

中华人民共和国国家标准

GB 23200.37—2016

代替SN/T 2323—2009

食品安全国家标准 食品中烯啶虫胺、呋虫胺等 20 种农药 残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法

National food safety standards—

Determination of residue of 20 pesticides including nitenpyram, dinotefuran etc in
foods

Liquid chromatography - tandem mass spectrometry

2016-12-18 发布

2017-06-18 实施

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部
国家食品药品监督管理总局

发布

前 言

本标准代替SN/T 2323-2009 《进出口食品中吡虫啉、呋虫胺等20种农药残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法》。

本标准与SN/T 2323-2009相比，主要变化如下：

—标准文本格式修改为食品安全国家标准文本格式；

—标准名称中“出口食品”改为“食品”；

—标准范围中增加“其它食品可参照执行”。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

—SN/T 2323-2009。

食品安全国家标准

食品中烯啶虫胺、呋虫胺等 20 种农药残留量的测定

液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了食品中烯啶虫胺，呋虫胺，螺环菌胺，丁苯吗啉，杀螨隆-甲脒，十三吗啉，叶菌唑，杀螨隆-脲，密灭汀，泰妙菌素，多杀霉素 A，多杀霉素 D，氨基阿维菌素，甲氨基阿维菌素 1，甲氨基阿维菌素 2，烯丙酰草胺，驱虫磷，烯啶醇，阿维菌素，甲基甲酸胺阿维菌素农药残留量液相色谱-质谱/质谱测定方法和制样方法。

本标准适用于进出口大米、糙米、玉米、大麦和小麦中以上 20 种农药残留量的检测和确证，其它食品可参照执行。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB 2763 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样用乙腈水溶液提取，先用正己烷液液分配，再用石墨碳和 N-丙基乙二胺固相萃取柱（PSA）净化，用液相色谱-质谱/质谱仪检测和确证，外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外，所有试剂均为分析纯，水为符合 GB/T 6682 中规定的一级水。

4.1 试剂

- 4.1.1 正己烷（C₆H₁₄）。
- 4.1.2 甲苯（C₇H₈）。
- 4.1.3 甲醇（CH₃O）。
- 4.1.4 乙腈（C₂H₃N）。
- 4.1.5 甲酸（CH₂O₂）。
- 4.1.6 氯化钠（NaCl）：分析纯。
- 4.1.7 七水硫酸镁（MgSO₄·7H₂O）：分析纯。

4.2 溶液配制

- 4.2.1 乙腈-甲苯溶液（3+1，V/V）：取 300 mL 乙腈，加入 100 mL 甲苯，摇匀备用。

4.3 标准品

4.3.1 农药标准品：烯啶虫胺（Nitenpyram, CAS No.: 150824-47-8），呋虫胺（Dinotefuran, CAS No.: 165252-70-0），螺环菌胺（Spiroxamine, CAS No.: 118134-30-8），丁苯吗啉（Fenpropimorph, CAS No.: 67564-91-4），杀螨隆-甲脒（Diafenthiuron-methanimidamide, CAS No.: 136337-81-9），十三吗啉（Tridemorph, CAS No.: 81412-43-3），叶菌唑（Metconazole, CAS No.: 125116-23-6），杀螨隆-脲（Diafenthiuron-urea, CAS No.: 136337-67-2），多杀霉素 A（Spinosyn A, CAS No.: 131929-60-7），多杀霉素 D（Spinosyn D, CAS No.: 131929-63-0），烯丙酰草胺（Dichlormid, CAS No.: 37764-25-3），驱虫磷（Naphthalophos, CAS No.: 1491-41-4），烯啶醇（Diniconazole, CAS No.: 83657-24-3）纯度均≥97%；密灭汀（Milbemectin, CAS No.: 51596-10-2），泰妙菌素（Tiamulin-fumarate, CAS No.: 55297-96-6），氨基阿维菌素（Emamectin-amino），甲氨基阿维菌素 1（Emamectin-methyl amino 1），甲氨基阿维菌素 2（Emamectin-methyl amino 2），阿维菌素（Abamectin, CAS No.: 71751-41-2），甲基甲酸胺阿维菌素（Emamectin-N-methyl formyl amino）纯度均≥80%。

4.4 标准溶液配制

4.4.1 标准储备溶液：分别准确称取适量的农药标准品，用丙酮配成浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液。标准储备液在 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 条件下贮存，每 12 个月配制一次。

4.4.2 混合标准储备溶液：分别吸取适量的密灭汀，泰妙菌素，多杀霉素 A，多杀霉素 D，氨基阿维菌素，甲氨基阿维菌素 1，甲氨基阿维菌素 2，烯丙酰草胺，驱虫磷，烯啶醇，阿维菌素，甲基甲酸胺阿维菌素 12 种农药的标准储备液配成混合标准储备溶液，为 A 组农药，混合标准储备溶液的浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；分别吸取适量的烯啶虫胺，呋虫胺，螺环菌胺，丁苯吗啉，杀螨隆-甲脒，十三吗啉，叶菌唑，杀螨隆-脒的 8 种混合标准储备溶液配成混合标准储备溶液，为 B 组农药，混合标准储备溶液的浓度也为 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。标准储备溶液在 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 条件下贮存，每 6 个月配制一次。

4.4.3 混合标准工作溶液：将 A 组和 B 组农药的混合标准储备溶液分别用乙腈稀释成适当浓度的标准工作液。在 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 条件下贮存。每 3 个月配制一次。

5 仪器与设备

- 5.1 高效液相色谱-质谱/质谱仪：配有电喷雾离子源（ESI）。
- 5.2 分析天平：感量 0.01 g 和 0.0001 g。
- 5.3 旋转蒸发仪。
- 5.4 振荡器。
- 5.5 离心机：5 000 r/min。
- 5.6 固相萃取柱：石墨碳/N-丙基乙二胺（PSA），6 mL，500mg/500mg，或相当者。
- 5.7 具塞磨口三角烧瓶：300 mL。
- 5.8 离心管：50 mL，塑料。
- 5.9 滤膜：0.45 μm ，有机相。

6 试样制备与保存

取大米、糙米、玉米、大麦和小麦等有代表性样品约 500 g，取样部位按 GB 2763 附录 A 执行，用粉碎机粉碎，混匀，装入洁净的容器内，密闭并标明标记。4 $^{\circ}\text{C}$ 以下保存。

7 分析步骤

7.1 提取

称取试样 20 g（精确至 0.1 g）于 300 mL 具塞磨口三角烧瓶中，加入 30 mL 水，放置 30 min。加入 80 mL 乙腈，振荡 30 min，取上清液 30 mL 置于 50 mL 塑料离心管中，加 3 g 硫酸镁、2 g 氯化钠和 10 mL 正己烷，振荡 5 min，以 3 000 r/min 离心 5 min，准确移取中间层（乙腈层）10 mL，供净化。

