

中华人民共和国国家标准

GB 23200.4—2016

代替SN/T 1737.4—2010

食品安全国家标准 除草剂残留量检测方法 第 4 部分：气相色谱-质谱/质谱法测定 食 品中芳氧苯氧丙酸酯类除草剂残留量

National food safety standards—

Determination of aryloxyphenoxypropionate herbicide residues in foods

Gas 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 1737.4-2010《除草剂残留量检测方法第4部分：气相色谱-质谱/质谱法测定进出口食品中芳氧苯氧丙酸酯类》。

本标准与SN/T 1737.4-2010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 1737.4-2010。

食品安全国家标准

除草剂残留量检测方法

第4部分：气相色谱-质谱/质谱法测定 食品中芳氧苯氧丙酸酯类除草剂残留量

1 范围

本标准规定了食品中 2, 4-滴丁酯、氟吡禾灵、吡氟禾草灵、炔草酯、禾草灵、氰氟草酯、噁唑禾草灵、精喹禾灵等芳氧苯氧丙酸酯类除草剂残留量的气相色谱-质谱/质谱检测方法。

本标准适用于大豆、大麦茶、粳米、胡萝卜、菠菜、青刀豆、蒜苗、草莓、蜂蜜、猪肉、鱼、禽蛋中 2, 4-滴丁酯、氟吡禾灵、吡氟禾草灵、炔草酯、禾草灵、氰氟草酯、噁唑禾草灵、精喹禾灵残留量的测定和确证，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

试样中残留的芳氧苯氧丙酸酯类除草剂经正己烷饱和过的乙腈（含1%冰醋酸）提取，基质分散固相萃取净化，用气相色谱-质谱/质谱仪测定，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 乙腈（ CH_3CN ）：色谱纯
- 4.1.2 正己烷（ C_6H_{14} ）：色谱纯。
- 4.1.3 丙酮（ $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ ）：色谱纯。
- 4.1.4 冰醋酸（ $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$ ）。
- 4.1.5 无水乙酸钠（ $\text{C}_2\text{H}_3\text{ONa}$ ）。
- 4.1.6 无水硫酸镁（ MgSO_4 ）。

4.2 溶液配制

- 4.2.1 提取溶剂（含 1%冰醋酸的经正己烷饱和过的乙腈溶液）：加 10 mL 冰醋酸到 990 mL 的乙腈（事先用正己烷饱和过）。

4.3 标准品

4.3.1 芳氧苯氧丙酸酯类除草剂标准品：2, 4-滴丁酯（2, 4-D butylate, CAS 号：94-80-4, 分子式： $\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{C}_{12}\text{O}_3$, 纯度 $\geq 97.1\%$ ）；氟吡禾灵（Haloxypop, CAS 号：69806-34-4, 分子式： $\text{C}_{15}\text{H}_{11}\text{ClF}_3\text{NO}_4$, 纯度 $\geq 99\%$ ）；吡氟禾草灵（Fluazifop, CAS 号：69335-91-7, 分子式： $\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{F}_3\text{NO}_4$, 纯度 $\geq 99\%$ ）；炔草酯（Clodinafop-propargyl, CAS 号：105512-06-9, 分子式： $\text{C}_{17}\text{H}_{13}\text{ClFNO}_4$, 纯度 $\geq 99.0\%$ ）；禾草灵（Diclofop, CAS 号：51338-27-3, 分子式： $\text{C}_{16}\text{H}_{14}\text{Cl}_2\text{O}_4$, 纯度 $\geq 96.5\%$ ）；氰氟草酯（Cyhalofop-butyl, CAS 号：122008-85-9, 分子式： $\text{C}_{20}\text{H}_{20}\text{FNO}_4$, 纯度 $\geq 99.0\%$ ）；噁唑禾草灵（Fenoxaprop, CAS 号：95617-09-7, 分子式： $\text{C}_{16}\text{H}_{12}\text{ClNO}_5$, 纯度 $\geq 99\%$ ）；精喹禾灵（Quizalofop-P-ethyl, CAS 号：100646-51-3, 分子式： $\text{C}_{19}\text{H}_{17}\text{ClN}_2\text{O}_4$, 纯度 $\geq 99.5\%$ ）。

