标准品(1000 μg/mL,相对扩展不确定度 2%,北京坛墨质检科技有限公司);实验用水均为超纯水。

GC-2010 Plus 气相色谱仪,配 ECD 检测器、GC-2010 Plus-GCMS-TQ8030 气相色谱质谱联用仪(日本岛津公司);DB-5 柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm)、DB-5MS 柱(30 m×

0.25 mm×0.25 μm)(美国安捷伦科技有限公司);Cleanert TPT 固相萃取柱(2 g/12 mL,上海安谱实验科技股份有限公司);TCL-10 B 离心机(上海安亭科学仪器厂);IKA T 25 分散机(德国 IKA 公司)。

1.2 实验方法

本次能力验证活动要求实验室按日常检测程序检测茶叶样品中的甲氰菊酯和噻嗪酮残留量,组织单位在本次能力验证中给出甲氰菊酯的含量范围在 5.0~30.0 mg/kg 之间,噻嗪酮的含量范围在 5.0~50.0 mg/kg 之间,本次能力验证推荐采用的标准方法包括 GB/T 23376—2009《茶叶中农药多残留测定 气相色谱/质谱法》、GB 23200.113—2008《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/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》、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》等。本实验室日常检测茶叶中农药残留所采用的标准以 GB/T 23204—2008 为主,对该标准中的实验操作更熟练,因此该次能力验证采用 GB/T 23204—2008 作为检测标准进行检测。

1.2.1 仪器测定条件

(1)气相色谱条件

载气:氮气(N₂);进样方式:不分流进样;柱流速 1.25 mL/min;进样口温度:220 °C;检测器温度:300 °C;柱温箱升温程序:起始温度 80 °C,保持 1 min,以 20 °C/min 上升至 260 °C,保持 5 min,以 10 °C/min 上升至 280 °C,保持 1 min;检测器:电子俘获检测器(electron capture detector, ECD);进样量:1 μL。甲氰菊酯和噻嗪酮的保留时间、线性方程及相关系数见表 1。甲氰菊酯和噻嗪酮标准品的气相色谱图见图 1。

(2)气相色谱串联质谱条件

载气:He;进样方式:不分流进样;柱流速 1.69 mL/min;进样口温度:250 °C;离子源:EI 源;离子源温度:230 °C;柱温箱升温程序:起始温度 50 °C,保持 1 min,以 30 °C/min 上升至 150 °C,以 10 °C/min 上升至 300 °C,保持 5 min;溶剂延迟时间:4 min;进样量:1 μL;采集方式:SIM 特征离子。甲氰菊酯和噻嗪酮的保留时间、特征离子、线性方程及相关系数见表 2。甲氰菊酯和噻嗪酮标准品的气质色谱图见图 2。

表 1 甲氰菊酯、噻嗪酮保留时间、线性方程和相关系数
Table 1 Retention time, linear equations and correlation coefficients of fenpropathrin and buprofezin

化合物名称	保留时间/min	线性方程	相关系数 r^2
甲氰菊酯	16.981	$Y=2.260X$	0.977
噻嗪酮	15.722	$Y=132038X$	0.999

