

1999 年 GEMS/Food 分析质量保证考核

杨大进 方从容 王竹天  
(卫生部食品卫生监督检验所,北京 100021)

摘 要:为分析 1999 年度 GEMS/Food 农药残留分析质量保证考核提供的试样,通过检索归纳文献资料对试样中可能有的 5 类 32 种农药设计了整体实验方案,并根据实际试样分析中遇到的问题加以改进,最终依现有的仪器设备条件对考核试样建立了一套可行的检测和确证方法。在全球 69 个实验室中,我所报告的 7 项结果中有 4 项结果排名第二位,全部结果均在  $\pm 2Z$  范围内,远高于统计报告中  $\pm 2Z$  范围内即为合格数据的要求。

关键词:农药残留量 化学分析 质量控制

中图分类号:R15;S481+.4 文献标识码:A 文章编号:1004-8456(2001)02-0004-06

GEMS/Food 是由联合国环境规划署(UNEP)、联合国粮农组织(FAO)和世界卫生组织(WHO)共同制定的全球环境监测规划(GEMS)中的食品污染物监测和评价部分,我国是成员国之一。1989 年 GEMS/Food 对成员国提出应重视分析质量保证工作(AQA)的要求,并指出凡向该规划提供数据的实验室必须要提供 AQA 数据。

1999 年 2 月卫生部食品卫生监督检验所接到 FAD/WHI 食品污染物监测合作中心(中国)发来的关于参加 1999 年度 GEMS/Food 农药残留分析质量保证考核的通知。参加考核的报名截止日期是 1999 年 2 月 28 日,试样将于 3 月初寄出,收到试样后 3 个月完成全部分析工作。分析项目包括有机氯农药、有机磷农药、拟除虫菊酯农药等。

卫生部食品卫生监督检验所报名参加了这次考核,考核试样于 4 月 18 日收到。从 WHO 提供的背景材料可知,此次考核是由 WHO 和全球公认最著名的农药残留实验室—德国 GTZ (Gesellschaft für Technische Zusammenarbeit) 联合举办的。考核试样为全桔粉,全部试样包括一瓶 70 g 的空白试样和 3 瓶各 20 g 的加标试样。要求考核人员对全桔粉中的农药组分进行定性、定量分析,自由选择分析方法,并特别指出加标试样应一次性使用,试样瓶中的全部试样加上试样瓶涮洗后的试样总量为 20 g。要求在 6 月底之前向世界卫生组织寄出检测结果。本次质控试样的考核说明中给出了可能有的 32 种农药品种名单。

32 种农药品种名单按用途可分为 3 类(见表 1),按农药结构可分为 6 类(见表 2)。

表 1 名单中 32 种农药按用途分类

| 用途  | 数量 | 农药名单                                                                                                                                                                                                                                                  |
|-----|----|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 杀虫剂 | 29 | 艾氏剂,O,P <sup>1</sup> -DDT,P,P <sup>1</sup> -DDT,O,P <sup>1</sup> -DDE,P,P <sup>1</sup> -DDE,狄氏剂, $\alpha$ -硫丹, $\beta$ -硫丹,异狄氏剂, $\alpha$ -六六六, $\beta$ -六六六, $\gamma$ -六六六,七氯,地亚农,乐果,倍硫磷,杀螟硫磷,马拉硫磷,甲胺磷,甲基对硫磷,对硫磷,磷胺,伏杀硫磷,甲啉硫磷,氯氰菊酯,溴氰菊酯,氰戊菊酯,氯菊酯,西维因 |
| 杀菌剂 | 2  | 百菌清,乙烯菌核利                                                                                                                                                                                                                                             |
| 除草剂 | 1  | 甲草胺                                                                                                                                                                                                                                                   |

