

《茶叶中草枯醚、氟除草醚、格螨酯、环螨酯、烯虫炔酯和烯虫乙酯 农药残留量的测定 气相色谱-串联质谱法》征求意见稿编制说明

1 任务来源与起草单位

2022 年 3 月 4 日，福建省质量检验协会批准厦门市产品质量监督检验院、SGS 通标标准技术服务有限公司等单位制定《茶叶中草枯醚、氟除草醚、格螨酯、环螨酯、烯虫炔酯和烯虫乙酯农药残留量的测定 气相色谱-串联质谱法》标准立项，项目编号为 T/FQIA003-2022，计划完成时间为 2022 年 5 月。

本标准起草的单位有：厦门市产品质量监督检验院、SGS 通标标准技术服务有限公司、漳州天康检测技术有限公司。

2 目的意义

茶叶富含茶多酚、氨基酸、维生素、生物碱和多种微量元素，是世界公认的天然健康饮料，也是我国人民日常消费的主要饮品。当前我国茶叶产业发展迅速，消费者对于茶叶质量安全提出了更高要求。茶叶生产企业大部分以外地毛茶为原料进行精加工或者分装，如果茶叶原料在生产种植过程中，因使用农药不当或施用农药后安全间隔时间不够就进行采摘，容易造成茶叶产品农药残留量超标。

我国最新的食安标准 GB 2763-2021《食品中农药最大残留限量标准》中规定了茶叶中 106 项农残的最大残留限量，但是未规定草枯醚、氟除草醚、格螨酯、环螨酯、烯虫炔酯和烯虫乙酯 6 项新增农药的检测方法。对于需要全检报告的茶叶企业以及出具报告的检验机构，出现报告无标准可依、无法判定的情况；同时由于检测机构良莠不齐，无标准依据出具的数据其准确度与灵敏度均无法保证满足目前限量要求，无法发现茶叶质量安全隐患。

因此亟需建立检测该 6 项农残的检测方法标准，为国内企业与其他检测机构提供参考，填补国内茶叶农残检测技术的空白。

3 标准修订的过程

3.1 收集典型样品

为了确保标准的广泛适用性，收集了福建省内具有代表性的几类茶叶样品，包括乌龙茶、白茶、红茶和绿茶样品。

3.2 国内外相关分析方法研究资料收集

3.2.1 相关标准和文献的检索

围绕被检样品的特性和标准的适用范围，重点收集了以下几方面的资料：1)、茶叶中多种农药残留同时测定方法研究进展及未来的发展趋势；2)、草枯醚、氟除草醚、格螨酯、环螨酯、烯虫炔酯和烯虫乙酯等农药残留检测方法的国内外相关标准资料；3)、茶叶中多种农药残留同时测定方法及相关仪器设备的科研和应用情况。

3.2.2 现行分析标准的实施情况和存在问题

我国最新的食安标准 GB 2763-2021《食品中农药最大残留限量标准》中规定了茶叶中 106 项农残的最大残留限量，但是未规定草枯醚、氟除草醚、格螨酯、环螨酯、烯虫炔酯和烯虫乙酯 6 项新增农药的检测方法。目前未见国内外对于茶叶中草枯醚、氟除草醚、格螨酯、环螨酯、烯虫炔酯和烯虫乙酯 6 项新增农药的检测方法报道与文献，该标准项目可作为未来技术发展的基础。

3.3 本方法的先进性

在本方法中，我们采用固相萃取法结合气相色谱-串联质谱法同时测定 6 种农药残留，可为国内企业与其他检测机构提供茶叶中草枯醚、氟除草醚、格螨酯、环螨酯、烯虫炔酯和烯虫乙酯等农药残留的测定方法参考，填补了国内茶叶中 106 项农药残留检测技术的空白。

4 标准制定的技术内容及确定依据

4.1 标准制定的技术路线

标准制定过程中遵循科学、合理、可行的原则，力求做到规范科学。综合以上标准及资料，拟定了初步的实验方案：茶叶样品经粉碎混匀，采用固相萃取法方法提取净化后，用气相色谱-串联质谱测定，利用基质标准曲线、内标法/外标法定量。

4.2 标准编制原则

标准的编制遵循规范性、适用性和可操作性原则，标准格式要求按 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》进行编制。标准内容制定遵循以下原则：以满足食品安全国家强制性标准为前提，结合企业、相关检测机构等部门的实际需求、比较分析国外先进标准、综合推荐性国家标准和行业标准，结合实际及市场不断对标国际先进标准。与同体系标准及相关的各种基础标准以及配套使用的取样、试剂规格等标准相衔接，遵循了政策性和协调统一性的原则。

在标准修订过程中力求做到：技术内容的叙述正确无误；文字表达准确、简明、易懂；标准的构成严谨合理；内容编排、层次划分等符合逻辑与规定。

4.3 主要工作过程

4.3.1 确定标准的主要技术内容

在查阅大量国内外相关文献基础上，比较了不同检测方法的优缺点，确定了主要试验内容和方案，并进行了大量试验及多份样品的检测。经对这些原始数据进行分析、统计和处理，在详实、充分、科学的试验数据的基础上，拟定了“茶叶中草枯醚、氟除草醚、格螨酯、环螨酯、烯虫炔酯和烯虫乙酯农药残留量的测定 气相色谱-串联质谱法”的试验方案，确定了标准的主要技术内容，包括测定方法选择、测定条件优化，并对方法的线性范围、检出限、精密度、重复性及方法的适用性等进行了研究。表 1 为本标准中涉及的 6 种农药化合物信息。