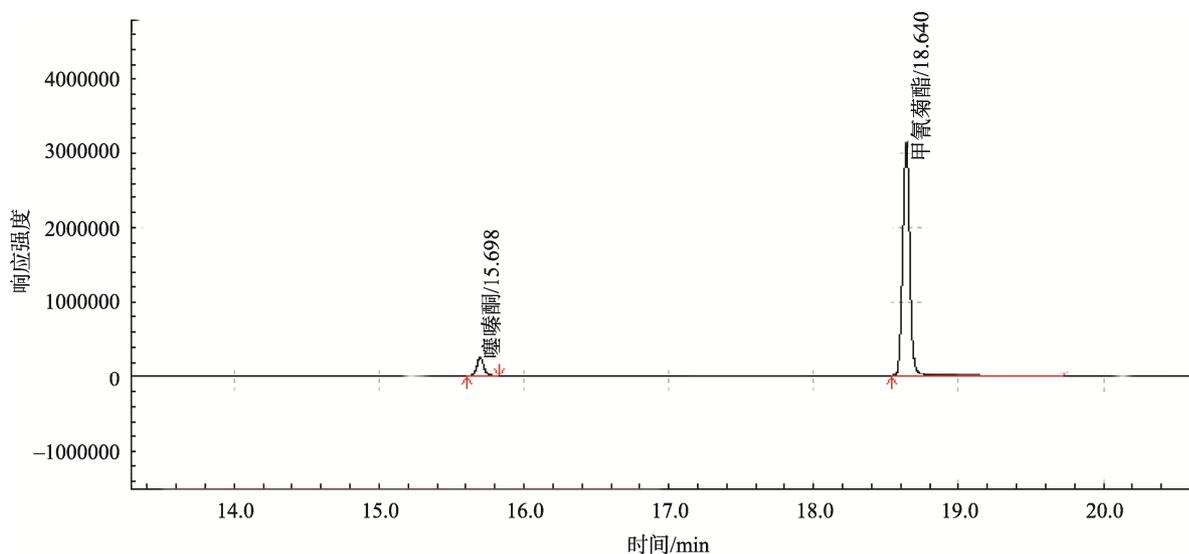


图 1 甲氰菊酯和噻嗪酮标准品的气相色谱图

Fig.1 Gas chromatography of fenpropathrin and buprofezin standards

表 2 甲氰菊酯、噻嗪酮保留时间、特征离子、线性方程和相关系数

Table 2 Retention time, characteristic ions, linear equations and correlation coefficients of fenpropathrin and buprofezin

化合物名称	保留时间/min	特征离子(m/z)	线性方程	相关系数 r^2
甲氰菊酯	16.981	172,175,305	$Y=8.796733X-62.81644$	0.984
噻嗪酮	14.464	181,265,141	$Y=2.856822X-2.548396$	0.991

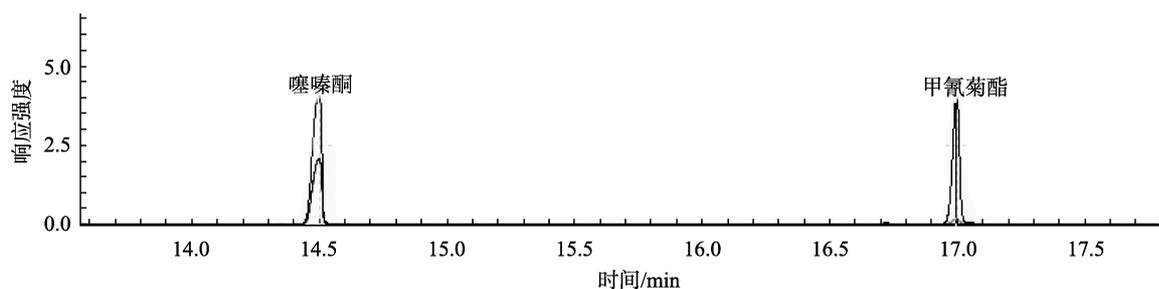


图 2 甲氰菊酯和噻嗪酮标准品的气相色谱串联质谱色谱图

Fig.2 Gas chromatography tandem mass spectrometry chromatogram of fenpropathrin and buprofezin standards

1.2.2 标准溶液配制

精密吸取 1000 $\mu\text{g/mL}$ 的甲氰菊酯和噻嗪酮标准品各 1 mL, 用正己烷定容至 2 mL 容量瓶, 制得混合母液 500 $\mu\text{g/mL}$, 于 $-20\text{ }^\circ\text{C}$ 冰箱保存。在测定能力验证样品时, 先进行预处理进行粗略的定量, 根据这个量一方面可进行加标样品的制备, 再根据加标样品的添加量和实际测定量计算出添加回收率, 由此对样品的测定值进行校正, 另一方面可初步确定标线浓度范围, 进行标准品的配制。