表 2 名单中 32 种农药按结构分类

| 用途     | 数量 | 农药名单                                                                                                                                                                               |
|--------|----|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 有机氯类   | 14 | 艾氏剂,O,P <sup>1</sup> -DDT,P,P <sup>1</sup> -DDT,O,P <sup>1</sup> -DDE,P,P <sup>1</sup> -DDE,狄氏剂, $\alpha$ -硫丹, $\beta$ -硫丹,异狄氏剂, $\alpha$ -六六六, $\beta$ -六六六, $\gamma$ -六六六,七氯,百菌清 |
| 有机磷类   | 11 | 地亚农,乐果,倍硫磷,杀螟硫磷,马拉硫磷,甲胺磷,甲基对硫磷,对硫磷,磷胺,伏杀硫磷,甲啉硫磷                                                                                                                                    |
| 拟除虫菊酯类 | 4  | 氯氰菊酯,溴氰菊酯,氰戊菊酯,氯菊酯                                                                                                                                                                 |
| 氨基甲酸酯类 | 1  | 西维因                                                                                                                                                                                |
| 酰胺类    | 1  | 甲草胺                                                                                                                                                                                |
| 其 他    | 1  | 乙烯菌核利                                                                                                                                                                              |

此次考核试样农药品种多,农药品种之间的化学结构和物理化学性质差别较大,因此选择一种能对所有农药一次性提取的溶剂的可能性几乎没有。

而且由于试样是全桔粉,含有的色素和油脂使得基质复杂,同样是多残留分析,难度较前几年的考核试样番茄粉、米粉等都要大得多。由于目前所用和检索到的方法均不能对名单中的 32 种农药同时进行分析,根据名单中农药的性质,我们针对性地建立了一套前处理和仪器分析方法,按要求在规定时间内交出了分析结果。

## 1 材料与方法

1.1 仪器与试剂 GC-9A 气相色谱仪附电子捕获检测器、氮磷检测器,日本岛津公司;超声波清洗机,浙江宁波科生仪器厂;玻璃层析柱,2.0×25.0 cm。

农药标准品均为 Chem Service 农药标准品。凡使用电子捕获检测器进行检测的农药品种使用正己烷作为溶剂,凡使用氮磷检测器进行检测的农药品种使用丙酮作为溶剂,配制标准储备液后根据仪器的灵敏度进行稀释。

### 1.2 实验方案设计

1.2.1 经检索有关农药残留检验方法文献,<sup>[1~5]</sup>针对名单中绝大多数农药的性质,可以认为丙酮:水(2:1)是最合适的提取溶剂;为保证名单中农药品种的分析效果,针对其性质需选用不同的检测器,根据使用说明中所提示的试样应一次性使用的要求,将试样溶解后封存好,需要时分取其中一部分进行分析。

1.2.2 拟采用有机氯和拟除虫菊酯农药多残留检验方法<sup>[6]</sup>对艾氏剂、O,P<sup>2</sup>DDT、P,P<sup>2</sup>DDT、P,P<sup>2</sup>DDE、狄氏剂、 $\alpha$ -六六六、 $\beta$ -六六六、 $\gamma$ -六六六、七氯、氯氰菊酯、溴氰菊酯、氰戊菊酯、氯菊酯等可能添加品种进行筛选。

1.2.3 拟采用有机磷和氨基甲酸酯农药多残留检验方法<sup>[7]</sup>对地亚农、乐果、倍硫磷、杀螟硫磷、马拉硫磷、甲胺磷、甲基对硫磷、对硫磷、伏杀硫磷、甲噻硫磷、西维因等可能添加品种进行筛选。

1.2.4 对从未开展检测研究的甲草胺、百菌清、乙烯菌核利、磷胺、O,P<sup>2</sup>DDE、 $\alpha$ -硫丹、 $\beta$ -硫丹、异狄氏剂等可能添加品种的检测,拟在参考文献资料的基础上建立分析方法,然后进行筛选。

1.2.5 对筛选出的可能组分进一步确定精确的定性定量方法。

### 1.3 实验方案的实施

1.3.1 对名单中适宜采用电子捕获检测器(ECD)检测的艾氏剂、O,P<sup>2</sup>DDT、P,P<sup>2</sup>DDT、P,P<sup>2</sup>DDE、狄氏剂、 $\alpha$ -六六六、 $\beta$ -六六六、 $\gamma$ -六六六、七氯、O,P<sup>2</sup>