7.2 净化

石墨碳/乙二胺基丙基固相萃取柱用 10 mL 乙腈甲苯溶液预淋洗，将 7.1 中移取的 10 mL 乙腈溶液上样至固相萃取柱（SPE）上，收集流出液。用 30 mL 乙腈甲苯溶液洗脱，收集洗脱液，合并收集溶液，于 40 $^{\circ}\text{C}$ 水浴减压浓缩至干，用 1 mL 甲醇溶解残渣，过膜，供液相色谱-质谱/质谱仪测定和确证。

7.3 测定

7.3.1 液相色谱参考条件

- a) 色谱柱：C₁₈，5 μm ，150 \times 2.1 mm（内径），或相当者；
- b) 流动相：流动相 A 是乙腈，B 是 0.1% 甲酸水溶液，梯度洗脱程序见表 1；
- c) 流速：300 $\mu\text{L}/\text{min}$ ；
- d) 进样量：A 组 30 μL ；B 组 20 μL 。

表 1 梯度洗脱程序

A组农药			B组农药		
时间 (min)	流动相比比例		时间 (min)	流动相比比例	
	A	B		A	B
0	25	75	0	15	85
9	65	35	2	30	70
9.1	95	5	5	40	60
15	95	5	10	95	5
15.1	25	75	14	95	5
19	25	75	14.1	15	85
			19	15	85

7.3.2 质谱参考条件

- a) 离子源：电喷雾离子源；
- b) 扫描方式：正离子扫描；
- c) 检测方式：多反应监测（MRM）；
- d) 雾化气、气帘气、辅助气、碰撞气均为高纯氮气；使用前应调节各参数使质谱灵敏度达到检测要求，参考条件见附录 A。

7.3.3 色谱测定与确证

根据试样中被测物的含量情况，选取响应值相近的混合标准工作液进行色谱分析。混合标准工作液和待测液中 A 组和 B 组农药的响应值均应在仪器线性响应范围内。对 A 组混合标准工作液和样液，B 组混合标准工作液和样液等体积进样测定。在上述液相色谱-质谱/质谱条件进行测定，A 组农药保留时间约为（min）：密灭汀 1.8，泰妙菌素 4.5，多杀霉素 A 8.0，多杀霉素 D 8.5，氨基阿维菌素 8.9，甲氨基阿维菌素 19.0，甲氨基阿维菌素 29.3，烯丙酰草胺 10.5，驱虫磷 11.7，烯唑醇 13.5，阿维菌素 16.0，甲基甲酸胺阿维菌素 16.2；B 组农药保留时间约为（min）：烯啶虫胺 2.0，呋虫胺 2.5，螺环菌胺 8.1，丁苯吗啉 8.1，杀螨隆-甲脒 9.5，十三吗啉 9.7，叶菌唑 13.0，杀螨隆-脲 14.6。标准溶液的二级质谱多反应监测质量色谱图见附录 B。

按照上述液相色谱-质谱/质谱条件进行样品测定，若检测样品的色谱峰保留时间与标准品一致，且与浓度相当标准工作溶液的相对丰度一致，相对丰度允许偏差不超过表 2 规定的范围，则可判断样品中存在对应的被测物。

表 2 定性确证相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度	>50%	>20%至 50%	>10%至 20%	≤10%
允许的相对偏差	±20%	±25%	±30%	±50%

7.4 空白试验

除不加试样外，均按上述步骤进行。

8 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按式（1）计算试样中各种农药的含量，计算结果需将空白值扣除。

$$X = \frac{A \times c \times V}{A_S \times m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

- 式中：
- X —— 试样中农药的含量，微克每千克， $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；
 - c —— 标准工作液中农药的浓度，单位为纳克每毫升， ng/mL ；
 - A —— 样品溶液中农药的峰面积；
 - A_S —— 标准工作溶液中农药的峰面积；
 - V —— 样液最终定容体积，单位为毫升， mL ；
 - m —— 最终样液所代表的试样量，单位为克， g ；

注：计算结果须扣除空白值，测定结果用平行测定的算术平均值表示，保留两位有效数字。

9 精密度

9.1 在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值与其算术平均值的比值（百分率），应符合附录 D 的要求。

9.2 在再现性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值与其算术平均值的比值（百分率），应符合附录 E 的要求。

10 定量限和回收率

10.1 定量限

本方法的定量限均为 $5 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

10.2 回收率

添加回收率参见附录C。

附录 A¹⁾
(资料性附录)
质谱条件

- a) 电喷雾电压(IS): 5 200 V;
b) 雾化气压力(GS1): 50 psi;
c) 气帘气压力(CUR): 15 psi;
d) 辅助气压力(GS2): 30 psi;
e) 离子源温度(TEM): 670 °C;
f) 碰撞气 (CAD) : 12;
g) 20种农药的定性离子对、定量离子对、驻留时间 (Dwell time)、去簇电压 (DP)、入口电压 (EP)、碰撞能量 (CE) 及碰撞室出口电压 (CXP) 参数见表A.1。

表A.1 定性离子对、定量离子对和质谱参数

组分名称	定性离子对 m/z	定量离子对 m/z	驻留时间 (Dwell time) /ms	去簇电压 (DP) /V	入口电压 (EP) /V	碰撞能量 (CE) /V	碰撞室出口 电压 (CXP) /V
烯啶虫胺	271.2/98.8	271.2/98.8	100	30	6	25	15
	271.2/196.1		100	30	6	25	18
呋虫胺	203.0/129.0	203.0/129.0	100	23	6	17	10
	203.0/87.0		100	23	6	22	8
螺环菌胺	298.4/144.1	298.4/144.1	100	60	13	29	13
	298.4/99.9		100	60	13	45	18
丁苯吗啉	304.3/147.0	304.3/147.0	100	60	4	41	11
	304.3/97.8		100	60	4	43	11
杀螨隆-甲脒	353.3/297.4	353.3/297.4	100	60	8	30	17
	353.3/280.1		100	60	8	36	17
十三吗啉	298.4/130.1	298.4/130.1	100	60	8	38	12
	298.4/97.8		100	60	10	39	18
叶菌唑	320.2/69.7	320.2/69.7	100	57	8	50	13
	320.2/124.8		100	57	8	50	10
杀螨隆-脒	369.2/229.0	369.2/229.0	100	60	8	35	20
	369.2/271.3		100	60	9	30	20
密灭汀	510.4/207.9	510.4/207.9	150	40	7	30	14
	510.4/190.4		150	40	6	30	14
泰妙菌素	494.3/192.3	494.3/192.3	100	106	10	32	14
	494.3/163.4		100	50	10	44	9
多杀霉素 A	732.5/142.1	732.5/142.1	100	55	9	45	15
	732.5/189.0		100	55	8	47	11
多杀霉素 D	746.4/142.1	746.4/142.1	100	50	13	45	15
	746.4/189.1		100	50	13	45	15
氨基阿维菌素	872.6/144.1	872.6/144.1	100	60	8	39	10
	872.6/256.0		100	60	8	38	15
甲氨基阿维菌素 1	886.6/158.2	886.6/158.2	100	55	11	50	14
	886.6/82.3		100	55	10	120	14
甲氨基阿维菌素 2	886.6/158.2	886.6/158.2	100	55	11	50	14
	886.6/82.3		100	55	10	120	14
烯丙酰草胺	208.1/97.8	208.1/97.8	100	30	6	20	7
	208.1/139.9		100	30	9	18	7
驱虫磷	350.2/214.2	350.2/214.2	100	55	7	30	16
	350.2/276.0		100	55	7	30	16
烯啶醇	326.2/69.7	326.2/69.7	100	60	9	55	12
	326.2/159.1		100	60	8	47	12
阿维菌素	896.6/186.4	896.6/186.4	150	90	5	26	13
	896.6/154.2		150	90	5	44	11
甲基甲酸胺阿维菌素	914.6/186.2	914.6/186.2	150	50	10	45	10
	914.6/153.8		150	50	10	50	10