4.4 标准溶液配制

4.4.1 芳氧苯氧丙酸酯类除草剂标准储备溶液：准确称取适量芳氧苯氧丙酸酯类除草剂的标准品，经丙酮溶解、稀释和定容后，分别配制成 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的单标准储备溶液，此溶液可在 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 条件下避光储存 6 个月。

4.4.2 混合标准中间溶液：准确吸取每种芳氧苯氧丙酸酯类的标准储备溶液各 5.0 mL 于 50 mL 棕色容量瓶中，用丙酮稀释至刻度线后配制成浓度为 10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的混合标准中间溶液，此溶液可在 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 条件下避光储存 3 个月。

4.4.3 混合标准工作溶液：根据需要再用丙酮稀释成适用浓度的混合标准工作溶液，现用现配。

4.5 材料

4.5.1 乙二胺-N-丙基甲硅烷 (PSA) 填料：40 μm -60 μm 。

4.5.2 石墨化碳黑填料：120 μm -400 μm 。

4.5.3 十八烷基硅烷 (ODS) 填料：60 μm -100 μm 。

4.5.4 滤膜：0.45 μm ，有机相。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱-质谱/质谱联用仪。

5.2 振荡器。

5.3 电子天平：感量 0.01 g 和 0.0001 g。

5.4 涡旋混合器。

5.5 组织捣碎机。

5.6 粉碎机。

5.7 旋转蒸发仪。

5.8 氮气吹干仪。

5.9 具塞锥形瓶：250 mL。

5.10 试管：10 mL。

5.11 浓缩瓶：150 mL。

6 试样制备与保存

6.1 试样制备

6.1.1 胡萝卜、青刀豆、蒜苗、草莓、菠菜

取有代表性样品约 500 g (不可用水洗涤)，切碎后，用组织捣碎机将样品加工成浆状，装入洁净容器，密封并标明标记。

6.1.2 大豆、大麦茶、粳米

取有代表性样品约 500 g (不可用水洗涤)，切碎后，用组织捣碎机将样品加工成浆状，装入洁净容器，密封并标明标记。

6.1.3 猪肉、鱼肉、禽蛋

取有代表性样品约 500 g，切碎后，用组织捣碎机将充分捣碎均匀，装入洁净容器，密封并标明标记。

6.1.4 蜂蜜

取有代表性样品约 500 g，对无结晶的蜂蜜样品将其搅拌均匀；对有结晶析出的蜂蜜样品，在密闭情况下，将样品瓶置于不超过 60 $^{\circ}\text{C}$ 的水浴中温热，振荡，待样品全部融化后搅匀，迅速冷却至室温，在融化时应注意防止水分挥发。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

大豆、大麦茶、粳米、蜂蜜和禽蛋等试样于 4 $^{\circ}\text{C}$ 以下保存；胡萝卜、青刀豆、蒜苗、草莓、菠菜、猪肉、鱼肉、龙虾等试样于 -18 $^{\circ}\text{C}$ 以下保存。

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 胡萝卜、青刀豆、蒜苗、草莓和菠菜

称取10 g试样(精确至0.01 g)于250 mL具塞锥形瓶中,加入15 g无水硫酸镁、6 g无水乙酸钠和50 mL提取溶剂,于振荡器上振荡30 min,静置10 min,过滤于150 mL浓缩瓶中。残渣再加入20 mL提取溶剂提取一次,合并两次滤液,40℃下旋转浓缩至干。用2 mL乙腈溶解残渣,待净化。

7.1.2 大豆、粳米、猪肉、鱼肉和禽蛋

称取5 g试样(精确至0.01 g)于250 mL具塞锥形瓶中,加入15 g无水硫酸镁、6 g无水乙酸钠和50 mL提取溶剂,于振荡器上振荡30 min(猪肉、鱼肉、蜂蜜、禽蛋等肉制品应均质提取5 min),静置10 min,过滤于150 mL浓缩瓶中。残渣再加入20 mL提取溶剂提取一次,合并两次滤液,40℃下旋转浓缩至干。用2 mL乙腈溶解残渣,待净化。

7.1.3 大麦茶

称取5 g试样(精确至0.01 g)于250 mL具塞锥形瓶中,加入5 mL水浸泡过夜后,再加入15 g无水硫酸镁、6 g无水乙酸钠和50 mL提取溶剂,于振荡器上振荡30 min,静置10 min,过滤于150 mL浓缩瓶中。残渣再加入20 mL提取溶剂提取一次,合并两次滤液,40℃下旋转浓缩至干。用2 mL乙腈溶解残渣,待净化。