表 1. 6 种农药化合物信息

序号	中文名称	英文名称	CAS 号	分子式
1	草枯醚	Chlornitrofen	1836-77-7	C ₁₂ H ₆ Cl ₃ NO ₃
2	氟除草醚	Fluoronitrofen	13738-63-1	C ₁₂ H ₆ Cl ₂ FNO ₃
3	格螨酯	Genit	97-16-5	C ₁₂ H ₈ Cl ₂ O ₃ S
4	环螨酯	Cycloprate	54460-46-7	C ₂₀ H ₃₈ O ₂
5	烯虫乙酯	Hydroprene	65733-18-8	C ₁₇ H ₃₀ O ₂
6	烯虫炔酯	Kinoprene	42588-37-4	C ₁₈ H ₂₈ O ₂

4.3.2 试验方案的实施

4.3.2.1 方法技术参数

本标准的方法技术参数是根据 GB/T 5009.1-2003 《食品卫生检验方法 理化部分 总则》、GB/T 6379.1-2004、GB/T 6379.2-2004、GB/T 6379.4-2006、GB/T 6379.5-2006、《GB/T 6379.6-2006 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)》以及 GB/T 27417-2017 《合格评定 化学分析方法确认和验证指南》附录 A、B 的技术要求的规定制定。

4.3.2.1.1 仪器参数

仪器参考条件：

a) 色谱柱：（5%-苯基）-甲基聚硅氧烷石英毛细管柱；30 m×0.25 mm×0.25 mm，或相当者；

b) 色谱柱温度：90 °C 保持 1 min，然后以 50 °C/min 升温至 200 °C，再以 5 °C/min 升温至 220 °C，保持 1 min；再以 10 °C/min 升温至 300 °C，保持 3 min；

c) 载气：氦气，纯度≥99.999%，流速 1.0 mL/min；

d) 进样口温度：280 °C；

e) 进样量：1 μL；

f) 进样方式：不分流进样；

g) 电子轰击源：70 eV；

- h) 离子源温度：280 ℃；
- i) 传输线温度：280 ℃；
- j) 溶剂延迟：3 min；

为减少干扰，提高方法的选择性和灵敏度，本研究采用多反应离子监测（MRM），尽量选择丰度高、高质量数的离子进行测定。每种农药分别选择至少 2 个子离子。所有需要检测的子离子按照出峰顺序，分别检测。每种农药的保留时间、母离子、子离子及离子对质谱参数见表 2。优化条件下的多反应监测（MRM）离子图见图 1。

表 2. 6 种农药化合物监测离子与保留时间

序号	化合物	保留时间	定量离子对	碰撞电压V	定性离子对	碰撞电压V
1	草枯醚	7.436	352.8-262.9	15	352.8-264.9	15
2	氟除草醚	10.242	316.6-286.6	15	316.6-195.6	25
3	格螨酯	8.291	300.9-180.1	30	300.9-208.0	25
4	环螨酯	8.311	141.0-76.9	5	141.0-51.0	35
5	烯虫乙酯	9.265	87.0-45.1	10	69.0-41.1	10
6	烯虫炔酯	5.760	139.0-83.1	20	221.0-95.0	15

