附件7

2021年能力验证前处理作业指导书

一、农产品中农药残留的检测

（一）A样

提取：按NY/T 761方法，35.0 g样品中加入70 mL乙腈，高速匀浆2 min后用滤纸过滤或抽滤，过滤至装有8～10 g氯化钠具塞量筒中,剧烈振摇1min,静置分层30min以上,上层乙腈相体积约为50～60mL；每份样品必须全部一次性提取，不需重新称样。

净化：

第一份：取10 mL提取液，按照NY/T 761有机磷类农药测定步骤进行前处理，用气相色谱（FPD）进行测定。

第二份：取10 mL提取液，按照NY/T 761有机氯和菊酯类农药测定步骤进行前处理，用气相色谱（ECD）进行测定。

（二）B样

提取：按NY/T 761方法，75g样品中加入150mL乙腈，高速匀浆2 min后用滤纸过滤或抽滤，过滤至装有15～18g氯化钠具塞量筒中,剧烈振摇1min,静置分层30min以上,上层乙腈相体积约为120～130mL；每份样品必须全部一次性提取，不需重新称样。

净化：

第一份：取10.0 mL提取液，按照NY/T 761有机磷类农药测定步骤进行前处理，用气相色谱（FPD）进行测定。

第二份：取10.0 mL提取液，按照NY/T 761有机氯和菊酯类农药测定步骤进行前处理，用气相色谱（ECD）进行测定。

第三份：取20.0 mL提取液，按照GB 23200.8或GB 23200.113农残测定步骤进行前处理，用气相色谱质谱仪进行测定。

第四份：取20.0 mL提取液，按照GB/T 20769农残测定步骤进行前处理，用液相色谱质谱仪进行测定。

**注：可采取其他方法净化、上机检测，过程中注意样品的浓缩比例，简述方法过程，以便结果研判。**

（三）结果提交

结果上报在96小时内完成（以电子邮件或传真时间为准），上报结果后检测机构应在24小时内邮寄考核材料（以邮戳或电子收件时间为准），材料包含实验原始记录、检验报告等。

检测机构应及时准确填写实验原始记录，检验过程中的动态数据记录、如空白样品及加标样品称样量、加标量、加标标样浓度、实验室温湿度；实验过程中所用计量仪器的编号等应及时记录；

结果保留3位有效数字，平行样残留含量及平均含量、相对偏差，提供加标回收率计算公式与结果，按当天检验情况填写并附色谱图；

色谱图信息至少包括:色谱仪器设备序列号或ID、身份识别码,数据文件保存路径、样品名称（注明标液、空白、加标回收、考核样）、样品编号、进样瓶号、进样时间、进样量、色谱峰保留时间及面积等。

二、畜产品中兽药残留检测

（一）样品的接收

本次能力验证考核样品在发放前已进行均匀性和稳定性实验,确保检验结果的差异不是由样品的差异所致。

共两份空白添加样品，鸡肉样品装于密闭离心管中，管上注明样品编号。每份样品包括两个平行双样，样品重5.00g。

1.统一提供检验原始记录格式，拿样时提供。

2.交接样品时，请查验样品，填写验证样品单，确认样品状态是否完好。

（二）检测项目及说明

鸡肉中磺胺甲基嘧啶、磺胺甲氧哒嗪、磺胺甲噁唑、磺胺氯哒嗪、磺胺间甲氧嘧啶5种药物。

1. 检测时需要定性含有什么药物，再定量。
2. 检测时直接用领样时装样品的试管操作，不需要转移，以免损失。

（三）检验依据

按《动物源性食品中13种磺胺类药物多残留的测定-高效液相色谱法》（GB 29694-2013）或《动物源食品中磺胺类药物残留检测-液相色谱-串联质谱法》（农业部1025号公告23-2008）执行。

（四）结果提交

结果以药物单体计，结果保留3位有效数字。各实验室应及时准确填写实验原始记录。检验过程中的动态数据，如两份平行供试试料重量、空白试料（空白对照）及空白添加试料（阳性对照）的称样量、实验过程中所用计量仪器的编号等应及时记录；对照溶液浓度、进样量、测定数据按操作时的实际量填写；实验室温湿度，残留量计算过程及结果，平行实验样品残留量的平均值，回收率计算公式与结果，按当天检验情况填写并附色谱图。

色谱图信息至少包括:色谱仪器设备序列号或ID、身份识别码,数据文件保存路径、样品名称（注明标液、空白、阳性添加、考核样）、样品编号、进样瓶号、进样时间、进样量、色谱峰保留时间及面积等。