DDE、 $\alpha$ -硫丹、 $\beta$ -硫丹、异狄氏剂、氯氰菊酯、溴氰菊酯、氰戊菊酯、氯菊酯、甲草胺、百菌清、乙烯菌核利等有机氯、拟除虫菊酯、杀菌剂、除草剂标准溶液采用 BP5 毛细管色谱柱确定保留时间。

1.3.2 对名单中适宜采用氮磷检测器(FID)检测的地亚农、乐果、倍硫磷、杀螟硫磷、马拉硫磷、甲胺磷、甲基对硫磷、对硫磷、伏杀硫磷、甲噻硫磷、磷胺、西维因、甲草胺、百菌清等有机磷、氨基甲酸酯、除草剂、杀菌剂标准溶液采用 BP5 毛细管色谱柱确定保留时间。

1.3.3 进行有机氯和拟除虫菊酯等农药前处理方法实验条件摸索。

1.3.3.1 由于对可能有的未知物的品种不了解,尽可能选用较温和、适用范围广的柱层析法进行前处理,故采用弗罗里硅土净化法进行前处理,当有机氯农药空白试样加标实验的回收率达到 85%~95%,拟除虫菊酯农药的回收率达到 70%~80%后对实际试样进行检测。采用 BP5 毛细管柱检测,明显检测出 6 个峰,同标准品的保留时间进行比较, $\gamma$ -六六六(4.96),艾氏剂(6.047),乙烯菌核利(6.713),O,P<sup>2</sup>DDE(8.092)四种农药的保留时间完全符合,另外 2 个峰无法与已知标准的保留时间相对应(见图 1)。

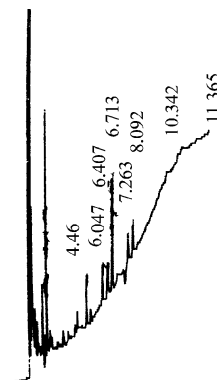


图 1 采用毛细管柱对有机氯和拟除虫菊酯检测的初步结果

1.3.3.2 对 1.2.3.1 中试样提取液采用 1.5% OV-17 + 1.95% QF-1/Chromosorb 填充柱进行确证。明显检出 7 个峰,除  $\gamma$ -六六六(3.617),艾氏剂(5.497),O,P<sup>2</sup>DDE(11.63)与标准保留时间相符外,又检测出 O,P<sup>2</sup>DDT(21.32),P,P<sup>2</sup>DDT(29.25)。原来判定的乙烯菌核利与标准保留时间不再符合,此外还有一个无法辨认的峰(见图 2)。根据图 2 的情况对图 1 进行再分析可以看出在 10 min 之后还有两个峰(10.342 和 11.365),不过由于峰较小而被忽略,由于在毛细管柱分析中采用的是分流进样方式,

当含量较小且响应较低时是可能会被漏检,与毛细管柱确定的标准保留时间相比,这两个峰是 O, P<sup>2</sup> DDT 和 P, P<sup>2</sup> DDT。

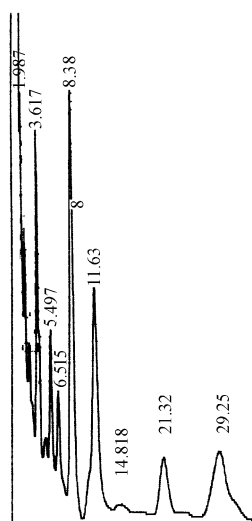


图2 采用填充柱对毛细管柱检测结果的确证

1.3.3.3 通过双柱实验结果确定含有5种有机氯农药。为保证实验结果的准确性,考虑到 $\gamma$ -六六六, O, P<sup>2</sup> DDE, O, P<sup>2</sup> DDT, P, P<sup>2</sup> DDT 4种有机氯农药均耐强酸,而艾氏剂又是耐酸性相对较强的农药,因此磺化法净化是比较理想的方法。五种农药耐酸实验结果表明,除艾氏剂磺化后剩余90%外,其余均在95%以上,完全可以在前处理中采用磺化法。