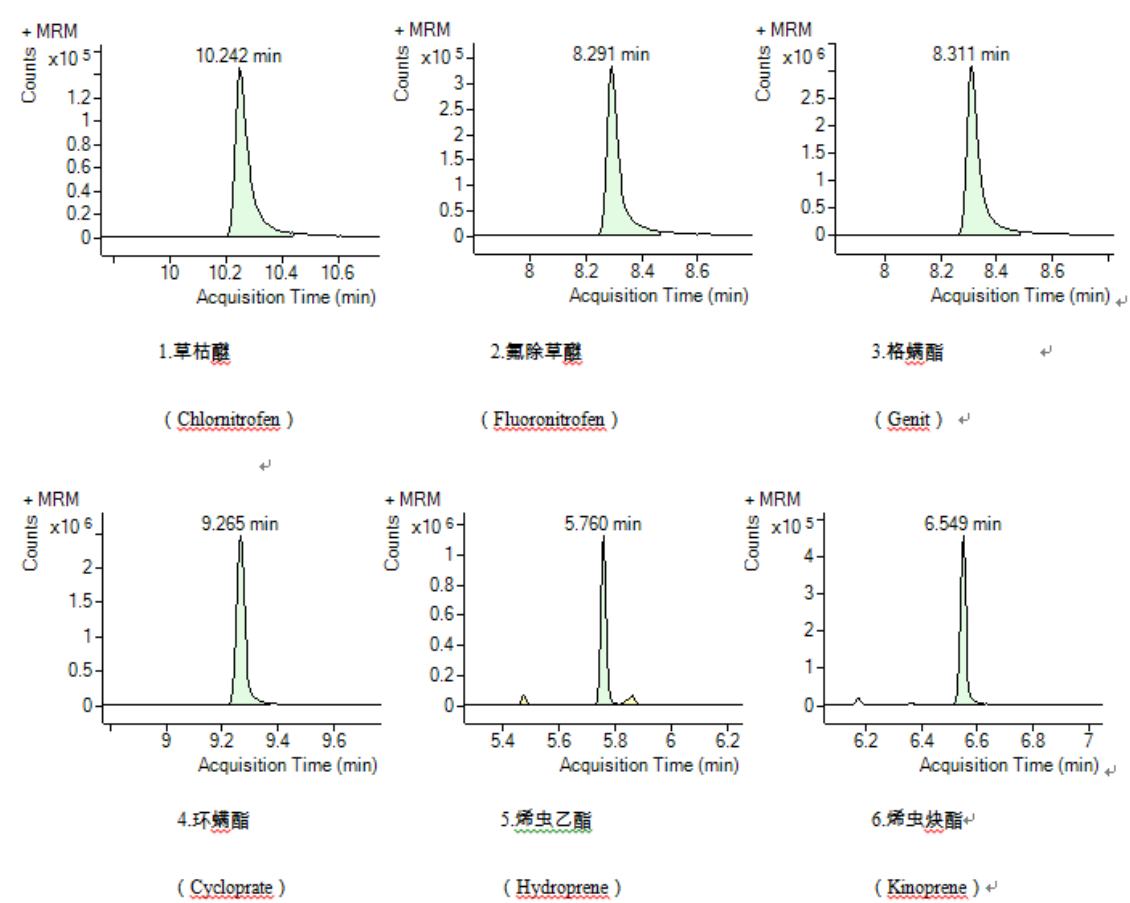


图 1. 优化条件下 6 种农药化合物的多反应监测（MRM）离子图

4.3.2.1.2 样品前处理方法

纸称取 5 g 试样（精确至 0.01 g）于 100 mL 塑料离心管中，加 10 mL 水涡旋混匀，静置 30 min。加入 20 mL 乙腈，用高速匀浆机 15000 r/min 匀浆 2 min，加入 5g~7g 氯化钠剧烈振荡数次，4200 r/min 离心 5 min。准确吸取 5 mL 上清液于 100 mL 茄形瓶中，40 ℃水浴旋转蒸发至 1 mL 左右，氮吹至近干，待净化。用 5 mL 乙腈-甲苯溶液预洗固相萃取柱，弃去流出液。下接 150 mL 鸡心瓶，放入固定架上。将上述待净化试样用 3 mL 乙腈-甲苯溶液洗涤至固相萃取柱中，再用 2 mL 乙腈-甲苯溶液洗涤，并将洗涤液移入柱中，重复 2 次。在柱上加上 50 mL 储液器，用 25 mL 乙腈-甲苯溶液淋洗小柱，收集上述所有流出液于 150 mL 鸡心瓶中，40 ℃水浴旋转蒸发至近干，加入内标溶液，加入 1mL 丙酮复溶，过微孔滤膜后用于测定。

4.3.2.2 方法的检出限、定量限和线性范围

本方法中选用一系列混合标准工作溶液考察了 6 种农药化合物的线性范围，标准工作曲线分别见图 2~图 7，浓度范围与线性方程见表 3，可以看到 6 种农药化合物在 0.01~0.5mg/L 的浓度范围内均呈现出良好的线性关系，线性相关系数 R^2 均不低于 0.997，可以满足多数茶叶样品中 6 种农药残留量的测定要求。