1) 附录 A 所列参数是在 API4000 质谱仪上完成的, 此处列出实验用仪器型号仅提供参考, 不涉及商业目的, 鼓励标准使用者尝试采用不同厂家和型号的仪器。

附录 B

(资料性附录)
标准品质量色谱图

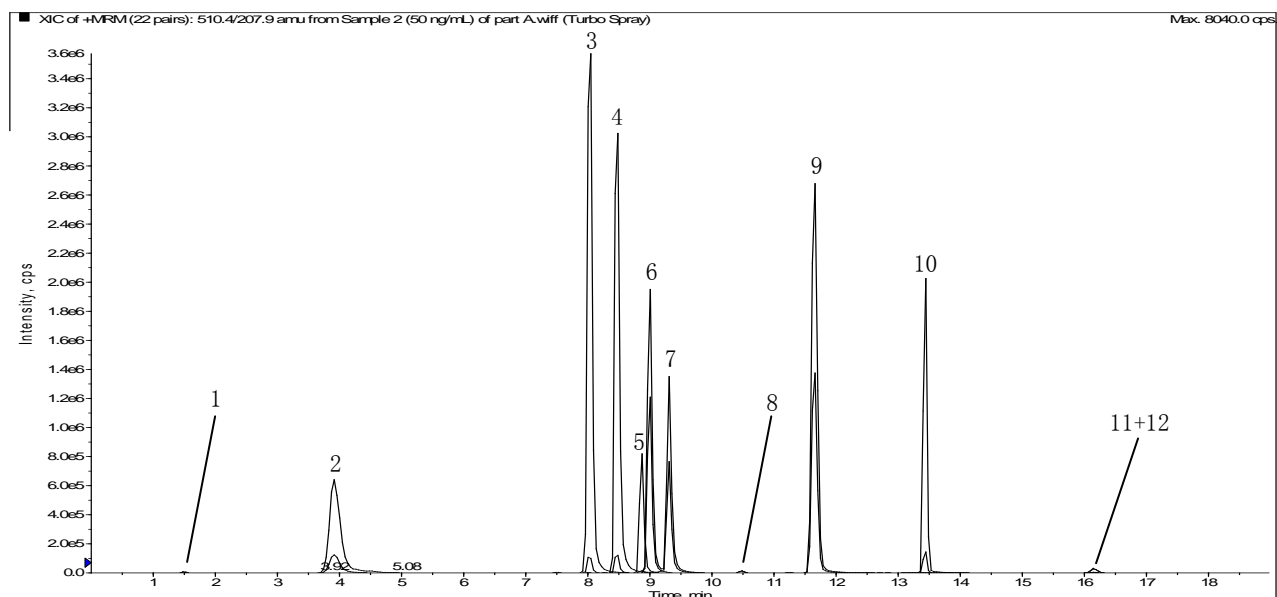