7.1.4 蜂蜜

称取5 g试样(精确至0.01 g)于250 mL具塞锥形瓶中,加入5 mL水溶解后再加入15 g无水硫酸镁、6 g无水乙酸钠和50 mL提取溶剂,于振荡器上振荡30 min,静置10 min,过滤于150 mL浓缩瓶中。残渣再加入20 mL提取溶剂提取一次,合并两次滤液,40℃下旋转浓缩至干。用2 mL乙腈溶解残渣,待净化。

7.2 净化

7.2.1 胡萝卜、青刀豆、蒜苗、草莓、菠菜和大麦茶提取液

将6.1相应样品提取液转移到事先装有200 mg PSA填料和250 mg石墨化碳黑填料的小试管中,充分涡旋1 min,待色素完全消除后,过滤膜,供气相色谱-质谱测定和确证。

7.2.2 大豆、粳米、猪肉、鱼肉、蜂蜜和禽蛋提取液

将6.1相应样品提取液转移到事先装有200 mg PSA填料,150 mg石墨化碳黑填料和100 mg C_{18} 填料的小试管中,充分涡旋1 min,过滤膜,供气相色谱-质谱测定和确证。

7.3 测定

7.3.1 气相色谱-质谱参考条件

- 色谱柱: DB-5ms 弹性石英毛细管柱, 30 m×0.25 mm(内径)×0.25 μ m, 或相当者;
- 柱温: 初始温度 50℃(2min),以 30℃/min 升至 180℃,再以 5℃/min 升至 280℃(保持 10min);
- 进样口温度: 250℃;
- 色谱-质谱接口温度: 280℃;
- 载气: 氦气,纯度大于等于 99.999%;载气流速: 1 mL/min;
- 进样量: 1 μ L;
- 进样方式: 不分流进样, 1.2 min 后开阀;
- 离子源: 电子轰击离子源(EI源);
- 离子源温度: 230℃;
- 电子能量: 70 eV;
- 溶剂延迟时间: 9.0 min;
 - 扫描方式: 反应离子监测模式(SRM);母离子和子离子见表1。

表1 选择离子及保留时间

中文名称	保留时间(min)	母离子(m/z)	子离子(m/z)	碰撞能量(V)
2, 4-滴丁酯	12.07	175.9	111.0	15
		277.1	185.0*	5
		185.6	155.0	15
氟吡禾灵	15.31	288.9	180.0	30
		316.7	91.0*	15
吡氟禾草灵	17.32	254.5	146.0	25
		282.3	91.0*	20
		383.4	282.0	10
炔草酯	19.20	238.8	130.0	15
		349.8	266.0*	10

禾草灵	19.68	254.2	162.0*	15
		341.1	253.0	10
氰氟草酯	22.49	256.3	120.0*	10
		357.4	256.0	10
噁唑禾草灵	23.74	288.8	91.0	20
			119.0	10
精喹禾灵	26.23	361.8	288.0*	10
		299.8	91.0	20
		372.9	299.0*	10

7.3.2 色谱测定与确证

根据样液中被测物的含量情况,选定浓度相近的标准工作溶液。标准工作溶液和样液中芳氧苯氧丙酸酯类的响应值均应在仪器检测线性范围内。对标准工作溶液和样液等体积参插进样测定。

如果样液与标准工作溶液的选择离子色谱图中,在相同保留时间处有色谱峰出现,并且在扣除背景后的样品质量色谱图中,所选离子均出现,所选择离子的丰度比与标准品对应离子的丰度比,其值在允许范围内(允许范围见表2)。在上述色谱条件下,芳氧苯氧丙酸酯类的保留时间分别见表1。芳氧苯氧丙酸酯类标准物的气相色谱-质谱/质谱总离子流色谱图和全扫描质谱图见附录A中图A.1和附录B中图B.1