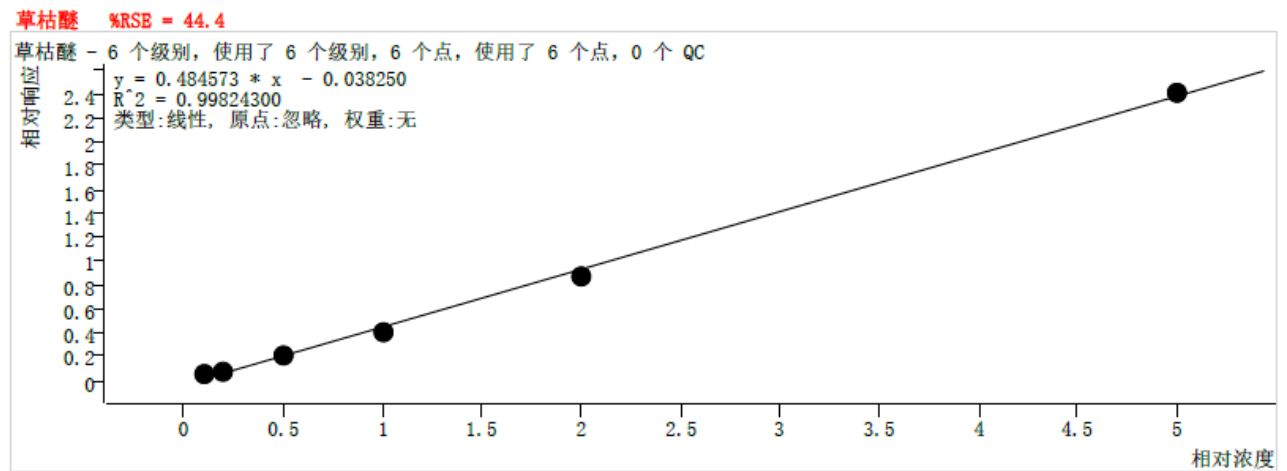


图 2. 草枯醚的标准工作曲线

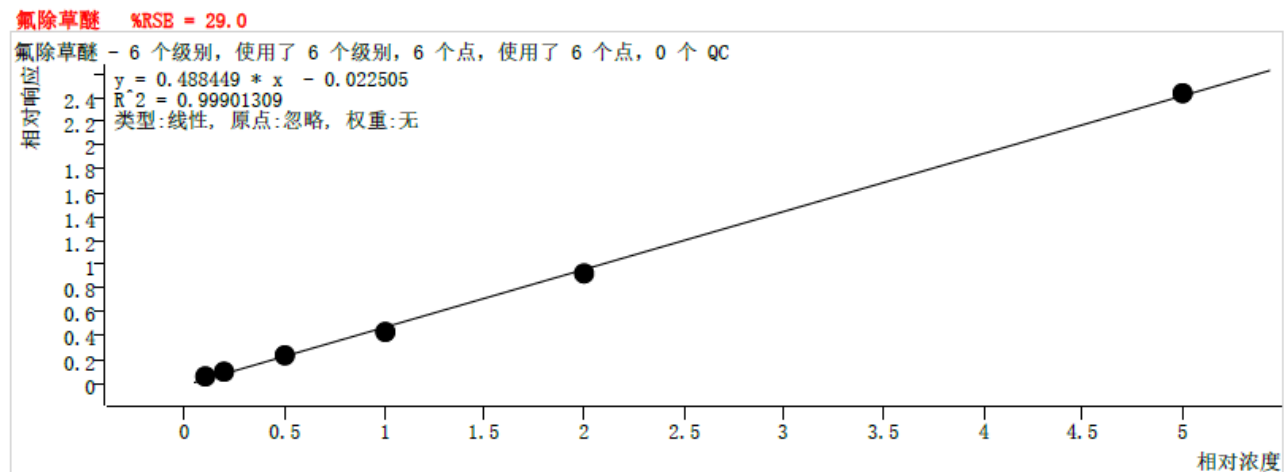


图 3. 氟除草醚的标准工作曲线

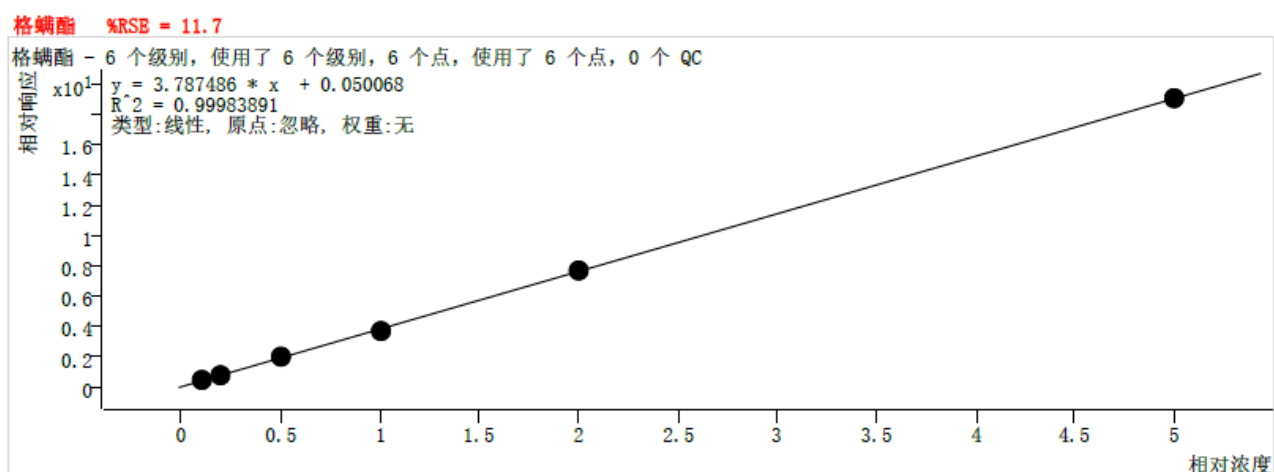


图 4. 格螨酯的标准工作曲线

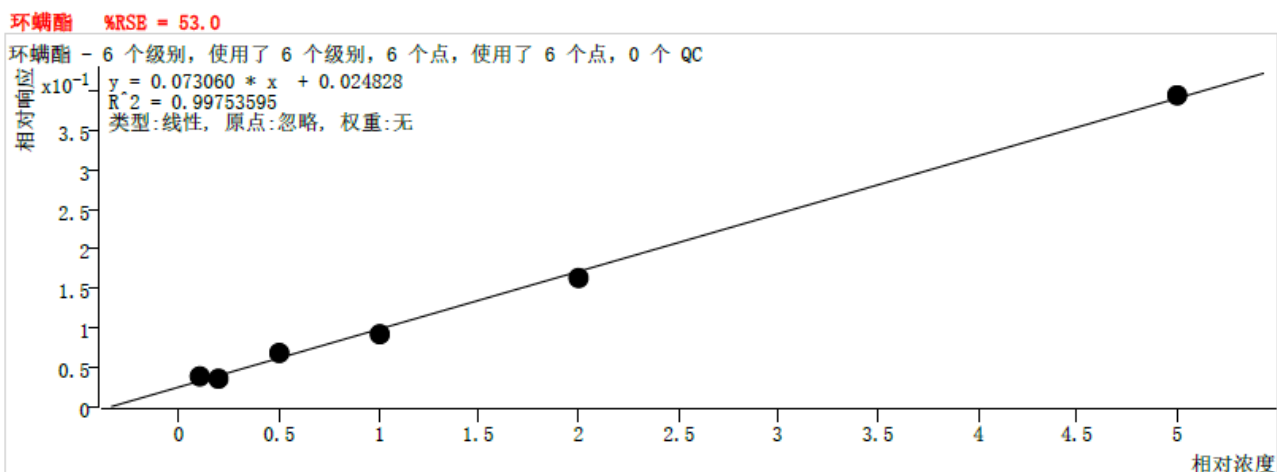


图 5. 环螨酯的标准工作曲线

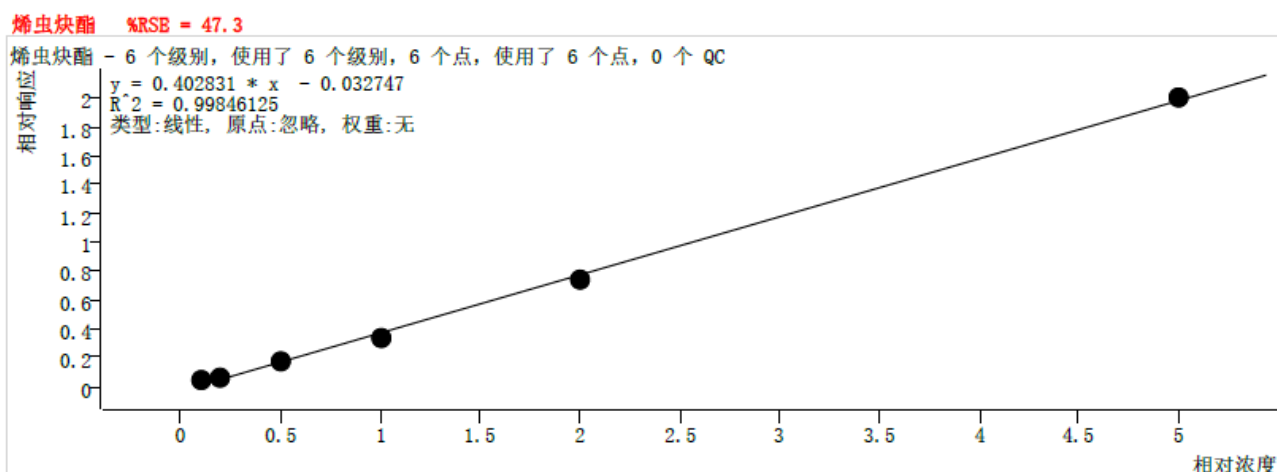


图 6. 烯虫炔酯的标准工作曲线

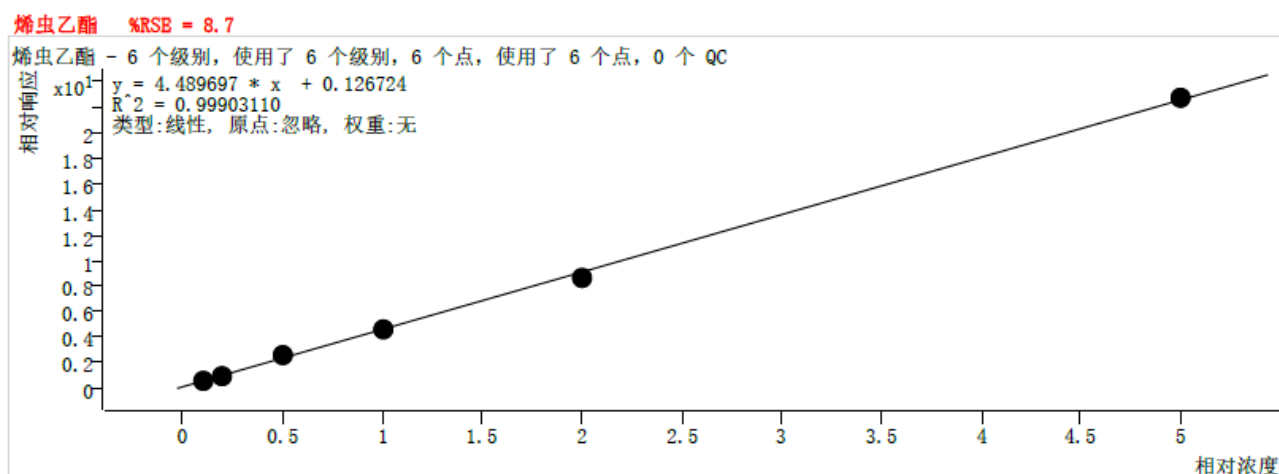


图 7. 烯虫乙酯的标准工作曲线

表 3.6 种农药化合物标准曲线线性关系

序号	化合物	线性方程	相关系数 R ²	线性范围 mg/L
1	草枯醚	$y=0.484573*x-0.038250$	0.9982	0.01~0.5
2	氟除草醚	$y=0.488449*x-0.022505$	0.9990	0.01~0.5
3	格螨酯	$y=3.787486*x-0.050068$	0.9998	0.01~0.5
4	环螨酯	$y=0.073060*x-0.024828$	0.9975	0.01~0.5
5	烯虫炔酯	$y=0.402831*x-0.032747$	0.9985	0.01~0.5
6	烯虫乙酯	$y=4.489597*x-0.126724$	0.9990	0.01~0.5