根据预实验结果, 能力验证样品中甲氰菊酯的浓度大约为 17 mg/kg , 噻嗪酮的浓度大约为 21 mg/kg ; 则当称取 2 g 茶叶样品, 经前处理提取、净化后定容 2 mL 时, 能力验证样品上机检测的浓度约为 17 $\mu\text{g/mL}$, 噻嗪酮的上机浓度约为 21 $\mu\text{g/mL}$, 因此配制成甲氰菊酯的浓度为 5、10、15、20、25 $\mu\text{g/mL}$ 的系列标准溶液; 噻嗪酮的浓度

为 14、17.5、20、22.5、25 $\mu\text{g/mL}$ 的系列标准溶液, 使之能力验证样品中甲氰菊酯和噻嗪酮的被测浓度涵盖在标准曲线范围内, 且值在标曲的中区间, 使得定量结果更为准确。

1.2.3 样品前处理优化

参照 GB/T 23204—2008 中前处理过程。

根据预实验粗略定量结果, 能力验证样品中甲氰菊酯的浓度大约为 17 mg/kg , 噻嗪酮的浓度大约为 21 mg/kg ; 若完全按标准进行处理, 称取 5 g 茶叶样品, 经提取、净化处理后定容 1 mL, 经计算, 甲氰菊酯和噻嗪酮的上机浓度约 85 和 105 $\mu\text{g/mL}$, 浓度过大, 超出气相色谱信号响应范围, 导致检测结果不准, 且浓度过大导致标准品消耗也较多, 故对前处理方法进行适当调整, 最终定为称取 2 g 茶叶样品, 经提取、净化处理后定容 2 mL。

1.2.4 质量控制措施

为确保检测数据的准确性, 本次能力验证采用以下措施进行质量控制: 加标回收实验、人员比对、仪器比对。

质量控制措施具体内容如下:

(1) 加标回收实验

加标浓度一般为样品浓度的 0.5~2.0 倍。综合考虑线性范围, 本研究以加标浓度为样品浓度的 0.5 倍和 1 倍进行加标回收实验, 测定并计算加标回收率, 分析测定结果的准确度。

(2) 人员比对

选择了 3 年工作经验以上的实验人员 2 名(A 和 B), 采用双人负责的模式, 同时进行比对实验; 通过人员比对实验, 检验实验结果的可靠性。

(3) 仪器比对

分别使用气相色谱仪和气相色谱质谱联用仪上机进行仪器比对。

2 结果与分析

2.1 能力验证样品测定

称取 2 份能力验证样品按 1.2.3 进行前处理和上机测

定, 重复 3 次实验, 测定结果见表 3。相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)均<2%, 满足精密度的要求。

2.2 加标回收实验

平行准确称取 2 份空白样品, 分别按预实验结果的 0.5 倍和 1 倍作为加标量, 混匀后, 均按 1.2.3 进行前处理和上机测定, 重复 3 次, 结果见表 4。在加标量为 15 μg 和 30 μg 2 个水平时, 甲氰菊酯的加标回收率在 96.880%~103.507%内, 平均加标回收率分别为 99.158%和 100.937%, RSD 分别为 3.663%和 2.205%。在加标量为 20 μg 和 40 μg 2 个水平时, 噻嗪酮的加标回收率在 97.713%~109.188%内, 平均回收率分别为 104.730%和 104.265%, RSD 分别为 3.124%和 5.667%。2 种目标化合物的加标回收率在 90%~110%内, RSD 均小于 10%满足样品回收率要求。

