

实验技术与方法

蔬菜中腐霉利、克百威、对硫磷的检测能力验证样品研制及应用

赵红阳,孙孟娇,张苗,郑效梅,王鸣雨,卢行安
(中国检验检疫科学研究院,北京 100176)

摘要:目的 制备更贴近实际样品且均匀性和稳定性良好的能力验证样品,并通过能力验证项目分析全国实验室检测蔬菜中腐霉利、克百威、对硫磷的能力。方法 能力验证样品采用市售蔬菜汁添加目标物标准溶液的方式制备,并进行均匀性检验和稳定性检验;采用稳健统计得到指定值和能力评定标准差,利用 z 值对各参加实验室提交的结果进行评价。结果 所制备的样品经均匀性和稳定性检验样品符合能力验证要求;将所研制的样品应用于能力验证,全国共有94家实验室参加,其中参加腐霉利项目的实验室满意率为84.5%;参加克百威项目的实验室满意率为83.3%;参加对硫磷项目的实验室满意率为89.6%。结论 采用本研究中的制备方式制得的样品具有良好的均匀性和稳定性,能够满足能力验证样品的要求;能力验证统计结果表明,参加实验室的蔬菜中腐霉利、克百威、对硫磷的检测能力总体较好。通过本次能力验证活动对该领域实验室的检测水平有了一定了解,达到预期的效果。

关键词:蔬菜;腐霉利;克百威;对硫磷;能力验证

中图分类号:R155 文献标识码:A 文章编号:1004-8456(2023)09-1304-07

DOI:10.13590/j.cjfh.2023.09.008

**Preparation and application of the proficiency testing of procymidone,
carbofuran, and parathion in vegetables**

ZHAO Hongyang, SUN Mengjiao, ZHANG Miao, ZHENG XiaoMei, WANG Mingyu, LU Xing'an
(Chinese Academy of Inspection and Quarantine, Beijing 100176, China)

Abstract: Objective This study aimed to prepare proficiency testing samples that are closer to the actual samples and have good homogeneity and stability, and the ability of national laboratories to detect procymidone, carbofuran, and parathion in vegetables was analyzed through proficiency testing. **Methods** The proficiency testing samples were prepared by adding the target standard solution to the vegetable juice that was sold in the market, and the uniformity and stability were tested. The assigned value and standard deviation of proficiency testing were obtained by robust statistics, and the z value was applied to evaluate the results submitted by the participating laboratories. **Results** The prepared samples were tested for homogeneity and stability, and met the proficiency testing requirements. The samples were applied to proficiency testing, and 94 laboratories participated nationwide, of which the laboratory satisfaction rate in the procymidone project was 84.5%; the laboratory satisfaction rate in the carbofuran project was 83.3%; the laboratory satisfaction rate in the parathion project was 89.6%. **Conclusion** The sample prepared by the preparation method in this study has favorable homogeneity and stability and can meet the requirements of the sample for proficiency testing. The statistical results of proficiency testing showed that the detection ability of procymidone, carbofuran, and parathion in vegetables used in participating laboratories was generally favorable. Through this capability verification activity, we gained an understanding of the testing level of laboratories in this field and achieved the expected results.

Key words: Vegetables; procymidone; carbofuran; parathion; proficiency testing

随着农业现代化的发展,农药的种类、施用面积和使用量均呈逐年增长的态势,蔬菜中的农药残

留也已成为当今社会政府和人们高度重视的食品安全问题^[1]。腐霉利、克百威和对硫磷是应用较为

收稿日期:2022-10-17

基金项目:科技部“食品安全关键技术研发”重点专项(2019YFC1604800)

作者简介:赵红阳 女 副研究员 研究方向为检测及质量控制 E-mail: zhy8707@163.com

通信作者:卢行安 男 研究员 研究方向为检测质量控制和溯源方法 E-mail: luxa@sina.com

广泛的3种农药。腐霉利主要抑制菌体内甘油三酯的合成,对葡萄孢属和核盘菌属真菌有特效,可防治蔬菜、果树等植物的灰霉病、菌核病、黑星病等病害^[2-3]。克百威是一种具有内吸性和高脂溶性且在土壤和植物体中不易于降解代谢的高效杀虫剂^[4-6]。对硫磷是一种广泛使用的高效广谱有机磷杀虫剂,其具有强烈的触杀和胃毒作用,具有神经毒性的物质^[7-9]。蔬菜中农药残留超标已成为蔬菜质量安全的突出问题,严重影响身体健康^[10-14],我国GB 2763—2016《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》^[15]对农药最大残留量也有明确的限量指标。因此,对蔬菜中农药残留的检测能力及质量控制十分重要。