根据《合格评定化学分析方法确认和验证指南的要求》(GB/T 27417-2017)做方法检出限验证,对浓度或含量为估计方法检出限 2-5 倍的样品(最低可接受浓度)进行 10 次平行测定,计算 10 次平行测定的标准偏差,按 3 倍标准偏差计算方法检出限,10 倍标准偏差计算方法定量限。实验室以空白样中添加 6 种农药化合物浓度均为 0.01mg/kg 的样品作为 LOD 的测试样品,计算得方法检出限及定量限见表 4。

表 4 方法检出限、定量限测试数据表

平行样编号		草枯醚	氟除草醚	格螨酯	环螨酯	烯虫炔酯	烯虫乙酯
		检测浓度: 0.01mg/kg					
测定结果 (mg/kg)	1	0.008248	0.0096	0.00824	0.00928	0.0096	0.0084
	2	0.00912	0.00808	0.0092	0.00984	0.00832	0.01032
	3	0.00955	0.00992	0.00904	0.00944	0.0084	0.00968
	4	0.01004	0.00936	0.0104	0.0100	0.0076	0.01072
	5	0.00815	0.01048	0.01024	0.0088	0.0100	0.0084
	6	0.00791	0.00864	0.00944	0.0092	0.00976	0.00864
	7	0.00815	0.00776	0.01032	0.0076	0.00936	0.0092

	8	0.00982	0.01056	0.00896	0.00992	0.00768	0.0088
	9	0.00978	0.00864	0.0084	0.00768	0.00816	0.00776
	10	0.01017	0.00928	0.00792	0.00784	0.00872	0.0096
平均值 X (mg/kg)		0.009094	0.009232	0.009216	0.00896	0.00876	0.009152
标准偏差 s (mg/kg)		0.000892	0.000951	0.000889	0.000939	0.000869	0.000929
方法检出限 LOD (mg/kg)		0.002676	0.002854	0.002667	0.002817	0.002608	0.002786
方法定量限 LOD (mg/kg)		0.008919	0.009512	0.008891	0.00939	0.008692	0.009285

4.3.2.3 方法的准确性和精密度

对于茶叶中 6 种农药化合物的测定,为评价本方法的准确性,我们按照 GB 27417 的要求对不同基质样品加入 6 种农药化合物进行 10 μ g/kg、20 μ g/kg 和 100 μ g/kg 三个水平含量的加标进行测定,每个水平测定 6 次或 10 次,结果见表 5~表 8。可以从看到红茶、绿茶、乌龙茶以及白茶样品的加标回收率分别在 67.9%~98.8%范围内,相对标准偏差在 0.48~11.0%之间,说明本方法的精密度和准确度良好。

表 5. 白茶基质的精密度与加标回收率

化合物编号		草枯醚			氟除草醚			格螨酯			环螨酯			烯虫炔酯			烯虫乙酯		
加标浓度 (μ g/kg)		10	20	100	10	20	100	10	20	100	10	20	100	10	20	100	10	20	100
测定 结果 μ g/kg	1	8.25	17.9	102	9.60	16.6	96.4	8.24	16.7	96.5	9.28	17.7	94.4	9.60	17.4	97.5	8.40	17.1	96.4
	2	9.12	16.5	88.5	8.08	18.4	94.5	9.2	16.9	95.1	9.84	18.0	87.3	8.32	16.2	97.7	10.3	17.2	98.2
	3	9.55	20.6	96.0	9.92	18.0	90.4	9.04	16.2	95.0	9.44	19.1	94.6	8.40	17.4	94.8	9.68	18.2	100
	4	10.0	16.1	86.8	9.36	17.4	104	10.4	16.4	96.5	10.0	17.0	96.5	7.60	17.9	103	10.7	16.5	98.6
	5	8.15	16.5	91.4	10.5	16.6	96.6	10.2	18.2	100	8.80	17.4	108	10.0	17.4	101	8.40	17.5	97.7
	6	7.91	17.5	83.1	8.64	18.1	103	9.44	16.2	98.2	9.20	16.2	96.6	9.76	19.3	91.9	8.64	16.3	96.3
	7	8.15	/	/	7.76	/	/	10.3	/	/	7.60	/	/	9.36	/	/	9.20	/	/
	8	9.82	/	/	10.6	/	/	8.96	/	/	9.92	/	/	7.68	/	/	8.80	/	/
	9	9.78	/	/	8.64	/	/	8.4	/	/	7.68	/	/	8.16	/	/	7.76	/	/
	10	10.2	/	/	9.28	/	/	7.92	/	/	7.84	/	/	8.72	/	/	9.60	/	/
平均值 X (μ g/kg)		9.09	17.5	91.4	9.23	17.5	97.6	9.22	17.8	96.9	8.96	17.6	96.3	8.76	17.6	97.7	9.15	17.1	97.9
加标回收率 (%)		90.9	87.5	91.4	82.3	87.5	97.6	92.2	89.0	96.9	89.6	88.0	96.3	87.6	88.0	97.7	91.5	85.1	97.9
标准偏差 s (μ g/kg)		0.89	17.5	6.93	0.95	17.5	5.34	0.89	16.8	1.93	0.94	17.6	6.82	0.87	17.6	4.09	1.01	17.1	1.50
相对标准偏 差 RSD(%)		9.8	1.68	7.6	10.3	0.78	5.5	9.6	0.77	2.0	10.5	0.98	7.1	9.9	1.01	4.2	11.0	0.96	1.5