2.3 人员比对

2099 号样品中的甲氰菊酯和噻嗪酮的人员比对结果见表 5, 甲氰菊酯人员比对相对偏差为 0.738%, 噻嗪酮人员比对相对偏差为 1.279%, 人员比对结果相对偏差均<3%, 表明实验人员的差异对测定结果的影响较小。

表 3 能力验证样品测定结果($n=3$)
Table 3 Test results of proficiency testing samples($n=3$)

目标化合物	平行实验/(mg/kg)						平均值/(mg/kg)	RSD/%
	1	2	3	4	5	6		
甲氰菊酯	16.897	16.956	16.969	16.952	16.962	16.825	16.927	0.332
噻嗪酮	21.465	21.232	21.229	21.348	21.289	21.530	21.349	0.585

表 4 能力验证样品加标回收率结果($n=3$)
Table 4 Results of recoveries of the spiking samples of proficiency testing samples($n=3$)

目标化合物	加标量/ μg	回收量/ μg	加标回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
甲氰菊酯	15	14.532	96.880%	99.158%	3.663%
		14.587	97.247%		
		15.502	103.347%		
	30	31.052	103.507%	100.937%	2.205%
		29.889	99.630%		
		29.902	99.673%		
噻嗪酮	20	21.032	105.160%	104.730%	3.124%
		21.553	107.765%		
		20.253	101.265%		
	40	43.675	109.188%	104.265%	5.667%
		39.085	97.713%		
		42.358	105.895%		

2.4 仪器比对

2099 号样品的甲氰菊酯和噻嗪酮的仪器比对结果见表 6, 甲氰菊酯仪器比对相对标准偏差为 0.437%, 噻嗪酮仪器比对结果相对标准偏差为 1.653%, 仪器比对结果相对标准偏差均 < 3%, 表明仪器分析结果可信。

3 样品含量值的确定与评价

本次能力验证以 3 次重复实验的平均值为报出值, 本次实验分别从加标回收、人员比对、仪器比对 3 种质量控制手段对实验结果进行验证。

以能力验证样品预处理结果的 0.5 倍和 1 倍分别作为加标量进行加标回收实验, 重复 3 次, 甲氰菊酯的加标回收率在 96.880%~103.507%内, 平均加标回收率分别为 99.158%和 100.937%, RSD 分别为 3.663%和 2.205%。噻嗪酮的加标回收率在 97.713%~109.188%内, 平均回收率分别为 104.730%和 104.265%, RSD 分别为 3.124%和 5.667%, 2 种目标化合物的加标回收率在 90%~110%内, RSD 均小于 10%, 均满足样品回收率要求, 表明实验前处理过程对结果影响较小, 样品处理重复性较好, 实验结果的准确度较高。人员比对结果的相对

标准偏差在 0.738%~1.279%之间, 均小于 3%, 表明实验结果受到实验人员差异的影响较小; 仪器比对的结果相对偏差在 0.437%~1.653%之间, 均小于 3%, 表明测定结果受到仪器的影响较小; 通过以上质量控制手段对实验结果进行验证, 从而保证获得的实验结果准确性较高。

4 结论

本次 CNCA 能力验证 2099 号样品共 303 家实验室参加, 其中噻嗪酮回收结果 269 个, 甲氰菊酯回收结果 302 个, 本次能力验证按照 ISO 13528 标准, 采用稳健统计技术, 利用参加实验室的结果计算得出能力验证评价统计量。能力评价准则: 当 $|Z| \leq 2.0$ 时, 结果满意; 当 $|Z| > 2.0$ 时, 结果不满意。实验室甲氰菊酯、噻嗪酮的 Z 值结果为 -0.45、-0.94, 其 $|Z|$ 均小于等于 2.0, 结果均为满意。

本次能力验证样品采用加标回收率、人员比对、仪器比对等质量控制手段对实验结果进行控制, 从这几个方面对实验结果进行验证和控制, 获得了满意的结果, 为探索茶叶中农药残留项目能力验证中质量控制技术研究奠定了一定基础。

