

中华人民共和国国家标准

GB 23200.5—2016

代替SN/T 1737.5—2010

食品安全国家标准 除草剂残留量检测方法 第5部分：液相色谱-质谱/质谱法 测定 食品中硫代氨基甲酸酯类除草剂残留量

National food safety standards—

Determination of thiocarbamate herbicide residues in foods

Liquid chromatography - 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 1737.5-2010《进出口食品中硫代氨基甲酸酯类除草剂残留量的测定方法 液相色谱—质谱/质谱法》。

本标准与SN/T 1737.5-2010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“进出口食品”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 1737.5-2010。

食品安全国家标准

除草剂残留量检测方法

第5部分：液相色谱-质谱/质谱法测定 食品中硫代氨基甲酸酯类除草剂残留量

1 范围

本标准规定了食品中9种硫代氨基甲酸酯类农药（见附录A）残留量的液相色谱-质谱联用测定方法。

本标准适用于大米、大豆、白萝卜、小白菜、椰菜、生姜、茶叶、花生、橙子、葡萄、鸡肉、鸡肝和鱼肉中9种硫代氨基甲酸酯类农药残留的定量测定，其他食品可参照执行。

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

采用乙腈提取试样中残留的硫代氨基甲酸酯除草剂，提取液经HLB和Envi-Carb固相萃取柱净化，液相色谱-质谱联用仪检测和确证，内标法定量。

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 乙腈（ CH_3CN ，75-05-8）：色谱纯。

4.1.2 正己烷（ C_6H_{14} ，110-54-3）。

4.1.3 丙酮（ $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ ，67-64-1）。

4.1.4 乙酸（ $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$ ，64-19-7）：色谱纯。

4.1.5 氯化钠（ NaCl ，7647-14-5）。

4.2 溶液配制

4.2.1 正己烷-丙酮溶液（7+3）：准确量取70 mL正己烷和30 mL丙酮，摇匀备用。

4.2.2 乙腈-水溶液（1+1）：准确量取50 mL乙腈和50 mL水，摇匀备用。

4.3 标准品

4.3.1 标准物质：见附录A表A.1，纯度均大于99%。

4.3.2 内标标准物质： D_3 -甲萘威（100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）。

4.4 标准溶液配制

4.4.1 硫代氨基甲酸酯农药标准储备溶液（100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）：准确称取适量的各种硫代氨基甲酸酯标准物质，用乙腈配制成浓度为100 mg/L 的标准储备溶液，避光-18 $^{\circ}\text{C}$ 保存，保存期为6个月。

4.4.2 硫代氨基甲酸酯农药混合标准中间溶液（1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）：吸取每种适量标准储备溶液，用乙腈稀释成1.0 mg/L 的混合标准工作溶液，避光-18 $^{\circ}\text{C}$ 保存，保存期为1个月。

4.4.3 内标中间溶液（1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）：准确吸取适量的内标标准物质，用乙腈配制成浓度为1.0 mg/L 内标工作溶液，避光-18 $^{\circ}\text{C}$ 保存，保存期为1个月。