1.3.3.4 分取相当于5g试样的溶液,根据 GB 5009.19-1996 进行前处理,定容体积为2mL,共进行了12次实验,色谱图显示5个峰,无杂质干扰,三个加标试样的检测结果一致,对最终数据统计后报告最终结果, $\gamma$ -六六六 0.017 mg/kg, O, P<sup>2</sup> DDE 0.030 mg/kg, O, P<sup>2</sup> DDT 0.026 mg/kg, PP<sup>2</sup> DDT 0.066 mg/kg, 艾氏剂 0.017 mg/kg(见图3,图4)。除 P, P<sup>2</sup> DDT 变异系数较大在15%左右,其余4种变异系数均小于5%。

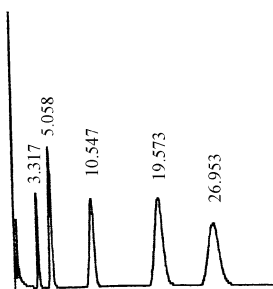


图3 五种有机氯标准色谱图

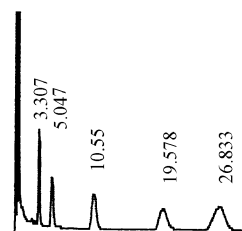


图4 考核试样色谱图

1.3.4 进行有机磷和氨基甲酸酯等农药前处理方法实验条件摸索。

1.3.4.1 由于受现有标准品所限,只能直接进行加标试样分析,由于不了解可能有的农药品种,故对提取液采用较为温和的凝结法作为净化方法。使用 BP5 毛细管色谱柱检测,共检测出3个峰,对照1.2.2中所确定的保留时间,第一个峰保留时间与甲胺磷相近,第二个峰可能是杀螟硫磷或马拉硫磷,第三个峰可能是对硫磷或倍硫磷(见图5)。也许与使用酸性的凝结液有关,试样与标准品的保留时间之间均有所差异,试样净化液呈黄色、溶剂峰拖尾且偏宽。在对试样进行多次试验之后,仍难以准确判断可能有的农药品种,说明该前处理方法不适合此试样分析。

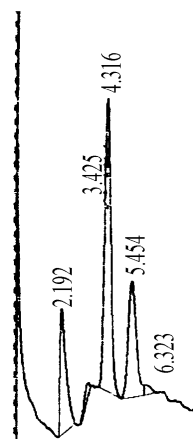


图5 采用毛细管柱对有机磷和氨基甲酸酯检测的初步结果

1.3.4.2 鉴于能检测出三个有机磷组分,且与1.2.3中最初采用弗罗里硅土净化法进行有机氯和拟除虫菊酯分析色谱图出现8个峰的结果是完全一致的,说明该考核试样实际含有8种农药组分。当时采用的弗罗里硅土净化前处理法,是适用于考核试样的。为改善净化效果,尝试对提取液使用弗罗里硅土层析柱净化法,这样可以直观看出试样净化

效果非常好,加上使用特异性检测器,分析效果很理想。色谱图出现三个峰,第一个峰的保留时间与甲



图6 3种有机磷标准色谱图

胺磷类似,第二个峰是马拉硫磷,第三个峰是对硫磷。考虑到甲胺磷属有机磷农药中极性很大的品种,根据以往经验,其保留时间经常会有一些小的变化,因此基本判定第一个峰是甲胺磷。为改善甲胺磷的分析效果,特选用甲胺磷专用色谱柱进行分析,同时该柱对马拉硫磷和对硫磷分析效果同样很好。

1.3.4.3 进行空白试样加标实验,实验结果表明如甲胺磷采用弗罗里硅土层析柱净化时回收率为0,而马拉硫磷和对硫磷回收率均在95%以上,说明试样中不含甲胺磷,只不过该农药的保留时间与甲胺磷相近(见图6、图7)。通过与试样说明中提供的32种农药标准品相对照,该峰无法确定,受各种条件所限未进行质谱分析,说明其中有一种属于32种名单之外的农药。把马拉硫磷和对硫磷标准品使用1.2.3条件进行分析,保留时间一致。