表2 使用气相色谱-质谱定性时相对离子丰度最大容许误差

相对丰度(基峰)	>50 %	>20 %至 50 %	>10 %至 20 %	≤10 %
允许的相对偏差	±20 %	±25 %	±30 %	±50 %

7.4 空白实验

除不加试样外,均按上述测定步骤进行。

8 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按式(1)计算试样中芳氧苯氧丙酸酯类残留含量,计算结果需扣除空白值。

$$X_i = \frac{A_i \times C_i \times V}{As_i \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X_i —— 试样中芳氧苯氧丙酸酯类残留量,单位为微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$);
- A_i —— 样液中芳氧苯氧丙酸酯类的峰面积;
- C_i —— 标准工作液中芳氧苯氧丙酸酯类的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- V —— 样液最终定容体积,单位为毫升(mL);
- As_i —— 标准工作液中芳氧苯氧丙酸酯类的峰面积;
- m —— 最终样液所代表的试样质量,单位为克(g)。

注:计算结果需将空白值扣除,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

本方法的定量限为：0.005 mg/kg。

10.2 回收率

不同基质中添加浓度水平下的回收率范围参见附录C。

附录 A
(资料性附录)

图 A.1 芳氧苯氧丙酸酯类标准物质总离子流色谱图

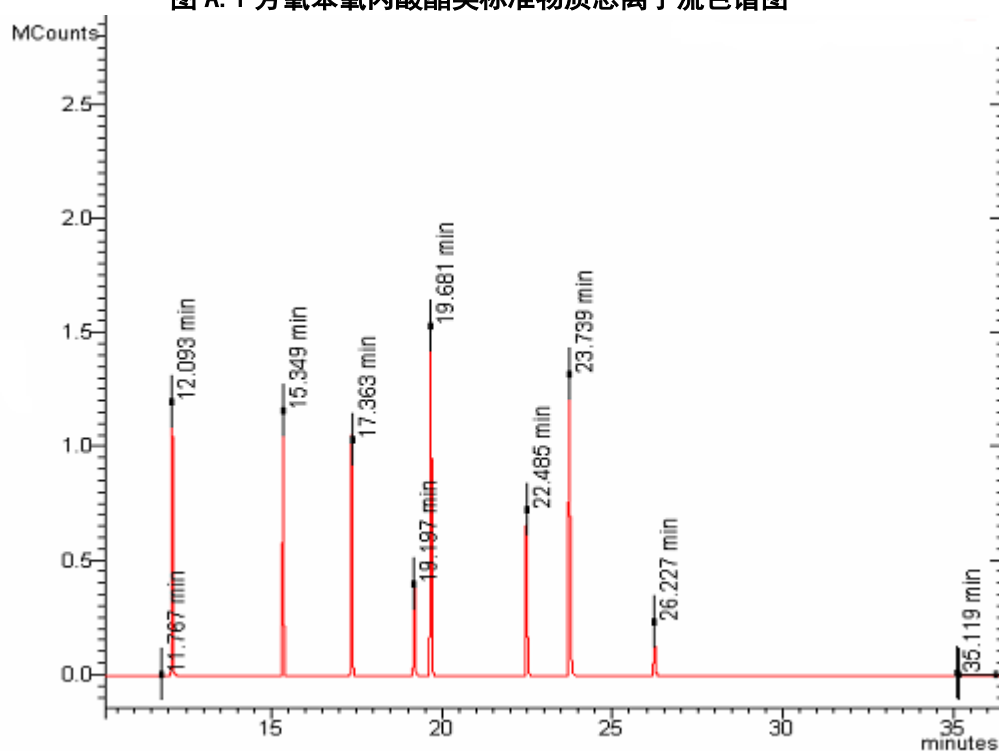


图 A.1 芳氧苯氧丙酸酯类混合标准溶液总离子流色谱图

1. 2,4-滴丁酯 (12.093min)
2. 氟吡禾灵 (15.349min)
3. 吡氟禾草灵 (17.363min)
4. 炔草酯 (19.197min)
5. 禾草灵 (19.681min)
6. 氰氟草酯 (22.485min)
7. 噁唑禾草灵 (23.739min)
8. 精喹禾灵 (26.227min)