能力验证是检测实验室外部质量控制的主要有效的措施之一,能够有助于实验室发现和纠正自身存在的问题,提升检测能力^[16]。由于新鲜蔬菜种类繁多,分类复杂,样品处理难易程度各不相同,且含水量较高,保存困难,这都为能力验证考核带来了一定的困难。为更好地了解全国范围内相关检测机构对蔬菜中腐霉利、克百威、对硫磷检测能力的整体水平,同时也为实验室提供一个评估和证明其出具数据和结果准确性的客观手段,从而更好地提升检测服务质量,中国检验检疫科学研究院测试评价中心于2019年组织实施了蔬菜中腐霉利、克百威、对硫磷的测定检测能力验证计划项目。

1 材料与方法

1.1 主要仪器与试剂

7890B液相色谱-串联质谱仪(美国agilent公司);ms 205du精密电子天平(瑞士Mettler toledo公司),H01-2A大容量磁力搅拌器(金坛市白塔金昌实验仪器厂),X3R离心机(美国Thermo公司),RE-201旋转蒸发仪(上海科兴仪器有限公司),DCY-24Y氮气吹干仪(上海继谱电子科技有限公司)。

表2 检测方法信息

Table 2 Information of test methods

项目	检测方法
腐霉利	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》第二部分 第二法
克百威	GB/T 20769—2008《水果和蔬菜中450种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》
对硫磷	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》第一部分 第二法

判定原则:样品发送前:依据CNAS-GL003:2018《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》^[17],采用单因子方差统计分析法,通过采用 F 检验对3个水平样品进行均匀性检验。若 $F <$ 自由度为(f_1 , f_2)及给定显著性水平 α (通常 $\alpha=0.05$)的临界值 $F_{\alpha}(f_1, f_2)$,则表明样品内和样品间无显著性差异,样品

100 ppm 腐霉利标准溶液(阿尔塔);100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 克百威标准溶液(德国 Dr. Ehrenstorfer 公司);100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 对硫磷标准溶液(德国 Dr. Ehrenstorfer 公司);乙腈、丙酮、甲醇、正己烷(色谱纯,美国霍尼韦尔公司);氯化钠(分析纯,国药集团);二氯甲烷(分析纯,晶科化工);分析柱(30 m \times 0.32 mm \times 0.23 μm ,佛罗里矽柱(Florisil);500 mg/6 mL 氨基柱;样品原料选用市售100%纯蔬菜汁,经检测验证不含有目标农药。

1.2 能力验证样品制备

本计划共制备3组样品,样品原料为市售的100%纯蔬菜汁,将蔬菜汁加入到事先清洁好的不锈钢桶中(200 L容量),将不锈钢桶置于大型磁力搅拌器上,放入转子进行搅拌,边搅拌边向蔬菜汁中加入配制好的目标农药标准溶液,添加量根据表1中的预计目标浓度水平分别添加;持续磁力搅拌1 h,以保证样品充分混合均匀。混合均匀后,边搅拌边进行分装于PET瓶中,约100 mL/瓶。样品-18 $^{\circ}\text{C}$ 条件以下冷冻保存。

表1 目标物预计浓度水平/(mg/kg)

Table 1 Expected concentration level of target/(mg/kg)

检测项目	样品组别		
	I组	II组	III组
腐霉利	0.04~0.10	0.02~0.06	0.06~0.12
克百威	0.06~0.12	0.02~0.04	0.04~0.06
对硫磷	0.06~0.12	0.06~0.12	0.02~0.06

1.3 样品的均匀性与稳定性检验

依据CNAS—GL003:2018《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》^[17]的相关要求对样品进行均匀性和稳定性检验。

1.3.1 样品均匀性检验

从制备好的样品中随机抽取3批样品各10份($m=10$),依据相应的检测方法对样品中的腐霉利、克百威和对硫磷进行检测,检测方法见表2。每个样品在同样的条件下平行测试2次。