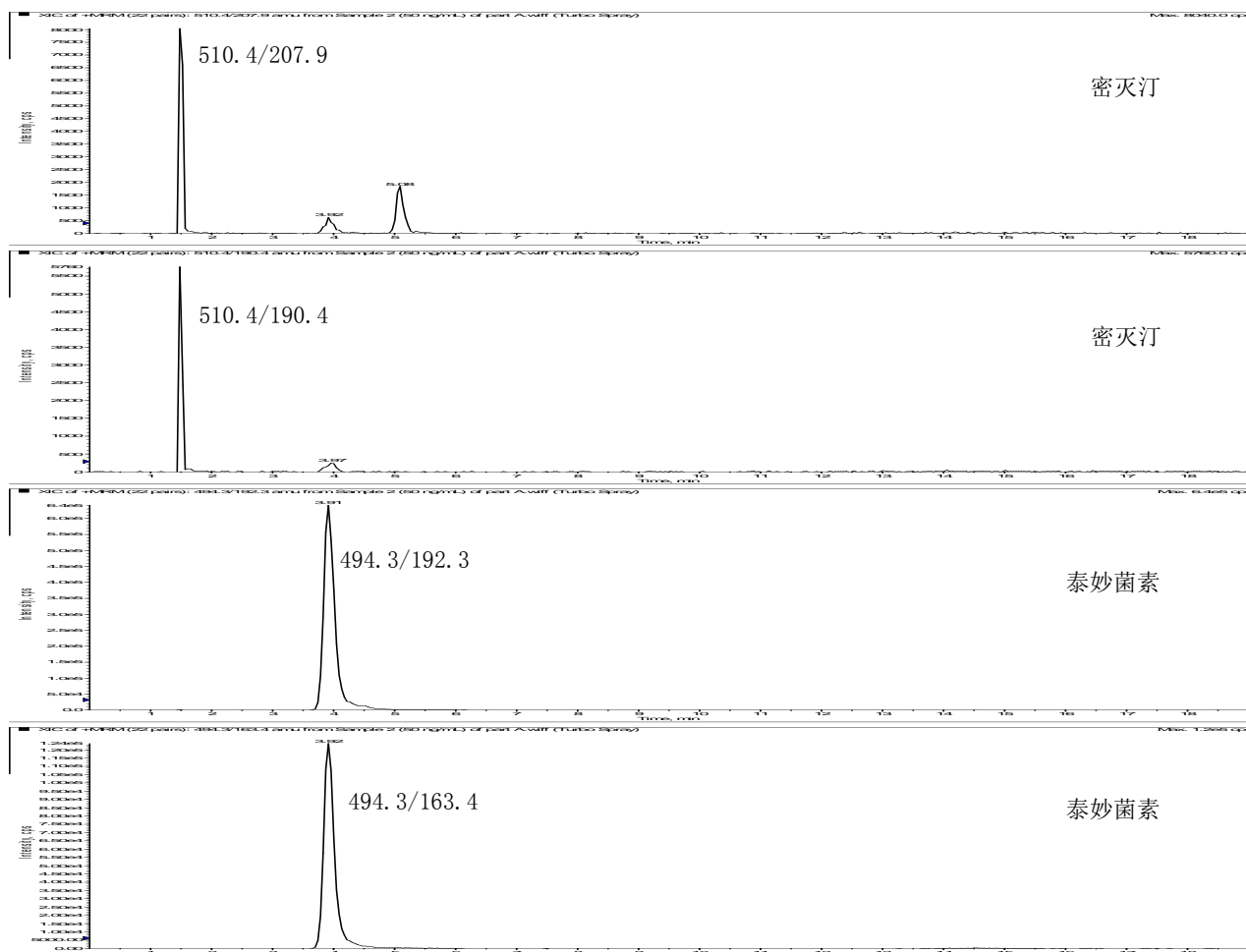
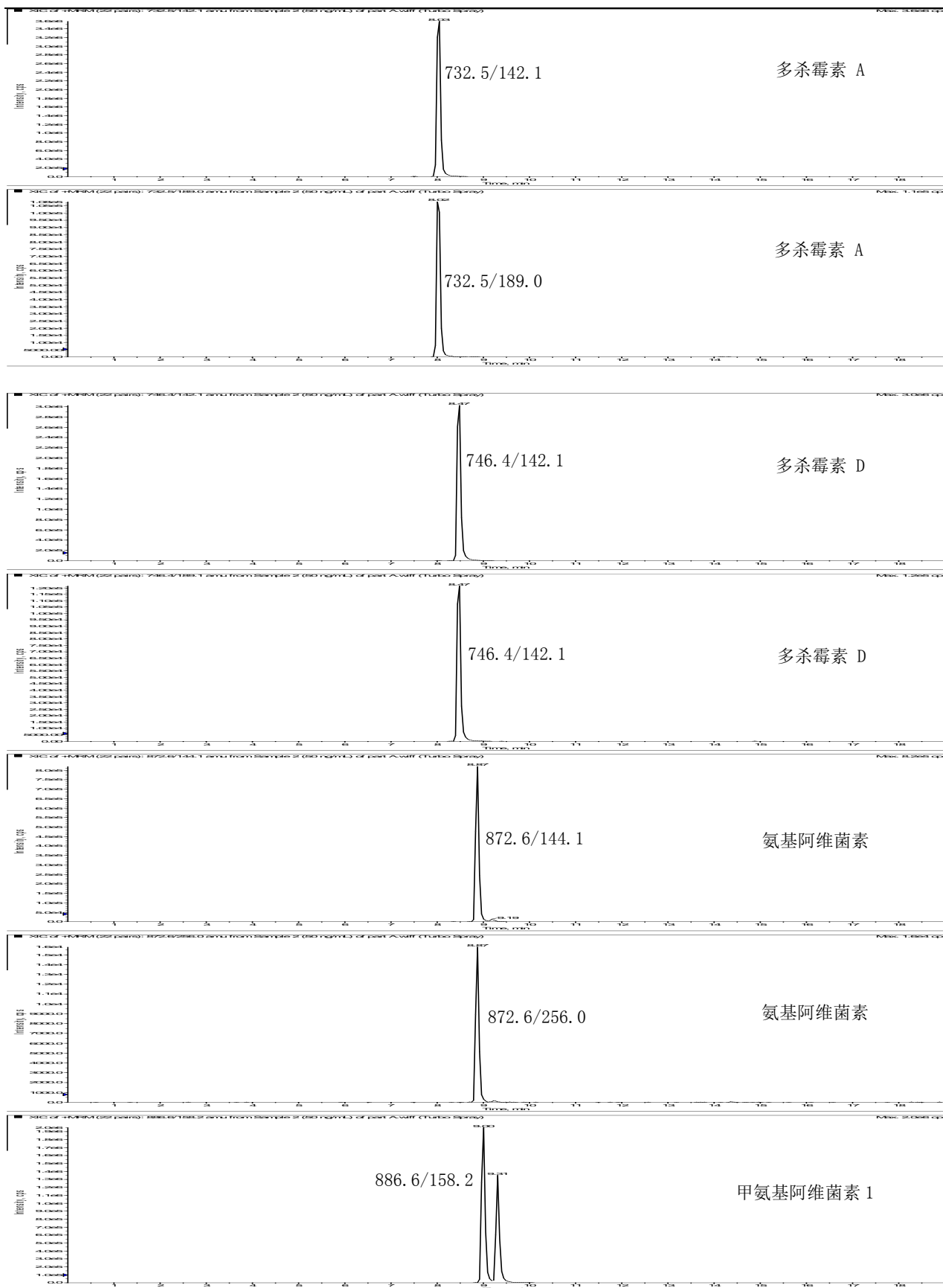
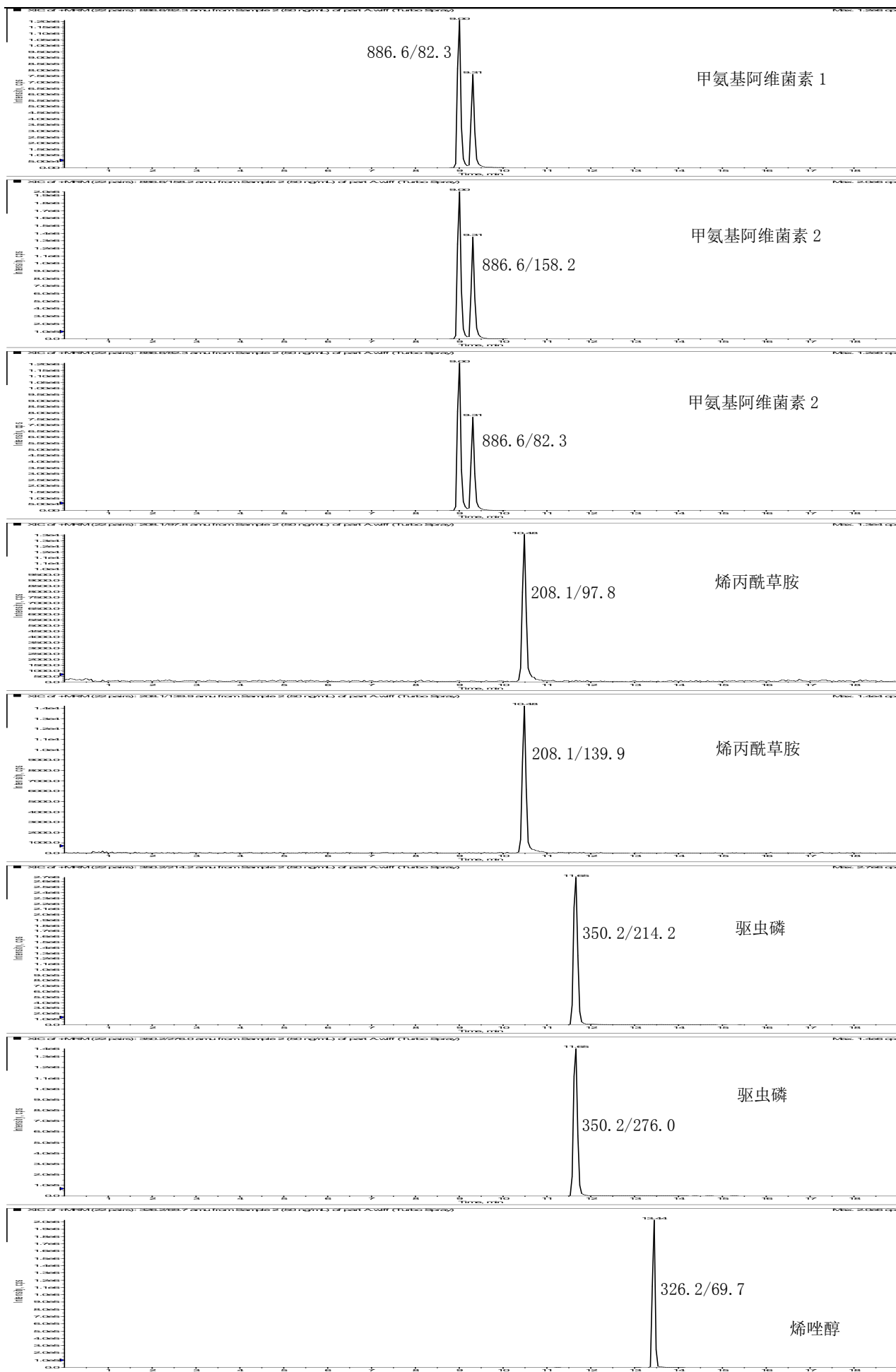