附录 B
(资料性附录)
芳氧苯氧丙酸酯类标准物质质量图

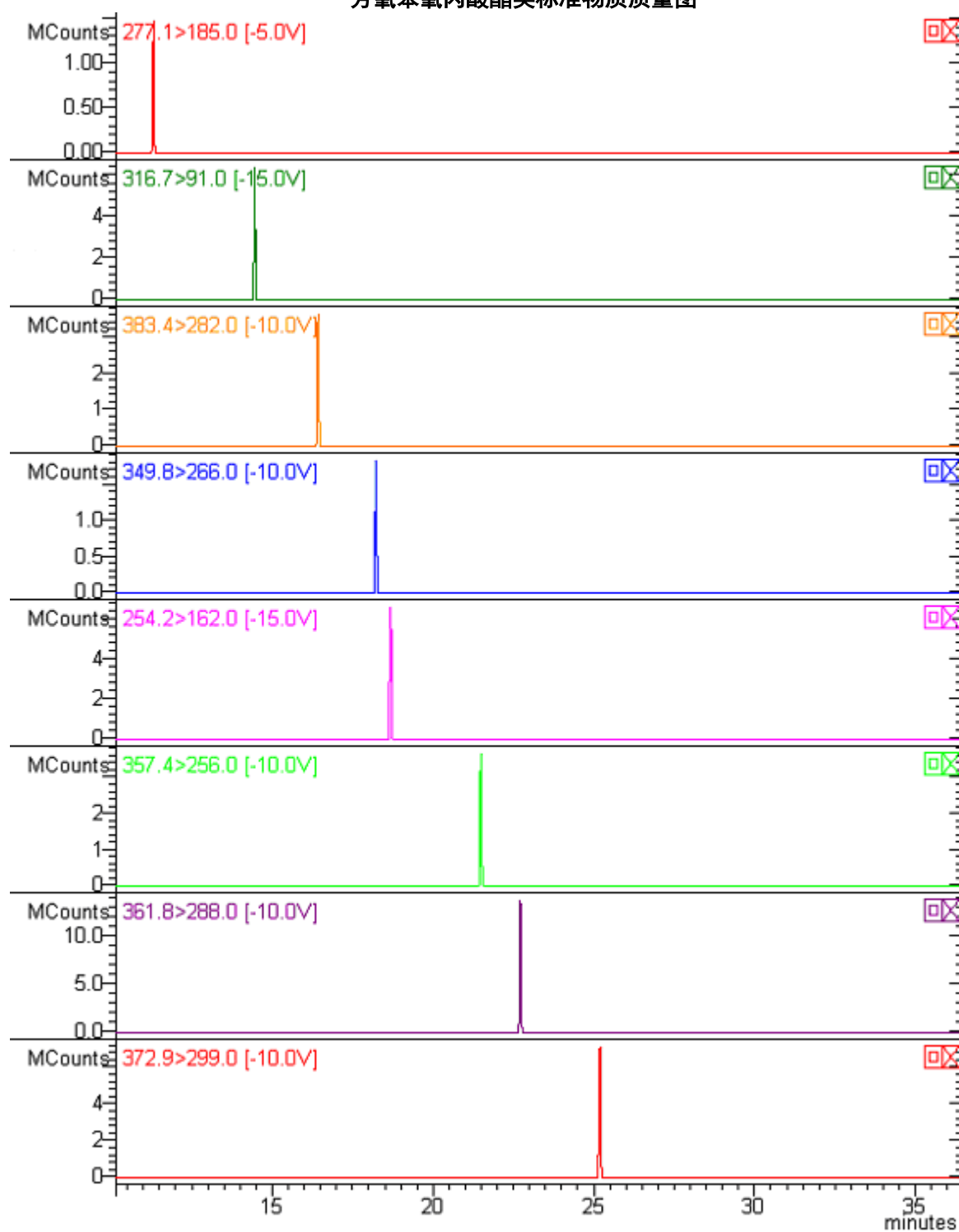


图 B.1 芳氧苯氧丙酸酯类混合标准溶液质谱图

附录 C
(资料性附录)