是均匀的。可以进行样品发送。

参加实验室检测数据回收之后,采用 $S_s < 0.3\sigma$ 进行均匀性检验。用均匀性测试结果的样品间标准差 S_s 除以参加实验室检测数据汇总统计得出的标准偏差 σ ,以比值 < 0.3 为原则确定样品是否均匀。若 $S_s < 0.3\sigma$,则表明样品间无显著性差异,样品

是均匀的。

1.3.2 样品稳定性检验

为确保在运输过程和实验室收到后短期储存过程中样品的稳定性,对样品采用两种类型的稳定性试验:一种是贮存温度下的稳定性试验,随机抽取12份,分别在第1、15、30、60天时每天检测3份,以检测其含量在检测周期内是否稳定;另一种是在模拟样品的运输条件下的稳定性试验,选择30℃、42℃两个温度条件,30℃条件下随机抽取6份样品,分别在第7、14天时每天各检测3份;42℃条件下随机抽取6份样品,分别在4、8天时每天各检测3份;将2×3份样本结果的均值与均匀性测试结果比较,之间的绝对差值除以能力验证标准偏差 σ ,以比值 <0.3 为原则确定在不同温度条件下符合能力验证样品要求的最长保存时间。

1.4 样品发放及检测

本项目共制备3组不同浓度水平的蔬菜汁样品,样品瓶上贴有“19-T_{xxx}”和“19-Y_{xxx}”作为样品编号,其中“T”和“Y”用于区分,“XXX”为3位随机数字,所有编号均具有唯一性。I组样品加贴“T”样品编号,II组和III组加贴“Y”样品编号;发样时从贴好编号的样品中分别随机抽取“T”编号和“Y”编号发给一个实验室,即每个实验室发送2个样品。每个参加实验室赋予唯一性代码,实施过程中实验

室均以该代码表示。本次能力验证项目针对的样品基质为蔬菜汁,采用表1中的检测标准进行相应检测项目的检测。

1.5 结果评价原则

按照ISO 13528:2015《利用实验室间比对进行能力验证的统计方法》^[18]和GB/T 28043—2019《利用实验室间比对进行能力验证的统计方法》^[19]的要求,采用稳健统计技术处理检测结果和评价结果。各种分析是建立在实验结果服从单峰、近似对称分布的基础之上进行的。具体采用稳健(Robust)统计技术的算法A确定指定值和能力评定标准差,即采用稳健统计的稳健平均值作为指定值,稳健标准差作为能力评定标准差。利用 z 值对结果进行判定。评价规则: $|z| \leq 2.0$ 为满意结果; $2.0 < |z| < 3.0$ 为可疑结果,警告信号; $|z| \geq 3.0$ 为不满意结果(离群值),行动信号。

2 结果

2.1 能力验证样品均匀性与稳定性

2.1.1 均匀性检验结果

样品均匀性检验数据及分析见表3~5。可见,在95%置信概率下, $F_{\text{临界值}}$ 为3.02,各检测项目的各组样品 F 值均小于 $F_{\text{临界值}}$,表明样品之间不存在显著性差异,证明样品是均匀的。

表3 样品均匀性数据表/(mg/kg)

Table 3 The homogeneity test results of Pythil/(mg/kg)

样品序号	I组		II组		III组	
	测试结果1	测试结果2	测试结果1	测试结果2	测试结果1	测试结果2
1	0.070 5	0.070 2	0.043 6	0.044 0	0.086 4	0.087 5
2	0.070 7	0.071 1	0.043 8	0.044 1	0.098 1	0.087 1
3	0.070 0	0.070 9	0.043 5	0.044 2	0.087 7	0.087 0
4	0.070 1	0.070 8	0.045 0	0.044 7	0.087 5	0.086 6
5	0.070 3	0.071 2	0.043 3	0.042 8	0.087 6	0.088 3
6	0.070 4	0.071 3	0.042 4	0.042 9	0.086 7	0.087 4
7	0.072 1	0.071 0	0.043 3	0.044 1	0.086 0	0.086 9
8	0.070 6	0.071 4	0.043 5	0.044 5	0.086 5	0.087 3
9	0.071 5	0.072 2	0.043 7	0.044 8	0.087 4	0.088 1
10	0.071 7	0.072 0	0.043 4	0.044 4	0.085 0	0.086 9
F 值	2.28		2.81		1.05	
S_s	0.000 4		0.000 5		0.000 4	
0.3σ	0.003 5		0.002 6		0.002 9	