表 6. 绿茶基质的精密度与加标回收率

化合物编号		草枯醚			氟除草醚			格螨酯			环螨酯			烯虫炔酯			烯虫乙酯		
加标浓度 ($\mu\text{g/kg}$)		10	20	100	10	20	100	10	20	100	10	20	100	10	20	100	10	20	100
测定结果 $\mu\text{g/kg}$	1	6.95	18.1	97.1	8.36	19.3	97.7	8.13	18.1	92.9	9.83	18.9	84.8	6.51	18.7	99.8	9.55	18.5	92.9
	2	7.01	17.7	97.1	8.82	18.4	97.4	8.37	18.3	91.8	9.59	18.9	86.6	6.77	18.7	100	9.62	19.4	93.5
	3	7.08	18.0	95.8	8.53	18.0	98.9	8.39	18.6	90.8	9.62	19.0	87.5	6.66	17.6	101	9.00	18.9	94.1
	4	7.08	18.0	96.3	8.84	18.4	97.5	8.58	18.5	91.0	9.90	19.0	86.3	7.41	17.8	99.8	9.38	19.4	93.8
	5	6.90	18.3	96.4	8.85	19.2	97.8	8.47	18.5	91.3	9.76	18.9	85.0	6.88	17.8	99.2	9.48	19.7	92.4
	6	6.96	18.0	96.6	8.97	18.4	99.2	8.42	18.4	90.0	9.79	18.9	86.6	6.69	18.2	100	9.76	19.6	93.5
	7	7.07	/	/	9.13	/	/	8.37	/	/	9.92	/	/	6.38	/	/	9.55	/	/
	8	7.01	/	/	9.37	/	/	8.40	/	/	9.89	/	/	7.33	/	/	9.51	/	/
	9	7.19	/	/	8.74	/	/	8.44	/	/	9.98	/	/	6.65	/	/	9.59	/	/
	10	6.92	/	/	9.06	/	/	8.27	/	/	9.66	/	/	7.26	/	/	9.31	/	/
平均值 X ($\mu\text{g/kg}$)		7.02	17.9	96.6	8.87	18.5	97.9	8.38	18.4	91.6	9.79	19.0	86.3	6.85	18.2	100	9.47	19.1	93.6
加标回收率 (%)		70.2	89.7	96.6	88.7	92.7	97.9	83.8	91.9	91.6	97.9	94.8	86.3	68.5	91.1	100	94.7	95.3	93.6
标准偏差 s ($\mu\text{g/kg}$)		0.09	0.18	0.48	0.29	0.52	0.76	0.12	0.17	0.98	0.13	0.05	1.03	0.36	0.50	0.47	0.21	0.44	0.61
相对标准偏差 RSD(%)		1.28	1.00	0.50	3.27	2.83	0.78	1.42	0.92	1.07	1.38	0.28	1.19	5.25	2.72	0.47	2.18	2.33	0.65

表 7. 乌龙茶基质的精密度与加标回收率

化合物编号		草枯醚			氟除草醚			格螨酯			环螨酯			烯虫炔酯			烯虫乙酯		
加标浓度 ($\mu\text{g/kg}$)		10	20	100	10	20	100	10	20	100	10	20	100	10	20	100	10	20	100
测定结果 $\mu\text{g/kg}$	1	9.84	19.4	101	8.16	17.7	98.2	7.68	17.3	96.7	7.60	20.3	98.3	8.48	20.8	97.0	8.00	17.9	98.3
	2	8.48	16.6	96.7	7.36	20.5	96.5	9.68	20.2	94.8	8.40	18.1	100	9.20	19.0	88.6	8.72	16.6	104
	3	8.16	18.1	95.4	8.72	17.4	99.2	8.40	17.3	98.4	9.76	19.3	97.4	8.48	17.3	99.1	9.12	18.5	93.5
	4	10	17.2	88.6	8.32	21.1	88.7	8.56	19.8	104	8.96	18.7	96.4	9.84	19.3	96.5	9.36	19.9	86.8
	5	9.68	16.6	87.6	9.52	19.9	96.2	9.28	16.5	103	9.92	19.9	98.1	10.0	16.6	88.3	9.60	17.4	91.9
	6	8.80	16.5	99.5	9.60	18.2	97.3	8.56	17.4	96.1	9.52	16.7	99.2	8.96	17.7	84.5	9.04	17.4	95.7
	7	7.52	/	/	8.32	/	/	8.96	/	/	8.16	/	/	8.32	/	/	10.0	/	/
	8	10.5	/	/	9.28	/	/	8.24	/	/	8.56	/	/	10.1 6	/	/	9.44	/	/
	9	8.64	/	/	9.52	/	/	9.12	/	/	9.68	/	/	10.4	/	/	10.5	/	/
	10	10.2	/	/	8.40	/	/	8.40	/	/	8.48	/	/	8.16	/	/	9.36	/	/
平均值 X ($\mu\text{g/kg}$)		9.18	17.4	94.7	8.72	19.1	96.0	8.69	18.1	98.8	8.90	18.8	98.3	9.20	18.4	92.3	9.31	18.0	95.1
加标回收率 (%)		91.8	87.0	94.7	87.2	95.5	96.0	86.9	90.5	98.8	89.0	94.0	98.3	92.0	92.0	92.3	93.1	90.0	95.1