不同基质中芳氧苯氧丙酸酯类农药添加浓度及回收率范围

表 C.1 不同基质中芳氧苯氧丙酸酯类农药添加浓度及回收率范围

样品名称	农药名称	0.005 mg/kg	0.010 mg/kg	0.020 mg/kg	RSD(%)
大豆	2, 4-滴丁酯	72.4~97.0	83.9~104.7	79.0~98.7	4.9~10.3
	氟吡禾灵	79.8~106.6	76.3~93.6	81.9~97.6	5.5~10.6
	吡氟禾草灵	75.2~101.1	79.4~100.6	77.4~93.1	7.3~10.3
	炔草酯	71.0~99.8	71.9~91.2	79.0~94.9	5.6~10.4
	禾草灵	88.6~114.4	72.9~102.8	79.8~94.1	5.0~10.2
	氰氟草酯	75.4~106.0	72.9~101.9	78.9~94.3	4.9~10.3
	噁唑禾草灵	85.0~115.6	70.9~91.9	77.7~92.6	7.0~10.3
	精喹禾灵	77.2~107.8	75.0~101.6	78.8~92.6	5.7~10.7
大麦茶	2, 4-滴丁酯	70.8~99.4	93.3~116.0	81.0~96.8	5.3~10.6
	氟吡禾灵	68.4~98.4	79.2~103.5	79.1~94.4	5.9~10.1
	吡氟禾草灵	76.0~107.8	79.0~101.4	78.6~94.4	7.0~10.8
	炔草酯	86.6~99.0	78.5~91.5	82.8~91.2	5.1~10.9
	禾草灵	76.4~106.0	70.9~94.4	81.5~96.9	5.0~10.7
	氰氟草酯	78.2~113.0	72.7~94.3	79.8~94.14	5.9~10.6
	噁唑禾草灵	79.4~110.4	74.5~98.6	78.8~94.24	6.0~10.5
	精喹禾灵	83.2~119.2	72.6~94.6	77.7~92.6	5.0~10.4
粳米	2, 4-滴丁酯	78.2~110.2	80.3~106.7	81.7~97.9	4.3~10.5
	氟吡禾灵	82.8~114.2	86.2~107.8	81.9~98.0	6.6~10.7
	吡氟禾草灵	90.8~118.8	78.9~101.7	83.8~98.9	4.8~10.1
	炔草酯	76.0~101.4	75.9~105.7	82.8~98.3	5.2~10.4
	禾草灵	79.8~110.6	76.4~104.7	83.0~99.1	5.7~10.5
	氰氟草酯	74.4~99.4	84.9~111.7	81.9~97.6	6.3~8.5
	噁唑禾草灵	78.8~111.2	80.1~110.1	81.9~97.6	4.1~10.7
	精喹禾灵	77.4~103.8	78.6~106.7	79.0~95.2	5.7~9.7
胡萝卜	2, 4-滴丁酯	74.6~103.8	73.0~97.3	78.6~94.4	4.0~9.9
	氟吡禾灵	88.6~114.8	70.9~94.4	81.1~96.0	5.7~10.5
	吡氟禾草灵	79.0~112.8	78.9~101.7	81.0~96.8	4.7~10.5
	炔草酯	79.4~100.8	75.9~105.7	79.8~94.1	5.7~10.2
	禾草灵	81.6~116.2	76.4~104.7	80.3~96.4	5.9~10.7
	氰氟草酯	72.6~102.0	78.4~96.2	79.0~95.2	4.8~10.0
	噁唑禾草灵	70.8~96.6	75.4~98.4	80.6~95.8	4.3~10.7
	精喹禾灵	84.4~101.4	78.6~100.7	81.1~96.0	4.5~10.7
菠菜	2, 4-滴丁酯	75.4~98.0	81.2~105.6	79.1~98.8	4.6~10.3
	氟吡禾灵	77.6~105.3	74.7~98.2	77.9~96.5	5.7~10.6
	吡氟禾草灵	73.1~99.4	80.4~101.5	79.9~94.5	5.1~10.3
	炔草酯	78.0~98.9	77.6~90.8	80.0~97.8	5.3~10.4
	禾草灵	82.4~104.5	77.6~106.3	78.9~95.6	5.2~10.2
	氰氟草酯	78.5~101.2	78.2~100.2	77.6~99.6	5.0~10.3
	噁唑禾草灵	84.3~101.9	71.4~95.6	78.2~94.7	5.9~10.3
	精喹禾灵	78.3~99.8	77.6~104.2	88.1~95.7	4.1~10.7
青刀豆	2, 4-滴丁酯	79.4~103.8	69.3~90.3	79.8~94.9	3.0~10.3