表 5 人员比对结果
Table 5 Results of personnel comparison

目标化合物	人员 A 检测结果/(mg/kg)	人员 B 检测结果/(mg/kg)	人员检测结果的平均值/(mg/kg)	人员比对结果相对偏差/%
甲氰菊酯	17.083	16.958	16.927	0.738
噻嗪酮	21.805	21.532	21.349	1.279

表 6 仪器比对结果
Table 6 Results of instrument comparison

目标化合物	气相色谱结果/(mg/kg)	气相色谱质谱联用结果/(mg/kg)	仪器比对结果平均值/(mg/kg)	相对标准偏差/%
甲氰菊酯	17.006	16.932	16.927	0.437
噻嗪酮	21.706	21.353	21.349	1.653

参考文献

- [1] HUANG ZQ, LI YJ, CHEN B, *et al.* Simultaneous determination of 102 pesticide residues in Chinese teas by gas chromatography-mass spectrometry [J]. *J Chromatog B*, 2007, 853: 154-162.
- [2] 张惠兰, 周建英, 孟淑洁, 等. 蔬菜中菊酯类农药残留量情况调查[J]. *辽宁农业科学*, 2001, (3): 15-16.
ZHANG HL, ZHOU JY, MENG SJ, *et al.* Investigation of pyrethroid pesticide residues in vegetable [J]. *Liaoning Agric Sci*, 2001, (3): 15-16.
- [3] 黄雅俊, 郑平. 多种菊酯类农药在茶叶中的残留量分析方法研究[J]. *农药*, 2003, 42(1): 16-17.
HUANG YJ, ZHENG P. Study on analytical methods of several pyrethroid pesticides residues in tea [J]. *Agrochemicals*, 2003, 42(1): 16-17.
- [4] XU ZY, XIAO X, JIANG X, *et al.* Methodology for analyzing pesticide multi residue in Wuyi rock tea using modified QuEChERS followed by gas chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Appl Ecol Environ Res*, 2020, 19(2): 1517-1532.
- [5] 朱毅忠, 罗龙, 古丽努尔·沙马力, 等. 气相色谱法测定果蔬汁中甲氰菊酯和林丹残留量的不确定度评定[J]. *食品安全质量检测学报*, 2021, 12(5): 1805-1811.
ZHU YZ, LUO L, GULINUER SML, *et al.* Uncertainty evaluation for the determination of fenprothrin and γ -BHC in juice by gas chromatography [J]. *J Food Saf Qual*, 2021, 12(5): 1805-1811.
- [6] 项新华, 张河战, 于欣, 等. 初论药品质量控制实验室质量管理规范的基本框架[J]. *中国药事*, 2013, 27(6): 584-590.
XIANG XH, ZHANG HZ, YU X, *et al.* Basic framework of quality management criteria for pharmaceutical quality control laboratories [J]. *Chin Pharm Aff*, 2013, 27(6): 584-590.