图 B.1 A 组农药标准品多反应监测总离子流图 (XIC)

- 1、密灭汀 2、泰妙菌素 3、多杀霉素 A 4、多杀霉素 D 5、氨基阿维菌素 6、甲氨基阿维菌素 1
7、甲氨基阿维菌素 2 8、烯丙酰草胺 9、驱虫磷 10、烯唑醇 11、阿维菌素 12、甲基甲酸胺阿维菌素







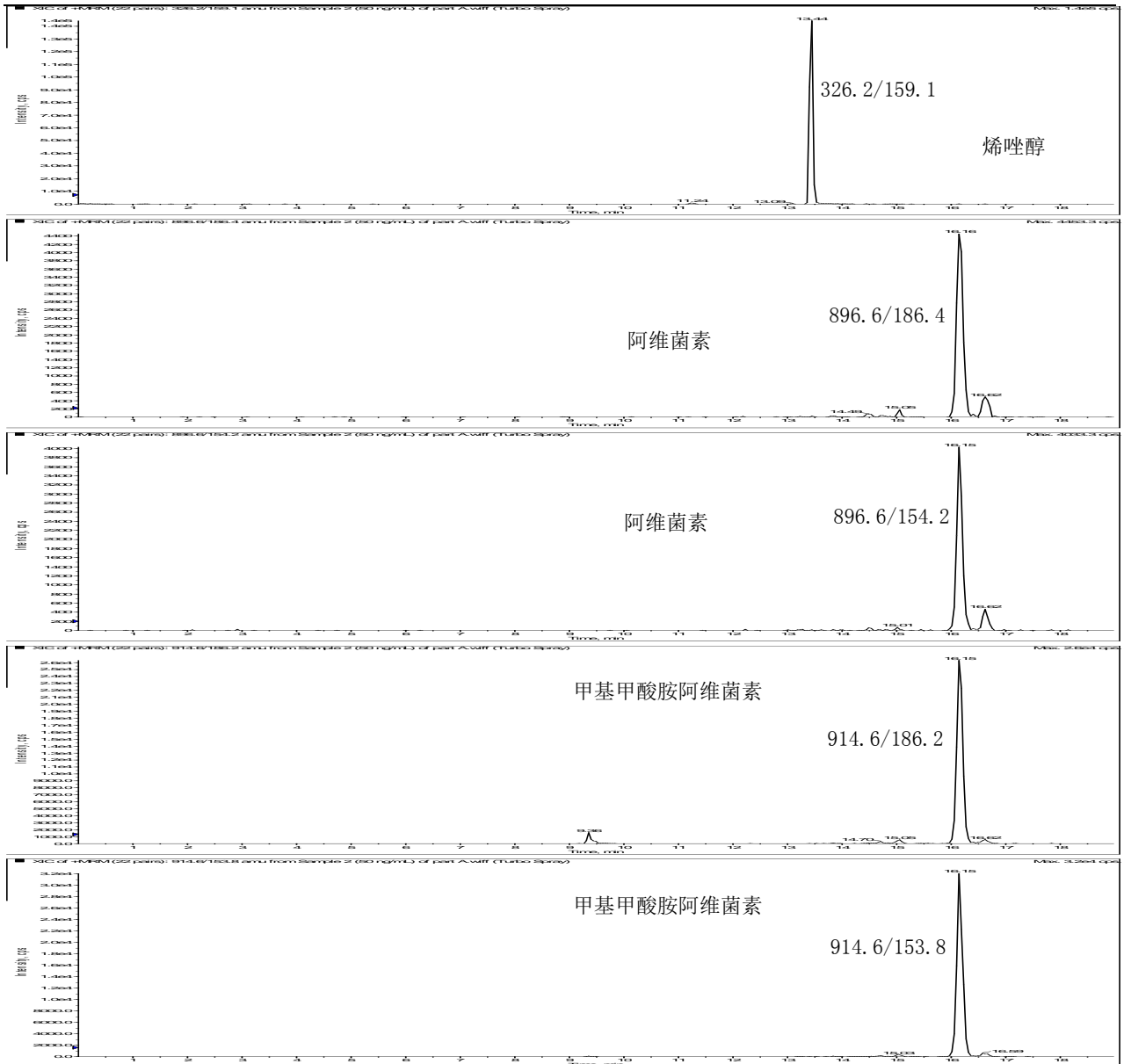


图 B.2 A 组农药标准品多反应监测提取离子流图 (EIC)