图7 过弗罗里硅土净化柱标准色谱图

1.3.4.4 分取相当于3g试样的溶液,超声提取后以二氯甲烷萃取,浓缩至少量,经弗罗里硅土层析柱净化,以40mL二氯甲烷作为洗脱剂,浓缩,氮气吹干后以丙酮定容至2mL,共进行了12次实验,三个加标试样结果一致,对数据统计后报告最终结果,马拉硫磷0.061mg/kg,对硫磷0.100mg/kg。两种农药的变异系数均小于5%(见图8、图9)。



图8 有机磷材料色谱图

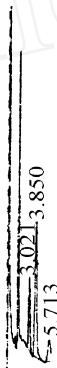


图9 考核试样色谱图

2 考核结果

本次考核全球共有69个实验室在规定时间内提交了分析结果报告。WHO的总结报告(GEMS/Food Analytical Quality Assurance Study 1999)指出,本次质控试样共有8种农药,其中7种在32种农药名单范围内,1种在名单之外。实验结果的评价方法采用国际化学分析实验室专门测试协调草案(ISO/REMCON 263,1992)进行。根据加标量确定用于评价实验结果的Z值(此数值在协调草案中有明确的计算方法)。按照此协调草案,实验结果同真值相比在 $\pm 2Z$ 的范围内即被认为是合格的结果,同时说明实验室操作水平良好; $\pm 2Z$ 与 $\pm 3Z$ 之间的结果被认为是有点问题的结果,超出 $\pm 3Z$ 的结果不再被列入统计范围中。我所报告的考核结果全部在 $\pm 1Z$ 范围内,见表3。69个实验室间结果的比较分别见表4。

表3 本次考核我所实验结果统计 mg/kg

|                       | 报告值   | 真值    | Z - SCORE |
|-----------------------|-------|-------|-----------|
| 艾氏剂                   | 0.019 | 0.018 | 0.19      |
| 毒死蜱 <sup>(1)</sup>    | 未定值   | 0.11  |           |
| O,P- <sup>2</sup> DDT | 0.025 | 0.032 | -0.81     |
| P,P- <sup>2</sup> DDT | 0.057 | 0.047 | 0.84      |
| O,P- <sup>2</sup> DDE | 0.030 | 0.032 | -0.23     |
| γ-666                 | 0.017 | 0.018 | -0.19     |
| 马拉硫磷                  | 0.057 | 0.071 | -0.83     |
| 对硫磷                   | 0.098 | 0.094 | 0.19      |

注:(1)属提供检测名单之外的物质,能检测出,但无标准品作为对照,无法定性定量。

表4 69个实验室统计结果比较(未累计)

|                    | 实验<br>室数 | 最大平<br>均Z值 | 最小平<br>均Z值          | 结果全部在±Z<br>范围的实验室数 |
|--------------------|----------|------------|---------------------|--------------------|
| 8种组分全部检出           | 10       | 6.26       | 0.44                | 1                  |
| 检出7种组分             | 11       | 3.25       | 0.39                | 3 <sup>(1)</sup>   |
| 检出7种组分<br>(不包括毒死蜱) | 5        | 3.25       | 0.47 <sup>(2)</sup> | 1 <sup>(2)</sup>   |
| 检出6种组分             | 11       | 23.33      | 0.38                | 1                  |
| 检出3~5种组分           | 25       | \          | \                   | \                  |
| 检出2种组分以下           | 12       | \          | \                   | \                  |

注:(1)我所位于其中,(2)即我所。 \ :未加以统计

### 3 总结

3.1 1999年GEME/Food分析质量保证考核是我所继1992年之后参加的第二次农药残留分析考核,同上一次考核相比难度大得多。上一次是单一类型的有机氯农药分析,此次是几乎囊括各种类型农药的多组分分析,而且农药添加量小、试样基质复杂、要求完成时间紧,加上我所近些年由于工作重心转移,农药残留工作几乎未开展,现有的农药标准品均已过期,缺少强有力的定性仪器等实际问题使得考核难度更大。