4.5 材料

4.5.1 HLB固相萃取柱或相当者：200 mg，6 mL。用前用5 mL乙腈处理，保持柱体湿润。

4.5.2 Envi-Carb固相萃取柱或相当者：200 mg，3 mL。用前用5 mL正己烷-丙酮处理，保持柱体湿

润。

4.5.3 微孔滤膜：0.22 μm，有机相型。

5 仪器和设备

5.1 液相色谱-质谱联用仪：配有电喷雾离子源（ESI）。

5.2 分析天平：感量 0.1 mg 和 0.01 g。

5.3 吹氮浓缩仪。

5.4 离心机：转速不低于 5 000 r/min。

5.5 均质器。

5.6 旋涡混匀器。

5.7 固相萃取装置。

5.8 移液器：10 ~ 100 μL 和 100 ~ 1 000 μL。

5.9 聚丙烯离心管：50 mL 或 15 mL，具塞。

5.10 容量瓶：25 mL。

6 试样制备与保存

6.1 试样制备

6.1.1 大米、大豆、花生和茶叶

取代表性样品约 500 g，用粉碎机充分粉碎，样品全部过 425 μm 的标准网筛。混匀。试样均分为二份，装入洁净容器，密封，并标明标记。

6.1.2 白萝卜、小白菜、椰菜、生姜、橙子、葡萄、鸡肉、鸡肝和鱼肉

取代表性样品约 500 g，将其切碎后（不可用水洗），用捣碎机将样品加工成浆状，混匀。试样均分为二份，装入洁净容器，密封，并标明标记。

注：以上样品取样部位按 GB 2763 附录 A 执行。

6.2 试样保存

大米、大豆、花生和茶叶样品常温下保存。白萝卜、小白菜、椰菜等试样于 -18 °C 以下冷冻存放。在制样的操作过程中，应防止样品受到污染或发生残留物含量的变化。

7 分析步骤

7.1 提取

7.1.1 大米、大豆、茶叶和花生

称取 5 g（精确至 0.01 g）样品于 50 mL 具塞离心管中，茶叶称取 2.5 g，加入 100 μL 内标中间溶液，加入 10 mL 水，混匀后放置 1 h。然后加入 4.0 g 氯化钠，再加入 15 mL 乙腈高速均质提取 3 min，振荡提取 15 min，于 5 000 r/min 离心 5 min，将乙腈层转移至 25 mL 容量瓶中。残渣再用 10 mL 乙腈重复提取一次，合并提取液，并用乙腈定容至 25 mL。

7.1.2 白萝卜、小白菜、椰菜、生姜、橙子、葡萄、鸡肉、鸡肝和鱼肉

称取 5 g（精确至 0.01 g）样品于 50 mL 具塞离心管中，加入 100 μL 内标中间溶液和 4.0 g 氯化钠，以下操作与 7.1.1 相同。

7.2 净化

7.2.1 大米、白萝卜、小白菜、椰菜、生姜、橙子、葡萄、鸡肉和鱼肉

取 5.0 mL 提取液于 15 mL 离心管中，40 °C 下用 N₂ 吹至近干。残渣用 2.0 mL 正己烷-丙酮溶液溶解，将溶解液加入处理过的 Envi-Carb 固相萃取柱中，以约 1.5 mL/min 的流速使样液全部通过固相萃取柱，再用 5 mL 正己烷-丙酮溶液润洗样品管，并将润洗液一并加入 Envi-Carb 固相萃取柱，收集全部流出液于 15 mL 离心管中，40 °C 吹氮至近干。残渣用乙腈-水溶液定容至 1.0 mL，旋涡混匀后，过微孔滤膜，供液相色谱-质谱联用仪测定。

7.2.2 大豆、茶叶、花生和鸡肝

取 5.0 mL 提取液于 15 mL 离心管中，茶叶提取液取 10.0 mL，40 °C 下用 N₂ 吹至 2.0 mL 左右。将浓缩液转入处理过的 HLB 固相萃取柱中，以约 1.5 mL/min 的流速使样液全部通过固相萃取柱，再用 3 mL 乙腈淋洗并抽干固相萃取柱，收集全部流出液于 15 mL 离心管中，40 °C 下用 N₂ 吹至近干。

残渣用 2.0 mL 正己烷-丙酮溶液溶解，将溶解液加入处理过的 Envi-Carb 固相萃取柱中，以约 1.5 mL/min 的流速使样液全部通过固相萃取柱，再用 5 mL 正己烷-丙酮溶液润洗样品管，并将润洗液一并加

入Envi-Carb固相萃取柱，收集全部流出液于15 mL离心管中，40 °C吹氮至近干。残渣用乙腈-水溶液定容至1.0 mL，漩涡混匀后，过微孔滤膜，供液相色谱-质谱联用仪测定。

7.3 测定

7.3.1 液相色谱参考条件

- 色谱柱：Acquity BEH C₁₈色谱柱，50 mm×2.1 mm (i. d.)，1.7 μm，或相当者；
- 柱温：40 °C；
- 进样量：10 μL；
- 流动相、流速及梯度洗脱条件见表1。

表1 流动相、流速及梯度洗脱条件

时间 min	流速 mL/min	0.1%乙酸水溶液 %	甲醇 %
0	0.25	70	30
15.0	0.25	0	100
15.1	0.25	70	30
18.0	0.25	70	30