2.1.2 稳定性检验结果

稳定性检验结果平均值及统计分析结果见表6。可见,各点的 S_s/σ 比值均 <0.3 ,表明该组样品中的腐霉利、克百威、对硫磷的含量在测试期间是稳定的,符合能力验证样品要求。

2.2 参加实验室检测结果统计及评价结果

2.2.1 统计量

本次能力验证共有94家实验室参加并反馈结果,采用稳健统计技术处理检测结果和评价结果。

检测结果服从单峰、近似对称分布,采用稳健(Robust)统计技术的算法A确定指定值和能力评定标准差,即采用稳健统计的稳健平均值作为指定值,稳健标准差作为能力评定标准差。各组样品统计量见表7。

2.2.2 能力验证评价结果

本能力验证71家实验室参加腐霉利项目,其中60家实验室结果为满意,满意率为84.5%;48家实验室参加克百威项目,其中40家实验室结果为满

表4 样品均匀性数据表(克百威)

Table 4 The homogeneity test results of Carbofuran (unit:mg/kg)

样品序号	I组		II组		III组	
	测试结果1	测试结果2	测试结果1	测试结果2	测试结果1	测试结果2
1	0.092 0	0.092 7	0.026 6	0.027 2	0.042 5	0.043 6
2	0.093 1	0.092 4	0.025 5	0.026 5	0.042 4	0.043 1
3	0.092 9	0.093 6	0.025 4	0.026 0	0.044 0	0.042 9
4	0.093 7	0.093 0	0.028 0	0.027 0	0.043 3	0.042 6
5	0.092 8	0.092 5	0.027 1	0.029 1	0.042 1	0.043 7
6	0.094 0	0.093 5	0.027 7	0.026 9	0.042 2	0.041 5
7	0.094 1	0.093 7	0.026 5	0.027 6	0.042 7	0.041 6
8	0.093 8	0.093 4	0.028 3	0.026 8	0.044 0	0.042 3
9	0.093 5	0.092 6	0.028 4	0.029 1	0.042 5	0.043 5
10	0.093 0	0.094 1	0.027 4	0.026 9	0.043 4	0.045 0
F值	2.25		2.78		1.18	
S _s	0.000 4		0.001		0.000 3	
0.3σ	0.002 6		0.002		0.002 3	

表5 样品均匀性数据表(对硫磷)

Table 5 The homogeneity test results of Parathion (unit:mg/kg)

样品序号	I组		II组		III组	
	测试结果1	测试结果2	测试结果1	测试结果2	测试结果1	测试结果2
1	0.113 5	0.114 0	0.095 1	0.094 2	0.040 0	0.040 9
2	0.113 7	0.113 1	0.095 3	0.094 4	0.040 4	0.041 5
3	0.113 6	0.114 1	0.093 6	0.094 7	0.042 1	0.041 1
4	0.113 4	0.114 2	0.094 5	0.095 5	0.040 5	0.039 6
5	0.112 7	0.113 3	0.093 9	0.094 6	0.040 3	0.041 4
6	0.114 2	0.113 8	0.094 7	0.095 3	0.042 1	0.041 6
7	0.114 4	0.115 0	0.096 0	0.094 1	0.042 6	0.041 1
8	0.113 5	0.114 0	0.095 7	0.096 6	0.041 2	0.040 6
9	0.113 9	0.114 3	0.093 5	0.094 4	0.041 7	0.042 3
10	0.113 0	0.114 2	0.095 1	0.094 0	0.040 8	0.040 1
F值	1.88		1.39		2.16	
S _s	0.000 3		0.000 3		0.001	
0.3σ	0.007 4		0.005 8		0.003	

表6 样品稳定性检验分析结果

Table 6 Analysis of stability test results

条件	项目	腐霉利/(mg/kg)				克百威/(mg/kg)				对硫磷/(mg/kg)			
		0	15	30	60	0	15	30	60	0	15	30	60
-18℃	平均值	0.071	0.070	0.071	0.070	0.093	0.093	0.093	0.093	0.114	0.114	0.114	0.113
	绝对偏差	0.000	0.001	0.000	0.001	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
	S _s /σ比值	0.006	0.052	0.026	0.062	0.004	0.019	0.006	0.013	0.005	0.012	0.010	0.014
30℃	间隔天数	7		14		7		14		7		14	
	平均值	0.070 3		0.070 5		0.093 0		0.092 9		0.113 7		0.113 4	
	绝对偏差	0.000 7		0.000 5		0.000 2		0.000 3		0.000 1		0.000 4	
	S _s /σ比值	0.058		0.045		0.023		0.036		0.004		0.016	
42℃	间隔天数	4		8		4		8		4		8	
	平均值	0.070 5		0.070 2		0.092 9		0.092 6		0.113 9		0.114 5	
	绝对偏差	0.000 5		0.000 8		0.000 3		0.000 6		0.000 1		0.000 6	
	S _s /σ比值	0.042		0.068		0.038		0.071		0.002		0.026	