标准偏差 s ($\mu\text{g/kg}$)	0.98	1.13	5.48	0.74	1.57	3.74	0.58	1.53	3.76	0.79	1.31	1.32	0.84	1.56	5.93	0.68	1.13	5.95
相对标准偏差 RSD(%)	10.7	6.47	5.78	8.51	8.20	3.89	6.66	8.45	3.81	8.82	6.98	1.34	9.14	8.43	6.43	7.27	6.29	6.26

表 8. 红茶基质的精密度与加标回收率

化合物编号		草枯醚			氟除草醚			格螨酯			环螨酯			烯虫炔酯			烯虫乙酯		
加标浓度 ($\mu\text{g/kg}$)		10	20	100	10	20	100	10	20	100	10	20	100	10	20	100	10	20	100
测定结果 $\mu\text{g/kg}$	1	9.44	17.0	85.7	8.37	16.9	86.8	8.80	18.2	81.6	9.50	16.9	83.4	6.74	15.5	86.8	8.36	17.7	88.9
	2	9.01	18.1	88.0	8.72	17.7	80.3	9.06	17.9	83.1	9.32	19.1	83.7	6.85	18.0	87	9.17	19.3	90.0
	3	9.70	17.8	84.2	8.94	16.7	80.4	9.03	18.2	79.2	9.23	18.8	82.7	6.58	16.8	87	9.13	19.6	88.6
	4	9.03	18.0	84.9	9.60	16.3	83.1	8.83	16.3	83.5	9.08	17.4	82.5	6.71	16.2	87.1	9.24	18.1	87.7
	5	8.97	17.6	81.8	8.87	18.0	77.9	8.72	17.6	79.0	9.57	17.5	83.0	6.61	15.6	87.2	8.90	18.0	82.6
	6	8.89	16.3	82.7	8.86	16.7	78.3	9.08	16.4	79.3	9.21	17.5	83.2	6.75	17.0	88	9.23	17.6	82.9
	7	9.21	/	/	9.59	/	/	9.20	/	/	9.71	/	/	6.93	/	/	9.24	/	/
	8	9.26	/	/	8.64	/	/	8.81	/	/	9.16	/	/	6.84	/	/	9.26	/	/
	9	9.40	/	/	9.21	/	/	9.31	/	/	9.79	/	/	6.31	/	/	9.45	/	/
	10	9.04	/	/	9.30	/	/	9.50	/	/	9.87	/	/	7.59	/	/	9.36	/	/
平均值 X ($\mu\text{g/kg}$)		9.20	17.7	85.7	9.01	16.9	82.6	9.03	17.6	81.9	9.44	18.0	83.1	6.79	16.6	87	9.13	18.7	88.8
加标回收率 (%)		92.0	88.6	85.7	90.1	84.5	82.6	90.3	88.2	81.9	94.4	90.2	83.1	67.9	83.0	87.0	91.3	93.3	88.8
标准偏差 s ($\mu\text{g/kg}$)		0.26	0.67	2.20	0.41	0.65	3.31	0.25	0.85	2.04	0.28	0.84	0.45	0.33	0.96	0.42	0.31	0.84	3.21
相对标准偏差 RSD(%)		2.78	3.79	2.57	4.50	3.86	4.01	2.79	4.85	2.49	3.00	4.64	0.55	4.87	5.78	0.48	3.38	4.49	3.62

4.3.3 实验室间方法验证

邀请了三家单位参加实验室间方法的验证试验，确定实验室间方法的准确度。这三家单位是：福建省产品质量检验研究院食品检验研究所、福建远东技术服务有限公司和福州海关技术中心，三家实验室利用该检测方法对于 2 种基质样品的 3 个水平浓度 2 平行加标实验均能得到较好的结果，回收率均能达到 80%~110%之间，平行结果相对标准偏差均能在 10%以下。

4.3.4 形成征求意见稿

本文件的主要起草人为陈萍虹、张倩、聂丹丹、田玲爱、李金贵等，根据试验工作情况并参照 GB/T 1.1-2020、GB/T 20001.1-2001 和 GB/T 20001.4-2015 的要求，编制期间，标准专业委员会组织召开两次标准研讨会，讨论处理分歧意见及征求的反馈意见，最后制定了本文件的征求意见稿。

5 贯彻标准的要求、措施和建议

为了使该标准的制定能尽快服务于茶叶市场，有效地监控茶叶中的农药残留情况，判断日常食用的茶叶是否存在安全隐患，推动福建省茶产业高质量发展，建议标准发布后，要做好宣传培训、加大贯彻实施和建立检查监督机制等工作。具体来说：（1）加大宣贯力度。一是利用报纸、电视、电台等各种新闻媒体，大力宣传，为标准的实施营造良好的社会氛围。（2）是由相关职能部门组织学会生产人员进行培训学习。（3）加强标准实施评价。对在标准实施过程中发现的问题及提出的意见，要进行深入探讨和研究，做好标准的修订和完善工作。

《茶叶中草枯醚、氟除草醚、格螨酯、环螨酯、烯虫炔酯和烯虫乙酯
农药残留量的测定 气相色谱-串联质谱法》团体标准编写组

2022 年 5 月 10 日