7.3.2 质谱参考条件

- 离子化模式：电喷雾离子源；
 - 扫描方式：正离子扫描；
 - 检测方式：多反应监测（MRM）；
 - 分辨率：单位分辨率；
- 其它参考质谱条件见附录B。

7.4 标准工作曲线

吸取适量的混合标准中间溶液（1.0 μg/mL）和内标中间溶液（1.0 μg/mL），用空白样品提取液配成浓度为0 μg/L、1.0 μg/L、5.0 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L、40.0 μg/L、100 μg/L的基质混合标准工作溶液，内标浓度均为20.0 μg/L。临用配制，供液相色谱-质谱联用仪测定。以待测物和内标物峰面积的比值为纵坐标，基质混合标准工作溶液浓度为横坐标绘制标准工作曲线。

7.5 测定

7.5.1 定性测定

每种被测组分选择1个母离子，2个以上子离子，在上述实验条件下，样品中待测物质的保留时间，与基质标准溶液的保留时间偏差在±2.5%之内；且样品中各组分定性离子的相对丰度与浓度接近的基质混合标准工作溶液中对应的定性离子的相对丰度进行比较，偏差不超过表2规定的范围，则可判定为样品中存在对应的待测物。

表2 定性确证时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%
允许的最大偏差	±20%	±25%	±30%	±50%

7.5.2 定量测定

在仪器最佳工作条件下，对基质混合标准工作溶液进样，以待测物和内标物峰面积的比值为纵坐标，基质混合标准工作溶液浓度为横坐标绘制标准工作曲线，用标准工作曲线对样品进行定量，样品溶液中待测物的响应值均应在仪器测定的线性范围内；如果超出线性范围，应用空白基质溶液进行适当稀释后进样测定。9种硫代氨基甲酸酯类除草剂标准物质的多反应监测（MRM）色谱图参见附录C中的图C.1。

7.6 空白实验

除不加标样外，按上述测定步骤进行。

8 结果计算和表述

按式（1）计算试样中硫代氨基甲酸酯类除草剂的残留量。

$$X = \frac{c \times c_i \times A \times A_{si} \times V \times 1000}{c_{si} \times A_i \times A_s \times m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X —— 样品中待测组分残留量, 单位为微克每千克, $\mu\text{g}/\text{kg}$;

c —— 标准工作溶液中药物的浓度, 单位为微克每升, $\mu\text{g}/\text{L}$;

c_i —— 样液中内标物的浓度, 单位为微克每升, $\mu\text{g}/\text{L}$;

A —— 样液中药物的峰面积;

A_{si} —— 标准工作溶液中内标物的峰面积;

V —— 样品溶液最终定容体积, 单位为毫升, mL ;

c_{si} —— 标准工作溶液中内标物的浓度, 单位为微克每升, $\mu\text{g}/\text{L}$;

A_i —— 样液中内标物的峰面积;

A_s —— 标准工作溶液中药物的峰面积;

m —— 最终样液代表的试样质量, 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 E 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 F 的要求。

10 定量限和回收率

10.1 定量限

本方法对9种硫代氨基甲酸酯类除草剂的定量限均为 $5.0 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

10.2 回收率

在 $5.0 \mu\text{g}/\text{kg} \sim 200 \mu\text{g}/\text{kg}$ 添加浓度范围内, 大米、大豆、白萝卜、小白菜、椰菜、生姜、茶叶、花生、橙子、葡萄、鸡肉、鸡肝和鱼肉中9种硫代氨基甲酸酯类除草剂的回收率数据见附录D。

附录 A
(资料性附录)

表A.1 9种硫代氨基甲酸酯除草剂相关信息

化合物	英文名	CAS No.	分子式	结构式
克草敌	pebulate	1114-71-2	C ₁₀ H ₂₁ NOS	
禾草敌	molinate	2212-67-1	C ₉ H ₁₇ NOS	
茵草敌	EPTC	759-94-4	C ₉ H ₁₉ NOS	
禾草丹	thiobencarb	28249-77-6	C ₁₂ H ₁₆ ClNOS	
燕麦敌	diallate	2303-16-4	C ₁₀ H ₁₇ Cl ₂ NOS	
丁草敌	butylate	2008-41-5	C ₁₁ H ₂₃ NOS	
野麦畏	triallate	2303-17-5	C ₁₀ H ₁₆ Cl ₃ NOS	
灭草敌	vernolate	1929-77-7	C ₁₀ H ₂₁ NOS	
环草敌	cycloate	1134-23-2	C ₁₁ H ₂₁ NOS	