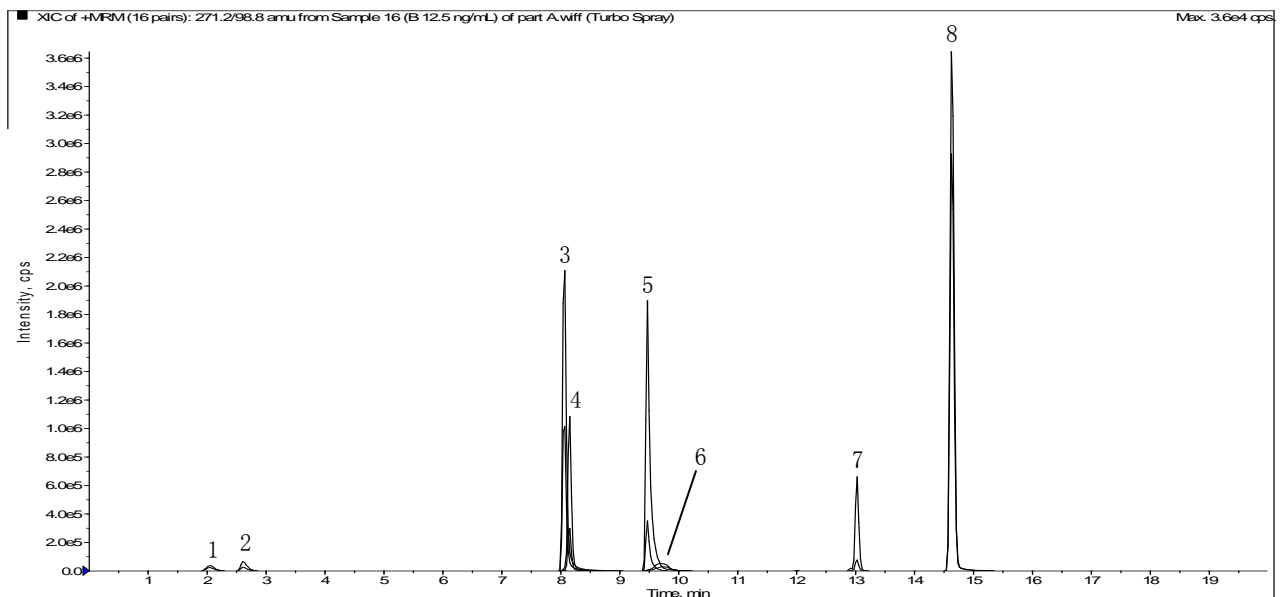
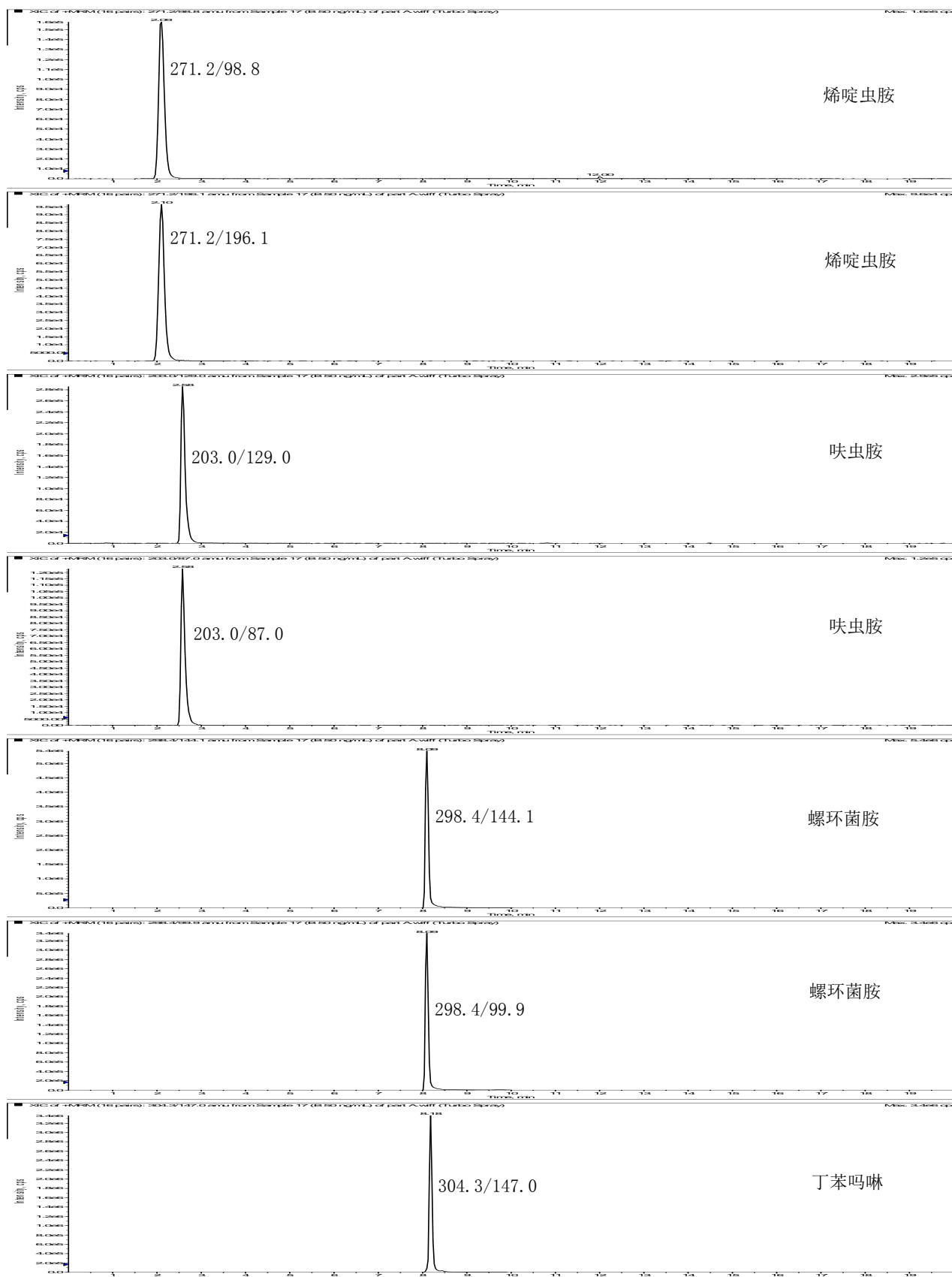
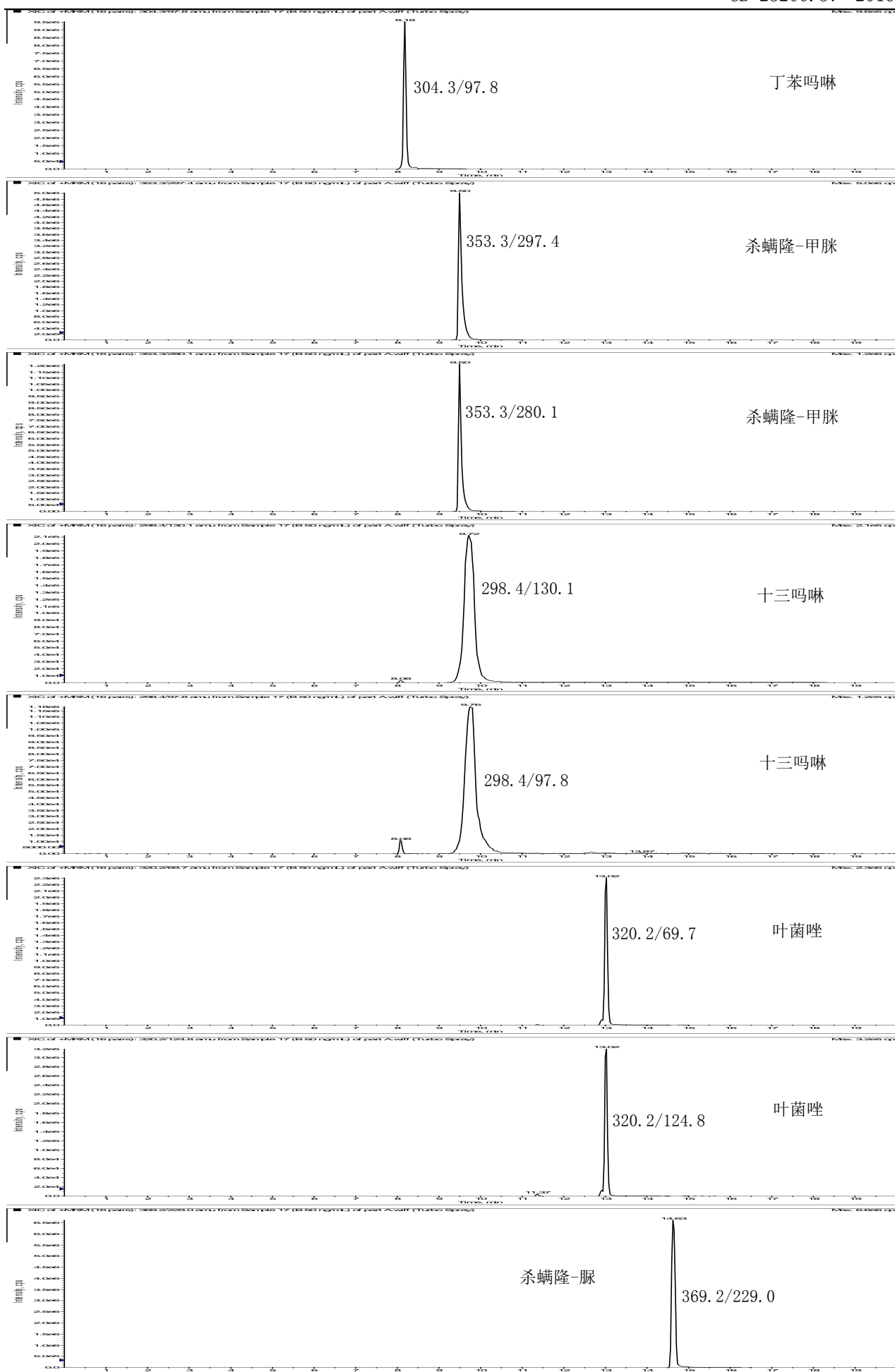


