附件8：

**2017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**

1、A样

按NY/T 761-2008方法，称取35 g匀浆试样，加入70 mL乙腈，高速匀浆2 min后用滤纸过滤或抽滤，氯化钠盐析后，分取3份：

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。

第三份：取10 mL提取液：按照NY/T 761氨基甲酸酯类农药的前处理，溶液用高效液相色谱（紫外检测器）同时测定吡虫啉、除虫脲、啶虫脒。

2、B样

提取：按NY/T 761-2008方法，50g样品中加入100mL乙腈，高速匀浆2 min后用滤纸过滤或抽滤，过滤至装有12～15g氯化钠具塞量筒中,剧烈振摇1min,静置分层20min以上,上层乙腈相体积约为70～80mL；样品必须全部一次性提取，不能称取处置。

净化:采用NY/T 761、GB/T 19648或 GB/T 20769方法进行检测的，可直接按标准方法定量吸取样品提取液进行相应的净化处理；过程中注意样品的浓缩比例。

**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2.00g。

1. 统一提供高浓度混合标准溶液，标液相关信息拿样时提供。
2. 统一提供检验原始记录格式，拿样时提供。
3. 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

鸡肉中恩诺沙星、环丙沙星、沙拉沙星和达氟沙星四种药物。

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《动物源性食品中氟喹诺酮类药物残留检测-高效液相色谱法》农业部1025号公告-14-2008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: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。

**三、农产品中重金属的检测**

按《食品安全国家标准 食品中铜的测定》（GB 5009.13-2017）标准方法进行，该标准将于2017年10月6日开始执行。

建议称样量为0.2~1.0g，称样量仅供参考。

本次能力验证，要求测定 3 个平行，取平均值为最终结果，最终结果保留为 2 位有效数字，单位为 mg/kg。