意,满意率为 83.3%;67家实验室参加对硫磷项目,其中 60家实验室结果为满意,满意率为 89.6%。详细信息见表 8。

从不同组别样品的评价结果来看,腐霉利项目 142个结果中,125个满意结果,满意率为 88.0%,12个不满意结果,占 8.5%,5个可疑结果,占 3.5%;克百威项目 96个结果中,86个满意结果,满意率为 89.6%,7个不满意结果,占 7.3%,3个可疑

结果,占 3.1%;对硫磷项目 134个结果中,122个满意结果,满意率为 91.0%,6个不满意结果,占 4.5%,6个可疑结果,占 4.5%。详细信息见表 9。

3 讨论

3.1 样品制备

目标物在样品中的存在形式是影响检测结果的重要因素。因此,为与实际样品状态保持一致,

表7 检测结果统计量汇总

Table 7 Summary of test result statistics

项目	样品组别	结果数/个	稳健平均值/(mg/kg)	指定值不确定度 u_i /(mg/kg)	稳健标准差/(mg/kg)	变异系数 CV/(RSD,%)
腐霉利	I	71	0.070 0	0.001 7	0.011 5	16.4
	II	37	0.043 5	0.001 7	0.008 5	19.6
	III	34	0.087 1	0.002 0	0.009 5	11.0
克百威	I	48	0.092 9	0.001 6	0.008 7	9.4
	II	24	0.026 9	0.001 4	0.005 5	20.7
	III	24	0.042 6	0.002 0	0.007 7	18.0
对硫磷	I	67	0.113 9	0.003 8	0.024 8	21.8
	II	38	0.094 4	0.003 9	0.019 4	20.6
	III	29	0.040 8	0.002 4	0.010 2	25.1

表8 结果评价情况汇总

Table 8 Summary of evaluation results

项目	参加实验室数量/家	满意实验室数/个	满意率/%	出现可疑结果/家	占比/%	不满意结果/家	占比/%
腐霉利	71	60	84.5	4	5.6	7	9.9
克百威	48	40	83.3	3	6.3	5	10.4
对硫磷	67	60	89.6	3	4.5	4	6.0

表9 结果满意情况汇总

Table 9 Summary of satisfactory results

项目	组别	结果数/个	满意结果数/个	满意率/%	可疑结果数/个	占比/%	不满意结果数/个	占比/%
腐霉利	I	71	63	88.7	2	2.8	6	8.5
	II	37	34	91.9	0	0.0	3	8.1
	III	34	28	82.4	3	8.8	3	8.8
	合计	142	125	88.0	5	3.5	12	8.5
克百威	I	48	41	85.4	3	6.3	4	8.3
	II	24	22	91.7	0	0.0	2	8.3
	III	24	23	95.8	0	0.0	1	4.2
	合计	96	86	89.6	3	3.1	7	7.3
对硫磷	I	67	61	91	3	4.5	3	4.5
	II	38	35	92.1	2	5.3	1	2.6
	III	29	26	89.7	1	3.4	2	6.9
	合计	134	122	91.0	6	4.5	6	4.5

最好的方式是采用天然样品作为能力验证样品。由于新鲜蔬菜种类繁多,分类复杂,且不同的农药在蔬菜中的存在形式不同,存在部位及含量都各不相同,而蔬菜不同的部位(根茎叶等)处理的难易程度也不相同,且保存困难,因此天然样品很难制得均匀性较好的样品。本能力验证项目样品采用市售蔬菜汁作为基质添加目标物标准溶液的方式制备,容易均匀;采用大容量的磁力搅拌器一次性混匀,避免标准溶液添加过程中逐步放大稀释操作步骤过多,目标物与基体等结合后最终无法充分混匀等问题。