图 B.3 B 组农药标准品多反应监测总离子流图 (XIC)

1、烯啶虫胺 2、呋虫胺 3、螺环菌胺 4、丁苯吗啉 5、杀螨隆-甲脒 6、十三吗啉 7、叶菌唑 8、杀螨隆-脒





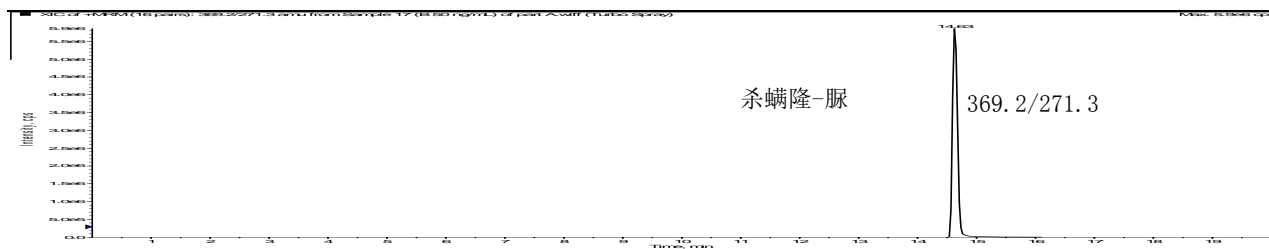


图 B.4 B 组农药标准品多反应监测提取离子流图 (EIC)

附 录 C
(资料性附录)
回收率

表C.1 5种不同基质中20种农药添加浓度和回收率 (n=10)

农药名称	添加浓度 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	大米回收率范围 (%)	精密度 RSD (%)	糙米回收率范围 (%)	精密度 RSD (%)	玉米回收率范围 (%)	精密度 RSD (%)	大麦回收率范围 (%)	精密度 RSD (%)	小麦回收率范围 (%)	精密度 RSD (%)
烯啶虫胺	5	76.0~95.7	8.5	73.6~85.2	7.6	90.3~102.3	5.4	76.6~88.7	7.6	76.8~88.6	6.9
	10	87.6~104.7	8.4	83.2~96.0	8.1	88.2~101.6	6.8	85.3~100.1	8.4	89.3~94.7	8.4
	20	87.1~99.9	5.6	83.4~93.0	5.4	94.6~107.8	6.9	88.4~105.2	10.8	90.7~104.8	8.2
呋虫胺	5	83.6~106.9	10.3	79.4~91.1	6.7	90.6~104.2	8.4	80.4~95.4	9.6	83.9~95.5	7.3
	10	79.6~96.7	7.2	88.1~101.3	8.2	84.5~100.1	8.3	73.8~86.5	7.3	85.6~94.0	5.4
	20	85.6~100.2	8.1	88.6~97.5	4.3	84.6~99.3	8.5	70.7~79.3	4.2	86.1~96.1	6.5
螺环菌胺	5	81.3~95.4	9.2	75.4~94.1	10.6	91.5~110.0	10.3	83.6~98.8	9.6	95.7~112.3	10.8
	10	73.6~92.0	7.4	79.6~92.9	7.4	75.4~90.5	8.9	83.5~93.7	5.4	75.4~89.4	8.3
	20	82.3~98.6	5.9	80.8~90.7	6.5	77.6~91.4	6.0	89.7~101.6	6.3	75.5~86.3	5.2
丁苯吗啉	5	71.3~88.0	7.2	88.3~93.6	8.2	82.6~96.7	7.4	92.6~103.3	4.7	88.4~99.9	6.1
	10	73.5~90.1	5.5	86.1~99.8	7.4	82.5~97.2	8.5	96.5~108.8	5.0	84.3~96.2	7.0
	20	79.9~96.8	6.7	89.6~105.4	8.4	80.0~95.0	9.3	88.3~99.0	6.3	83.5~96.6	8.5
杀螨隆-甲脒	5	75.6~89.9	7.9	73.6~92.5	9.3	70.8~87.9	9.5	84.9~97.9	8.5	82.6~97.8	9.3
	10	74.6~92.0	6.5	76.5~88.6	7.3	78.4~92.8	8.7	90.0~102.1	7.4	81.4~96.0	9.5
	20	80.1~96.3	9.6	83.7~103.1	10.2	85.1~97.6	6.2	89.3~105.7	9.3	87.5~100.9	8.7
十三吗啉	5	83.9~104.3	9.5	86.1~104.3	9.5	85.3~96.5	7.9	85.2~98.0	10.2	89.9~101.4	6.2
	10	87.1~100.1	7.9	84.3~99.8	8.1	82.0~94.2	8.3	92.6~104.3	7.4	90.3~102.3	7.9
	20	75.6~90.0	8.3	82.0~101.2	10.3	75.2~86.1	6.8	89.6~102.4	8.5	78.2~91.5	8.3
叶菌唑	5	78.5~91.2	6.8	74.2~100.3	9.0	75.0~90.7	4.3	83.5~99.2	9.3	79.4~89.6	6.8
	10	88.0~109.6	4.3	75.0~90.7	8.2	85.2~100.3	9.0	84.6~100.5	9.5	81.6~89.4	4.3
	20	79.9~95.1	9.0	88.2~94.9	3.3	75.3~89.4	8.4	92.5~106.8	8.7	80.6~95.1	9.0
杀螨隆-脲	5	77.0~90.5	8.4	74.3~89.3	8.8	72.2~99.9	9.3	75.4~87.9	6.2	88.4~102.8	10.0
	10	84.1~107.6	9.3	75.2~88.1	7.4	77.4~92.1	7.3	76.6~90.5	7.9	85.1~96.7	6.8
	20	82.9~97.6	7.3	77.4~88.9	7.3	83.7~101.8	9.3	81.6~94.1	8.3	84.1~96.5	6.8
密灭汀	5	81.2~103.6	10.2	82.7~95.0	8.0	89.2~108.0	9.5	81.5~91.7	6.8	82.7~95.3	6.9
	10	79.9~96.0	9.5	88.2~102.5	8.4	80.1~93.6	8.1	83.0~92.8	4.3	87.3~99.9	8.4
	20	77.0~92.3	8.1	80.1~93.6	8.3	75.6~105.5	11.2	74.8~92.3	9.0	83.6~97.2	8.3
泰妙菌素	5	85.4~100.2	10.3	75.6~92.2	9.4	84.3~103.9	9.0	77.4~91.5	8.4	77.1~92.6	8.5