附 录 B
(资料性附录)

参考质谱条件

- a) 电喷雾电压: 3000 V;
 b) 辅助气流速: 700 L/h;
 c) 碰撞气: 氙气;
 d) 幕帘气流速: 50 L/h;
 e) 离子源温度: 105℃;
 f) 辅助气温度: 350℃;
 g) 定性离子对、定量离子对, 采集时间、提取电压及碰撞能量见表B.1。

表B.1 9种硫代氨基甲酸酯除草剂测定的质谱参数

分析物	参考保留时间 min	母离子	子离子	采集时间 s	提取电压 V	碰撞能量 eV
禾草敌	7.20	188	126*	0.10	32	14
			83			18
茵草敌	8.57	190	128*	0.05	28	11
			86			13
丁草敌	10.56	218	57*	0.05	32	17
			156			11
灭草敌	9.79	204	86*	0.05	30	15
			128			13
克草敌	9.84	204	57*	0.05	28	19
			72			13
野麦畏	11.62	306	86*	0.05	30	14
			145			26
禾草丹	9.77	258	100*	0.05	28	12
			125			22
环草敌	9.89	216	154*	0.05	24	11
			134			14
燕麦敌	10.30	270	86*	0.05	34	16
			109			28
D ₃ -甲萘威	4.22	205	145*	0.05	20	10

注: *为定量离子, 对于不同质谱仪器, 仪器参数可能存在差异, 测定前应将质谱参数优化到最佳。

非商业性声明: 附录A所列参考质谱条件是在Waters Quattro Premier型液质联用仪上完成的, 此处列出试验用仪器型号仅为提供参考, 并不涉及商业目的, 鼓励标准使用者尝试不同厂家或型号的仪器。

附录 C
(资料性附录)