3.2 样品均匀性和稳定性研究

为确保在运输过程和实验室收到后短期储存过程中样品的稳定性,对样品采用两种类型的稳定性试验,一种是贮存温度下的稳定性试验,即考察样品在能力验证实施过程中或者参加实验室在检测前暂存的稳定性;另一种是在模拟运输条件下的稳定性试验,目的是考察样品在运输过程中的稳定性,结合国内快递运送时间,以及预计实施时间段

的温度等,选择了在储存条件下最长 60 d、30 °C 条件下最长 14 d、42 °C 条件下最长 8 d 的稳定性研究条件。结果表明在上述条件下样品是稳定的,能够满足能力验证的要求。

3.3 结果统计评价

大多数能力验证结果数据集都包含了一定比例的偏离数据,这些偏离数据可能具有较高的变异性,从而使得能力验证统计量(均值和标准差)的传统统计方法变得不可靠。因此更宜使用对离群值来说比较稳健的统计方法。经过前期对数据的分析以及统计方式的对比,最终选择稳健统计算法 A,该统计方法可抵消不对称离群值分布带来的影响,以给出更科学合理的评价结果。

3.4 参加实验室情况

本次能力验证有来自全国 21 个省市、自治区的共 94 家实验室参加并反馈结果,主要涉及质检院所、海关技术中心实验室、疾控中心以及第三方检测机构等,分布范围较广,具有一定的代表性,在一定程度上反映了全国相关检测实验室在蔬菜中

腐霉利、克百威、对硫磷的检测水平。

3.5 原因分析及建议

根据参加实验室反馈的检测报告或原始记录,分析出现可疑或不满意结果的原因可能有:

标准物质及标准曲线。应确保所使用的有证标准物质是否满足要求;配制标准溶液时应保证标准曲线拟合的精确性;应注意标准溶液按要求保存,避免因保存不当造成其发生变化甚至变质。

仪器设备及溶剂。应将仪器设备相关参数和分析条件调至最优,避免杂峰及拖尾等现象;应注意所使用的试剂纯度级别是否能够满足要求,避免影响检测结果。

质控试验。在检测过程中应同时进行质控试验,如添加回收、曲线核查等,避免检测过程中因仪器误差导致结果的偏离。

部分参加实验室在检测过程中存在一些共性的问题,如操作不够规范,计算过程有误,单位换算有误等问题;因反馈信息有限、未查明具体原因,建议实验室排查是否存在污染等情况。

本次能力验证通过基体添加的方式制备的蔬菜中农药残留检测能力验证样品,均匀性和稳定性能够满足能力验证样品的要求;通过本次能力验证活动对该领域实验室的检测水平有了一定了解,达到预期的效果。建议实验室定期参加能力验证或实验室间比对,或采用标准样品/质控样品进行日常质量控制等手段,以提高检测水平和检测能力。