3.2 根据目前国内外分析测试界普遍的观点,无论是对分析有较高确定性的物质还是有一定不确定性的物质,都需要使用有较高性能的分析仪器来确保分析结果的准确。在发回的考核总结报告中可以看出,在参加考核统计的69个实验室中,明确表示使用了气-质联机的就有22个实验室,我所仅用一台气相色谱、三根色谱柱作为定性定量分析工具,其中艾氏剂、O,P-<sup>2</sup>DDT、γ-666、对硫磷四种农药组分的测定结果在69个实验室中均名列第二。此次考核最大的收获是在没有强有力的定性分析仪器的支持下对农药组分进行确证。在以往实际工作中,试样中

的农药品种不会太多,很少超过3种类型,只要我所具备标准品就基本不存在确证问题。本次考核试样中农药品种尤其是从未进行过分析的品种和农药类型均远超出以往,很容易产生交叉干扰和假阳性等情况,使用质谱可以快速定性,我们通过改变色谱柱的极性进行确证。例如在使用BP5毛细管柱分析试样时有与乙烯菌核利保留时间完全符合的色谱峰,但使用1.5%OV-17+1.95%QF-1/Chromosorb柱确证时发现根本没有与乙烯菌核利保留时间相似的物质,实际上在使用BP5毛细管柱、电子捕获检测器时马拉硫磷的保留时间与乙烯菌核利完全一致。电子捕获检测器属于广范围检测器,有机氯农药必须要使用该检测器,但有机磷等农药电负性也很强,同样会有较强的响应,对于使用该检测器出现的色谱峰应当有清醒的认识。使用毛细管柱和填充柱相互确证可以起到补充的作用,例如采用分流式毛细管柱虽然分离效果好但灵敏度低,而填充柱则恰恰相反,正是由于交叉使用才没有遗漏掉O,P-<sup>2</sup>DDT和P,P-<sup>2</sup>DDT。但令人遗憾的是,在实际检测中发现了一种属32种农药名单之外的物质,虽使用ECD、NPD检测器均可检测出,而且峰高同检测出的其他两种可以确定品种的有机磷农药相当,但用我所现有全部农药标准品无法确证。考核总结报告中指出该物质是毒死蜱,如果我所具备气-质联机,此物质应当比较容易定性,而且采用我们所用的前处理方法也能保证回收率,这将可能使我们的考核成绩达到一个更高的水平。

3.3 此次考核提高了我们的前处理能力,该试样的基质是我们遇到的最复杂的基质,按我国规定,一般食品试样只进行可食部分的分析,全桔粉为去皮、核后匀浆脱水制成的干粉。而考核试样全桔粉很可能包含果皮,因为按以往的前处理方法试样净化浓缩液为黄色油脂,干扰极大,根本无法判断其中的农药组分。在我国,很少有使用层析柱法对有机磷农药进行净化的报道,但要解决干扰问题只有层析柱法最好。因此针对该考核试样建立了有机磷农药的前处理方法,采用丙酮-水(2:1)作为提取溶剂,弗罗里硅土层析柱法净化,回收率均在85%以上。针对该试样,为保证有机氯农药的净化效果,仍采用磺化法,实践证明该方法非常可靠。

3.4 通过考核对许多常用农药的物理化学性质有了更深入的了解。例如虽然对滴滴涕进行过上千次分析,并且了解其具有热不稳定性,但对影响方式和程度却了解较少。对考核试样根据GB 5009.19—