标准的多反应监测 (MRM) 色谱图

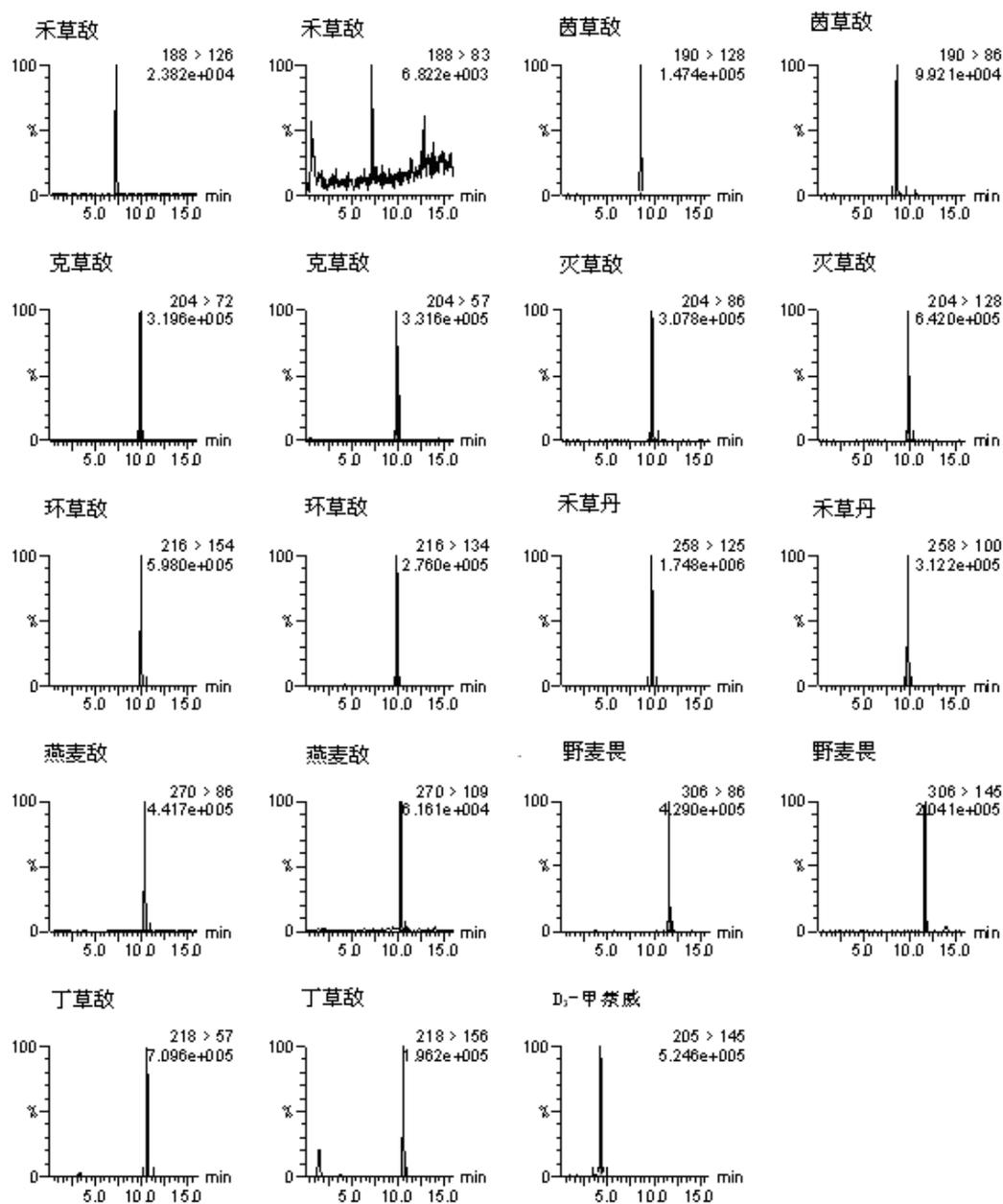


图 C.1 5.0 $\mu\text{g/L}$ 9 种硫代氨基甲酸酯类除草剂标准溶液多反应监测(MRM)色谱图

附 录 D
(资料性附录)
不同基质中 9 种硫代氨基甲酸酯类农药的添加回收率

表D.1 样品的添加浓度及回收率的实验数据

化合物名称	添加水平 μg/kg	大米 回收率范 围 %	大豆 回收率 范围 %	白萝卜 回收率范 围 %	小白菜 回收率范 围 %	椰菜 回收率范 围 %	生姜 回收率 范围 %	橙子 回收率 范围 %	葡萄 回收率 范围 %	花生 回收率 范围 %	茶叶 回收率 范围 %	鸡肉 回收率 范围 %	鸡肝 回收率范 围 %	鱼肉 回收率范 围 %
禾草敌	5.0	83.3~99.1	73.6~95.6	61.5~79.7	76.1~92.7	66.0~84.0	66.1~80.1	73.4~86.6	80.4~95.4	75.1~97.5	75.9~93.2	80.9~91.1	69.8~88.5	77.1~90.4
	10.0	88.3~104	72.2~87.2	64.4~78.4	67.1~79.2	66.3~84.3	65.4~79.8	68.9~83.5	77.5~93.2	73.6~88.9	70.8~85.0	73.6~90.2	74.2~91.8	70.2~86.0
	20.0	81.7~91.5	70.3~85.5	65.8~83.6	77.6~97.5	79.5~93.5	68.5~82.6	74.2~82.8	80.0~85.8	71.7~87.2	68.5~83.4	70.4~85.3	74.7~92.4	67.1~81.3
	大米: 100 大豆、白萝卜、小白菜、 椰菜、生姜、橙子、葡萄、 茶叶、花生、鸡肉、鸡肝、 鱼: 50.0	84.3~95.1	75.4~89.6	71.6~90.2	81.2~89.8	82.4~96.4	69.6~81.8	67.2~83.8	80.6~88.6	76.9~91.4	73.5~87.4	71.2~87.8	76.4~87.0	67.9~83.7
茵草敌	5.0	87.2~104	70.9~85.8	63.0~79.3	74.2~88.2	63.2~79.8	68.1~78.0	74.2~89.9	66.3~90.3	73.7~89.2	69.1~83.7	90.6~99.5	67.6~85.2	86.4~94.9