参考文献

- [1] 韩丽君,王莉敏,潘灿平,等.两种蔬菜中甲胺磷、氧乐果和克百威的残留量分析[J].农药学报,2001(4):86-92.
HAN L J, WANG L M, PAN C P, et al. Residue analysis of methamidophos, omethoate and carbofuran in vegetables [J]. Chinese Journal of Pesticide Science, 2001(4): 86-92.
- [2] 黄晓春.腐霉利在韭菜中残留现状分析及风险评估[J].安徽农业科学,2021,49(7):188-190.
HUANG X C. Status analysis and risk assessment of procymidone residues in leek [J]. Journal of Anhui Agricultural Sciences, 2021, 49(7): 188-190.
- [3] 陈勇兵,胡丽秋,许美良.20%腐霉利悬浮剂防治黄瓜菌核病的田间药效试验[J].安徽农业科学,2007,35(25):7881-7920.
CHEN Y B, HU L Q, XU M L. Field efficacy experiment on controlling cucumber sclerotium disease with 20% procymidone suspending agent [J]. Journal of Anhui Agricultural Sciences, 2007, 35(25): 7881-7920.
- [4] 徐汉虹.植物化学保护学[M].北京:中国农业出版社,2007.
XU H. Plant Chemical Protection [M]. Beijing: China Agricultural Publishing House, 2007.
- [5] 谢恩平,林亲铁,杨仁斌.克百威丙硫克百威和丁硫克百威的残留与降解研究进展[J].农药科学与管理,2002(3):18-20,28.
XIE E P, LIN Q T, YANG R B. The research development of residue and degradation for carbofuran, benfuracarb and carbosulfan [J]. Pesticide Science and Administration, 2002, 23(3): 18-20, 28.
- [6] 何方洋,冯才伟,杜美红,等.蔬菜、茶叶中克百威酶联免疫检测方法的建立[J].江苏农业科学,2017,45(20):213-216.
HE F Y, FENG C W, DU M H, et al. Establishment of an enzyme-linked immunosorbent assay for carbofuran in vegetables and tea [J]. Jiangsu Agricultural Sciences, 2017, 45(20): 213-216.
- [7] 王莹,王世成,李玲,等.pH值、静置、冷冻对不同种类蔬菜中丁硫克百威测定的影响[J].江西农业学报,2020,32(6):110-114,120.
WANG Y, WANG S C, LI L, et al. Effects of pH, setting and freezing on determination of carbosulfan in different vegetables [J]. Acta Agriculturae Jiangxi, 2020, 32(6): 110-114, 120.
- [8] 陈文梅,侯建国.分子印迹固相萃取-流动注射化学发光法测定蔬菜中甲基对硫磷[J].分析仪器,2019(6):71-74.
CHEN W M, HOU J G. Determination of methyl parathion in vegetables by molecularly imprinting solid phase extraction-flow injected chemiluminescence method [J]. Analytical Instrumentation, 2019(6): 71-74.
- [9] 陈小明,彭纯兴.对硫磷污染蔬菜引起食物中毒的调查分析[J].广东卫生防疫,1998(4):59-60.
CHEN X M, PENG C X. Investigation and analysis of food poisoning caused by sulfur and phosphorus contaminated vegetables [J]. Guangdong Journal of Health and Epidemic Prevention, 1998(4): 59-60.
- [10] 邱桂芳.气相色谱法测定蔬菜中对硫磷的残留量[J].现代食品,2020(5):173-176.
QIU G F. GC determination of parathion residue in vegetables [J]. Modern Food, 2020(5): 173-176.
- [11] 侯丽娜,孟鸽,温勇,等.腐霉利的光解及水解特性研究[J].农药学报,2018,20(3):340-347.
HOU L N, MENG G, WEN Y, et al. Study on the photolysis and hydrolysis characteristics of procymidone [J]. Chinese Journal of Pesticide Science, 2018, 20(3): 340-347.
- [12] 张旭晟,高阳光,彭少杰.韭菜中农药腐霉利残留的膳食暴露风险评估[J].食品安全质量检测学报,2019,10(10):3114-3119.
ZHANG X S, GAO Y G, PENG S J. Dietary exposure assessment of procymidone residue in Chinese leek (*Allium tuberosum* Rottl. ex Spr.) [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2019, 10(10): 3114-3119.
- [13] 刘玉红,孙彩霞,胡美华.蔬菜中腐霉利残留的膳食暴露风险评估[J].浙江农业科学,2020,61(11):2330-2332,2335.
LIU Y H, SUN C X, HU M H. Dietary exposure assessment of procymidone residues in vegetables [J]. Journal of Zhejiang Agricultural Sciences, 2020, 61(11): 2330-2332, 2335.
- [14] 杨庆喜,纪明山,谷祖敏.氧霜唑及其主要代谢物CCIM在番茄和葡萄上的残留行为及膳食暴露风险评估[J].农药学报

- 报, 2020, 22(5): 815-822.
- YANG Q X, JI M S, GU Z M. Residues behavior and dietary exposure risk assessment of cyazofamid and its main metabolite CCIM in tomato and grape [J]. Chinese Journal of Pesticide Science, 2020, 22(5): 815-822.
- [15] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会, 中华人民共和国农业农村部, 国家食品药品监督管理总局. 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量: GB 2763—2016[S]. 北京: 中国标准出版社, 2017.
- National Health Commission of the People's Republic of China, Ministry of Agriculture and Rural Affairs of the People's Republic of China, China Food and Drug Administration. National food safety standards—Maximum residue limits for pesticides in food GB 2763—2016[S]. Beijing: Standards Press of China, 2017.
- [16] 卢行安, 郑江, 曹志军, 等. 微生物能力验证样品均匀性试验的研究[J]. 中国微生态杂志, 2003(1): 36-37.
- LU X A, ZHENG J, CAO Z J, et al. The study of homogeneity of microbiological proficiency testing matrix[J]. Chinese Journal of Microecology, 2003 (1): 36-37.
- [17] 中国合格评定国家认可委员会. 能力验证样品均匀性和稳定性评价指南: CNAS-GL003: 2018[S]. 2018.
- China National Accreditation Service for Conformity Assessment. Guidance on Evaluating the Homogeneity and Stability of Samples Used for Proficiency Testing: CNAS-GL003: 2018[S]. 2018.
- [18] 国际标准化组织. 利用实验室间比对进行能力验证的统计方法: ISO 13528: 2015[S]. 2015.
- International Organization for Standardization. Standardization. Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison: ISO 13528: 2015[S]. 2015.
- [19] 国家市场监督管理总局, 国家标准化管理委员会. 利用实验室间比对进行能力验证的统计方法: GB/T 28043—2019[S]. 2019.
- State Administration for Market Regulation, Standardization Administration. Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison: GB/T 28043—2019[S]. 2019.