- [7] GUNTINAS MBDLC, WYSOCKA I, QUETEL C, *et al.* Proficiency test for heavy metals in feed and food in Europe [J]. *Trends Anal Chem*, 2009, 28(4): 454–465.
- [8] RAPOSO F, BORJA R, CACHO JA, *et al.* First international comparative study of volatile fatty acids in aqueous samples by chromatographic techniques: Evaluating sources of error [J]. *Trends Anal Chem*, 2013, (51): 127–143.
- [9] LI Y, ZHANG R, HAN Y. Proficiency testing for the detection of anti-citrullinated protein antibody in China [J]. *Clin Chim Acta*, 2015, (450): 67–71.
- [10] PEREZ Q. A new perspective on laboratory proficiency testing [J]. *Biomed J Sci Tech Res*, 2020, 24: 45–47.
- [11] 赵丽, 申玉金, 胡宝翠, 等. 多种不同方法对微生物能力验证样品测试结果比较及分析[J]. *食品安全质量检测学报*, 2021, 12(2): 320–325.
ZHAO L, SHEN YJ, HU BC, *et al.* Comparison and analysis of microbial proficiency test results by different methods [J]. *J Food Saf Qual*, 2021, 12(2): 320–325.
- [12] 王奕琳, 孙雷, 尹晖, 等. 牛奶中氯霉素残留量测定能力验证结果分析[J]. *食品安全质量检测学报*, 2021, 12(1): 685–689.
WANG YL, SUN L, YIN H, *et al.* Proficiency testing results and analysis for determination of chloramphenicol residues in milk [J]. *J Food Saf Qual*, 2021, 12(1): 685–689.
- [13] 李红霞, 刘彤彤, 项新华, 等. 化妆品中二苯酮-3 检测能力验证研究[J]. *食品安全质量检测学报*, 2021, 12(4): 1531–1537.
LI HX, LIU TT, XIANG XH, *et al.* Proficiency testing of benzophenone-3 determination in cosmetics [J]. *J Food Saf Qual*, 2021, 12(4): 1531–1537.
- [14] 高占科, 于惠莉. 浅析校准实验室参加能力验证的策划和实施[J]. *中国检验检疫*, 2021, (1): 92–94.
GAO ZK, YU HL. Analysis on the planning and implementation of calibration laboratory participating proficiency testing [J]. *China Inspect Body Lab*, 2021, (1): 92–94.
- [15] 张会亮, 李娜, 高晓明, 等. 茶叶中甲氧菊酯测定能力验证中结果评价方式的选择[J]. *化学分析计量*, 2019, 28(4): 98–106.
ZHANG HL, LING N, GAO XM, *et al.* Selection of different evaluation methods for the proficiency testing project of fenpropathrin in tea [J]. *Chem Anal Meter*, 2019, 28(4): 98–106.
- [16] 唐亚利, 刘彬丽, 金绍明, 等. 肉糜中苯甲酸、山梨酸测定能力研究[J]. *食品安全质量检测学报*, 2019, 10(1): 95–101.
- TANG YL, LIU BL, JIN SM, *et al.* Proficiency testing of determination of benzoic acid and sorbic acid in meat emulsion [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(1): 95–101.
- [17] 何风艳, 王明娟, 胡晓茹. 六味安消胶囊含量测定的能力验证研究[J]. *中国药事*, 2018, 8(32): 1120–1124.
HE FY, WANG MJ, HU XR. Proficiency testing on determination of the content of Liuweianxiao capsule [J]. *Chin Pharm Aff*, 2018, 8(32): 1120–1124.
- [18] 熊家卉, 林冰洁. 蒸馏酒中铅和锰的能力验证及分析方法[J]. *山东化工*, 2021, 50(3): 117–118.
XIONG JH, LIN BJ. Proficiency testing of lead and manganese in distilled spirits & analytic methods [J]. *Shandong Chem Ind*, 2021, 50(3): 117–118.
- [19] 杨子焯. 浅析农药残留检测能力验证方法和技巧[J]. *食品安全导刊*, 2020, 292(33): 95–95.
YANG ZY. Methods and techniques for testing pesticide residues [J]. *Chin Food Saf Magaz*, 2020, 292(33): 95–95.
- [20] 张艳丽, 刘宏伟, 宋保军, 等. 农产品实验室能力验证过程中的质量控制[J]. *分析仪器*, 2013, (6): 130–134.
ZHANG YL, LIU HW, SONG BJ, *et al.* Quality control in the process of proficiency testing of Agricultural products laboratory [J]. *Anal Instrum*, 2013, (6): 130–134.

(责任编辑: 张晓寒)

作者简介



张娇娇, 主要研究方向为食品检测。
E-mail: 739630798@qq.com



许育民, 高级工程师, 主要研究方向为食品生产。
E-mail: 254810839@qq.com