	10.0	82.3~94.4	69.1~86.1	67.8~81.9	77.4~94.6	65.5~77.8	68.3~86.3	78.5~96.6	76.7~89.3	71.9~89.5	67.4~83.9	71.5~92.7	62.2~77.9	68.2~88.4
	20.0	71.2~79.1	68.6~78.4	65.2~80.5	87.4~101	67.6~78.6	79.2~93.8	77.9~97.8	68.6~80.2	71.3~81.5	67.8~76.4	76.1~87.3	74.4~93.3	72.6~83.2
	大米、大豆、白萝卜、小 白菜、椰菜、生姜、橙子、 葡萄、茶叶、花生: 100 鸡肉、鸡肝、鱼: 50.0	68.5~76.9	68.5~76.9	68.5~85.1	88.2~99.8	68.5~80.5	78.5~90.8	80.9~92.1	69.1~82.1	71.2~80.0	66.8~75.0	77.8~88.2	71.6~86.2	74.2~84.1
克草敌	5.0	94.9~112	79.9~88.2	70.0~83.2	66.1~82.5	71.5~80.4	70.8~88.6	67.6~92.1	71.6~99.9	83.1~92.1	77.9~86.4	80.2~97.0	71.0~81.2	76.5~92.5
	10.0	87.3~107	72.8~86.6	64.1~82.0	67.3~80.1	63.2~79.7	70.4~79.6	68.9~89.5	70.4~92.2	75.7~90.1	71.0~84.4	71.2~88.4	68.2~86.4	67.9~84.3
	20.0	87.0~92.6	74.5~84.2	74.9~85.8	84.4~99.1	71.0~82.0	70.0~75.7	76.8~91.9	70.9~81.6	77.5~87.6	72.6~82.1	71.4~87.7	75.3~85.8	68.1~83.6
	100	73.9~82.6	73.9~82.6	76.2~88.4	88.3~98.2	72.5~81.9	74.6~82.1	83.1~95.4	74.2~84.3	76.9~85.9	72.1~80.5	73.4~86.1	77.3~86.1	70.0~82.1