[上接第1289页]

举例 图书:[3] 吴阶平, 裘法祖, 黄家驹. 外科学[M]. 4版. 北京: 人民卫生出版社, 1979: 82-93.

译著:[4] ZIEGIER E E, FILER L J. 现代营养学[M]. 闻之梅, 陈君石, 译. 7版. 北京: 人民卫生出版社, 1998: 126-129.

著作中的析出文献:[序号] 析出文献主要责任者. 析出文献题名[文献类型标志]//原文献主要责任者. 原文献题名. 版本项. 出版地: 出版者, 出版年: 析出文献起页-止页.

举例 [5] 白书农. 植物开花研究[M] // 李承森. 植物科学进展. 北京: 高等教育出版社, 1998: 146-163.

会议文献中的析出文献:[序号] 析出文献主要责任者. 析出文献题名[文献类型标志/文献载体标志]//会议文献主要责任者. 会议文献题名: 其他题名信息. 出版地: 出版者, 出版年: 析出文献起页-止页[引用日期] 获取和访问路径.

举例 [6] 董家祥, 关仲英, 王兆奎, 等. 重症肝炎的综合基础治疗[C]//张定凤. 第三届全国病毒性肝炎专题学术会议论文汇编, 南宁, 1984. 北京: 人民卫生出版社, 1985: 203-212.

科技报告: 著录格式同著作或编著。

举例 [7] World Health Organization. Factors regulating the immune response: report of WHO Scientific Group [R]. Geneva: WHO, 1970: 1-74.

法令、条例:[序号] 主要责任者. 题名[文献类型标志]. 公布日期.

举例 [8] 中华人民共和国全国人民代表大会. 中华人民共和国著作权法[A]. 2012-03-31.

标准:[序号] 主要责任者. 标准名称: 标准编号[文献类型标志]. 出版地: 出版者, 出版年.

举例 [9] 全国文献工作标准化技术委员会第七分委员会. 科学技术期刊编排格式: GB/T 3179—1992 [S]. 北京: 中国标准出版社, 1992.

电子文献:[序号] 主要责任者. 题名[文献类型标志/文献载体标志]. 出版地: 出版者, 出版年(更新或修改日期)[引用日期]. 获取和访问路径.

举例 [10] 肖钰. 出版业信息迈入快道 [EB/OL]. (2001-12-19) [2002-04-15]. <http://www.creader.com/news/20011219/200112190019.html>.

专利文献:[序号] 专利申请者. 题名: 专利国别, 专利号[P]. 公告或公开日期.

3 声明

本刊已进入中国所有主要期刊数据库, 本刊所付稿酬已包含这些数据库的稿酬。编辑部对来稿将作文字性修改, 若涉及内容修改会与作者商榷。编辑部收到稿件后, 于3个月内通知处理意见。投稿6个月后如未收到修稿或录用通知, 作者可自行处理稿件, 所收稿件纸质版概不退还。来稿一经采用, 即收取版面费, 按规定向作者支付稿酬, 并赠送杂志。

4 投稿

投稿请登录《中国食品卫生杂志》网站 <http://www.zgspws.com>, 并同时邮寄单位介绍信和稿件纸版1份(需第一作者、通信作者和副高以上作者签名)。来稿中应有清楚完整的作者通信地址、联系电话和E-mail地址。编辑部地址: 北京市朝阳区广渠路37号院2号楼802室《中国食品卫生杂志》编辑部 邮政编码: 100021 电话: 010-52165596 E-mail: spws462@163.com