1996 仪器条件进行分析,发现能检测出微量的 P, P<sup>2</sup>DDD,由此才考虑到某些组分可能分解了。实际上 P, P<sup>2</sup>DDT 在柱温 195 °C 会部分转化为 P, P<sup>2</sup>DDD,在一般分析中检测滴滴涕总量,温度高问题不大,关键是可以节省分析时间。而这次考核试样要求检测的是单一品种的含量,必须保证其不会分解,因此选择柱温 170 °C,并尽可能通过加大载气流速来弥补延长的分析时间。此外通过考核对未开展分析的农药也建立了分析方法。甲草胺、百菌清、乙烯菌核利、磷胺、O, P<sup>2</sup>DDE, α-硫丹、β-硫丹、异狄氏剂是我所从未进行过分析的农药品种,其中除 O, P<sup>2</sup>DDE 和异狄氏剂由于与其他有机氯农药性质相差不大,比较容易掌握分析方法外,其余农药分析均有一定难度。尤其作为近年才在我国使用的乙烯菌核利更是没有文献报道,通过到进口农药管理部门咨询才了解其分析方法。通过考核目前已能很好地开展这些农药的分析工作。

3.5 有机溶剂作为组带在分析过程中起着极为重要的作用,如果存在干扰杂质尤其是在分析过程中能产生色谱峰将会对这种未知试样的考核产生极大影响。消除这种影响的办法有 2 个,要么使用价格高的农药残留级试剂,要么要对市售试剂进行严格的处理。此次所用市售试剂中二氯甲烷经重蒸后无干扰峰;市售丙酮重蒸后仍有杂峰干扰,当用高锰酸钾回流至紫色不褪后再蒸馏后无干扰峰;市售正己烷无论是碱回流还是碘化后再回流均有干扰峰,只能使用农药残留级试剂。为保证检测结果的准确,

必须要保证试剂的纯度。

3.6 通过这次考核对今后开展工作有以下启示:

(1)应当在原来的工作基础上对所开展领域的工作及时了解发展动向,掌握新技术,尽可能收集齐全有关资料,以便在今后开展工作时掌握主动权。(2)在开展工作时要将困难设想得更大些,多进行一些复杂试样基质、痕量物质的分析研究,不能满足于仅靠几种试样就完成方法的任务观点,使建立的方法适用面更广、适应性更强,以便为今后对付各种试样打基础。(3)要加强分析基本功的训练,在日常试样的分析中要做到一丝不苟,培养严谨的科学工作作风。

#### 参考文献:

- [1] 中华人民共和国进出口商品检验局. 农药残留量气相色谱法[M]. 中国对外经济贸易出版社, 1986.
- [2] 默涛,陈鹤鑫,陆贻通,等. 农药残留量分析方法[M]. 上海科学技术出版社, 1992.
- [3] 黄土忠,姚建仁,等. 农药多组分残留量气相色谱分析法[M]. 中国科学技术出版社, 1991.
- [4] 农业部农药检定所. 农药残留量实用检测方法手册[M]. 中国农业科技出版社, 1995.
- [5] 樊德方. 农药残留量分析与检测[M]. 上海科学技术出版社, 1982.
- [6] GB/T 17332 - 1998. 食品中有机氯和拟除虫菊酯农药多残留的测定方法[S].
- [7] GB/T 17331 - 1998. 食品中有机磷和氨基甲酸酯农药多残留的测定方法[S].

**The test of GEMS/food analytical quality assurance of pesticide residue in 1999/Yang Dajin ,Fang Conrong , Wang Zhutian//Chinese Journal of Food Hygiene. - 2001 ,13(2) :4~9**

**Abstract:** To analysis the samples offered by the GEMS/Food analytical quality assurance of pesticide residue in 1999 ,we looked up and generalized the references to design a set of experiment method aimed at 5 categories ,32 kind of pesticide that probably existed in the test samples. All data reported by our institute were in the range of  $\pm 1Z$  that more exact than the demand that the range is  $\pm 2Z$  4 data among them ranked second in the 69 laboratories that joined the GEMS/Food analytical quality assurance of pesticide residue.

**Author's address:** Yang Dajin ,Institute of food safety control and inspection ,Ministry of Health ,100021 Beijing PRC

**Key Words:** Pesticide residue Chemistry ,Analytical Quality Control