灭草敌	5.0	96.8~112	74.6~93.3	72.2~89.9	71.8~94.0	72.2~81.9	68.1~83.1	67.4~92.8	80.5~98.7	77.2~96.6	72.7~91.0	78.4~89.6	71.7~89.8	74.7~85.4
	10.0	86.7~105	73.3~83.6	67.2~79.0	68.5~79.2	71.2~78.5	65.9~79.7	80.6~95.3	67.8~91.1	75.9~89.1	71.5~83.9	70.6~86.9	70.3~90.5	67.3~79.3
	20.0	82.0~90.6	70.0~81.5	72.4~85.1	79.4~92.5	69.0~82.9	70.3~78.9	75.4~90.1	69.4~90.6	72.5~84.4	68.3~79.5	70.9~84.4	75.9~92.4	67.6~80.5
	100	70.5~82.1	70.5~82.1	75.4~88.3	80.2~95.4	70.8~83.2	70.9~83.1	76.8~92.3	74.2~90.5	73.0~84.1	68.7~80.0	72.5~86.1	76.9~91.5	69.1~82.1
环草敌	5.0	106~119	67.0~87.6	70.4~88.2	68.1~89.1	68.3~85.6	72.0~80.2	62.2~81.7	81.1~103	75.7~91.2	65.3~85.4	77.0~92.8	78.7~94.5	73.4~88.5
	10.0	102~119	75.7~94.6	74.7~89.4	65.8~80.4	67.1~86.6	72.8~87.2	79.5~104	83.6~99.9	78.8~98.5	73.8~92.2	71.8~90.2	82.9~98.8	68.5~86.0
	20.0	96.1~103	80.8~91.6	83.2~99.0	80.6~94.3	68.8~74.4	70.6~78.7	70.9~88.4	78.9~91.8	84.1~95.4	78.8~89.3	75.5~91.1	78.2~93.9	72.0~86.9
	50.0	82.4~96.6	82.4~96.6	86.6~98.2	79.8~94.6	69.8~82.4	72.2~85.8	73.0~89.2	76.4~90.6	85.8~101	80.3~94.2	78.2~93.8	84.0~97.2	74.6~87.9
禾草丹	5.0	101~113	78.7~97.0	85.6~99.4	76.8~92.0	74.5~85.1	76.0~81.6	69.6~91.8	83.8~105	81.5~100	76.7~94.6	77.7~94.3	102~113	74.1~89.9
	10.0	103~113	79.7~92.0	95.2~99.0	79.7~87.6	75.7~87.8	79.4~84.0	85.6~100	89.4~96.7	82.6~95.3	77.7~89.7	72.3~92.0	93.3~106	68.9~87.7
	20.0	95.1~102	80.1~93.0	82.2~101	80.1~100	93.5~99.6	82.5~88.6	82.2~98.5	85.8~94.7	83.0~96.3	78.1~90.7	81.9~101	98.3~114	78.1~96.2
	200	81.4~92.0	81.4~92.0	90.5~100	81.0~96.0	90.5~99.5	81.5~91.0	82.0~96.5	89.5~97.0	84.3~95.3	79.4~89.7	82.0~98.0	97.5~109	78.2~93.4
燕麦敌	5.0	102~111	66.5~83.6	73.1~87.7	68.9~82.8	70.5~82.4	64.6~78.8	63.4~81.6	85.4~110	68.4~85.9	64.8~81.5	72.2~90.2	90.3~98.4	68.8~86.0
	10.0	83.6~98.96	73.3~86.9	69.6~80.3	68.8~80.9	65.3~78.7	75.7~86.9	73.7~96.0	85.5~100	75.4~89.3	71.5~84.7	77.9~93.2	83.3~94.5	74.3~88.9
	20.0	87.7~104	77.1~93.2	84.5~101	83.7~97.4	71.2~82.4	75.2~83.6	74.8~91.5	82.2~93.5	79.3~95.8	75.2~90.9	75.4~88.5	80.7~91.6	71.9~84.4
	大米、大豆、白萝卜、小白菜、椰菜、生姜、橙子、葡萄、花生、鸡肉、鱼： 50.0 茶叶：100 鸡肝：200	79.2~93.8	79.2~93.8	88.6~100	82.6~95.6	71.6~89.2	77.4~90.0	72.2~91.2	82.4~92.6	81.4~96.4	77.2~91.5	76.8~90.2	81.0~91.5	73.2~86.0
野麦畏	5.0	89.6~109	67.6~86.6	69.9~86.1	84.4~99.67	67.2~80.2	68.2~88.7	72.0~87.8	77.6~102	69.4~88.9	65.9~84.4	70.4~86.0	69.1~86.6	67.1~84.5
	10.0	95.4~116	76.9~89.6	65.0~78.2	73.3~81.66	68.1~76.3	75.9~88.8	71.0~87.3	83.5~96.9	79.0~92.0	75.0~87.4	70.8~82.8	86.4~106	67.5~78.9
	20.0	95.5~109	70.1~88.6	80.1~95.6	77.8~93.7	84.1~89.0	79.3~88.4	77.0~93.6	83.2~90.0	72.0~88.6	73.2~86.4	77.9~99.4	81.0~91.3	74.3~94.8
	大米、大豆、花生：50.0 白萝卜、小白菜、椰菜、生姜、橙子、茶叶、葡萄、鸡肉、鱼：100 鸡肝：200	74.2~88.6	73.6~88.6	82.4~96.1	79.2~93.5	85.1~91.3	80.6~89.1	81.0~92.1	81.7~91.3	76.2~91.0	71.8~86.4	81.9~94.5	81.5~92.0	78.1~90.1

丁草敌	5.0	90.0~109	70.6~84.6	69.7~85.1	70.0~89.7	66.5~80.5	66.3~79.3	67.8~86.4	79.5~101	72.7~81.0	70.1~82.5	72.2~94.1	65.0~75.0	68.8~88.2
	10.0	88.8~103	68.6~81.7	70.9~79.6	68.5~88.0	72.0~84.8	68.7~83.3	78.2~97.1	78.8~89.1	70.7~84.2	66.9~79.7	70.8~87.4	68.4~77.9	67.5~83.3
	20.0	84.1~91.7	70.3~85.8	69.6~85.0	81.8~96.1	68.4~80.5	66.0~80.7	75.9~86.9	72.5~87.2	72.4~88.4	68.5~83.7	75.1~80.6	71.0~86.8	70.6~76.8
	100	73.4~82.4	73.4~82.4	71.2~86.1	82.1~96.4	71.2~84.2	69.3~82.1	76.9~86.1	73.1~85.4	75.6~84.9	71.6~80.3	73.2~85.4	74.5~86.1	69.8~81.4

附 录 E
(规范性附录)
实验室内重复性要求

表 E.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 F
(规范性附录)
实验室间再现性要求

表 F.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