	10	72.6~90.5	9.0	85.3~101.7	9.0	75.3~91.7	8.2	85.1~103.0	9.3	85.2~99.4	10.3
	20	73.7~91.0	8.2	76.3~90.1	7.4	82.5~92.1	3.3	84.9~97.2	7.3	75.1~90.0	8.9
多杀霉素 A	5	75.6~92.3	3.3	84.5~96.7	6.3	86.0~105.0	8.8	83.0~101.4	9.3	76.5~87.3	6.0
	10	81.2~95.0	8.8	87.0~98.4	6.0	77.9~91.2	7.4	78.2~96.9	9.5	83.8~94.7	7.4
	20	88.6~105.0	7.4	78.9~97.0	10.8	73.2~86.3	7.3	76.0~94.6	8.1	77.3~91.5	8.5
多杀霉素 D	5	79.1~91.9	7.3	75.2~90.3	8.8	86.9~98.8	8.0	86.2~107.7	11.0	79.6~96.8	9.3
	10	73.0~87.3	8.0	85.9~90.8	7.6	76.7~89.9	8.4	71.3~97.8	8.8	84.1~99.4	9.5
	20	84.3~98.6	8.4	77.7~88.2	6.4	83.6~96.0	8.2	74.2~88.3	7.6	83.9~99.2	8.7
氨基阿维菌素	5	76.3~90.4	8.3	82.6~98.5	8.1	84.0~93.4	3.3	79.4~90.9	6.4	86.1~99.6	6.2
	10	82.7~99.5	9.4	83.0~97.8	7.8	90.3~104.2	8.8	82.7~97.5	8.1	78.6~93.7	7.9
	20	84.0~100.3	9.0	86.3~99.9	7.5	88.1~100.5	7.4	89.6~103.4	7.8	89.3~94.0	8.3
甲氨基阿维菌素 1	5	75.9~88.0	7.4	86.0~100.7	8.3	87.6~102.3	7.3	74.4~91.6	7.5	86.2~98.9	6.8
	10	75.2~86.7	6.3	80.4~94.6	8.5	74.6~87.7	8.0	79.6~94.2	8.3	92.6~100.1	4.3
	20	84.9~97.0	6.0	82.6~96.4	8.4	79.5~96.0	8.4	82.8~97.0	8.5	89.6~105.8	9.0
甲氨基阿维菌素 2	5	75.7~94.2	10.8	80.6~91.3	5.6	82.7~96.9	8.3	90.3~106.1	8.4	82.5~96.5	8.2
	10	80.6~93.0	8.8	85.4104.7	10.3	86.1~105.1	9.4	87.1~99.0	5.6	84.6~90.9	3.3
	20	82.0~94.3	7.6	86.1~99.3	7.2	82.3~99.0	9.0	90.6~104.1	7.8	93.5~108.2	8.8
烯丙酰草胺	5	86.9~96.8	6.4	84.1~89.4	8.1	82.0~95.4	7.4	74.6~90.3	7.5	76.4~89.3	7.4
	10	83.0~96.5	8.1	82.7~97.2	9.2	74.7~85.9	6.3	76.5~89.9	8.3	74.6~88.0	7.3
	20	77.4~90.1	7.8	87.3~101.7	7.4	78.3~90.5	6.0	83.7~97.2	8.5	82.6~96.1	8.0
驱虫磷	5	81.6~93.0	7.5	83.6~94.9	5.9	85.2~97.7	7.6	87.1~102.4	8.4	84.5~99.6	8.4
	10	76.7~89.5	8.3	77.1~89.8	7.2	74.8~86.8	6.4	85.3~97.8	5.6	84.0~98.7	8.3
	20	83.4~97.0	9.0	84.2~94.6	5.5	78.2~101.9	8.1	84.0~102.7	10.7	74.8~94.4	9.4
烯啶醇	5	80.6~100.3	10.7	75.1~87.5	6.7	77.0~91.0	7.8	75.2~88.6	7.2	77.4~95.8	9.0
	10	79.9~92.3	5.6	78.5~92.3	7.9	80.7~93.8	7.5	76.0~90.9	8.1	76.1~90.9	7.4
	20	88.5~100.5	5.0	82.8~94.0	6.5	89.2~106.4	8.3	86.2~102.0	9.2	85.3~95.2	5.4
阿维菌素	5	68.7~87.5	7.6	77.3~93.2	9.6	78.1~93.3	9.0	73.3~87.5	7.4	83.0~95.3	6.8
	10	78.6~94.6	7.9	81.6~99.4	9.5	75.6~93.5	10.7	74.2~85.6	5.9	75.2~89.7	8.0
	20	76.6~90.5	7.2	83.1~98.1	7.9	89.9~103.6	7.5	94.6~111.1	7.2	76.0~93.5	9.4
甲基甲酸胺阿维菌素	5	70.1~88.3	8.4	85.9~90.2	8.3	85.0~102.7	9.7	95.5~107.9	5.5	86.2~100.1	8.5
	10	76.6~93.7	9.6	86.1~97.3	6.8	83.0~99.2	8.7	82.6~102.3	9.3	72.3~90.9	9.5
	20	80.5~95.5	10.5	75.6~85.0	5.8	87.4~99.2	6.4	90.3~103.0	7.0	75.2~89.4	7.5

附 录 D
(规范性附录)
实验室内重复性要求

表 D.1 实验室内重复性要求

被测组分含量 mg/kg	精密度 %
≤ 0.001	36
$> 0.001 \leq 0.01$	32
$> 0.01 \leq 0.1$	22
$> 0.1 \leq 1$	18
> 1	14

附 录 E

(规范性附录)
实验室间再现性要求

表 E.1 实验室间再现性要求

被测组分含量 mg/kg	精密度 %
≤ 0.001	54
$> 0.001 \leq 0.01$	46
$> 0.01 \leq 0.1$	34
$> 0.1 \leq 1$	25
> 1	19