	氟吡禾灵	76.0~101.4	76.4~104.7	79.0~94.2	3.9~10.6
	吡氟禾草灵	79.8~110.6	78.9~101.7	82.8~98.0	5.2~10.2
	炔草酯	74.4~103.2	74.6~99.1	79.0~94.4	4.0~10.4
	禾草灵	81.6~107.8	76.0~99.3	79.0~95.2	3.8~10.2
	氰氟草酯	77.2~103.4	77.3~98.5	82.0~98.0	6.3~10.3
	噁唑禾草灵	88.6~115.4	76.0~95.7	79.0~95.3	4.7~10.3
	精喹禾灵	76.2~103.0	69.3~90.3	84.3~99.4	4.1~10.7
蒜苗	2, 4-滴丁酯	71.2~96.8	72.3~93.3	85.5~101.6	5.3~9.8
	氟吡禾灵	70.8~94.6	76.0~99.3	84.1~99.0	4.6~9.8
	吡氟禾草灵	80.4~111.1	79.9~102.3	81.7~98.1	5.7~9.9
	炔草酯	77.4~103.8	76.0~95.7	83.2~98.2	5.7~9.5
	禾草灵	76.4~104.4	76.4~104.7	82.0~98.0	4.8~10.5
	氰氟草酯	79.0~108.0	84.9~106.2	79.6~94.4	5.9~10.2
	噁唑禾草灵	73.4~103.2	78.9~103.1	81.2~96.0	4.5~10.4
精喹禾灵	80.6~112.2	82.8~107.4	83.3~96.1	6.0~9.7	
草莓	2, 4-滴丁酯	79.1~108.2	78.9~101.7	83.2~98.2	6.3~10.1
	氟吡禾灵	73.2~100.8	83.0~109.6	79.6~94.4	5.5~9.9
	吡氟禾草灵	81.0~113.4	76.0~99.0	84.3~99.4	5.1~10.4
	炔草酯	72.4~105.6	79.1~103.4	82.1~98.0	5.3~9.9
	禾草灵	77.8~105.2	76.0~99.3	82.2~98.2	4.6~9.9
	氰氟草酯	77.6~105.2	76.6~101.2	82.4~97.8	7.0~10.1
	噁唑禾草灵	80.4~111.0	78.9~99.9	83.4~99.4	5.1~9.9
精喹禾灵	71.2~97.4	76.0~99.3	82.8~97.9	5.0~9.8	
蜂蜜	2, 4-滴丁酯	74.6~103.8	78.9~101.7	84.3~99.4	4.5~9.9
	氟吡禾灵	80.4~111.0	76.0~99.3	83.2~98.2	4.9~9.9
	吡氟禾草灵	76.4~108.6	78.5~104.7	81.7~98.0	5.7~10.2
	炔草酯	71.2~97.4	69.3~90.3	81.9~97.6	5.5~9.8
	禾草灵	80.4~109.0	76.1~95.7	79.4~93.8	5.8~9.9
	氰氟草酯	80.6~112.2	79.0~102.9	82.1~98.0	4.7~9.7
	噁唑禾草灵	74.2~103.4	77.3~98.5	79.0~95.2	5.7~9.7
精喹禾灵	77.4~103.8	70.3~90.3	81.0~96.0	6.0~9.5	
猪肉	2, 4-滴丁酯	71.3~97.6	78.9~101.7	80.3~95.7	5.1~9.8
	氟吡禾灵	77.4~103.8	76.1~98.9	79.8~94.9	4.5~9.5
	吡氟禾草灵	88.6~114.8	78.4~102.2	81.8~97.8	5.7~10.5
	炔草酯	80.4~101.2	75.9~109.2	84.3~99.8	5.3~9.9
	禾草灵	74.6~104.0	77.9~102.3	83.2~99.9	3.9~9.9
	氰氟草酯	76.4~102.9	76.7~100.7	83.0~98.6	4.0~9.5
	噁唑禾草灵	81.0~108.2	74.6~99.1	83.0~98.6	5.3~9.5
精喹禾灵	82.2~105.8	75.9~100.0	83.3~99.7	4.5~9.1	
鱼	2, 4-滴丁酯	74.4~102.2	79.1~103.4	79.4~93.8	5.7~9.7
	氟吡禾灵	77.2~103.4	82.2~103.1	84.3~99.4	5.9~10.1
	吡氟禾草灵	82.0~111.4	80.1~107.8	79.6~94.4	4.9~9.6
	炔草酯	77.6~107.4	86.5~111.7	83.2~99.9	7.0~9.3
	禾草灵	84.4~112.8	83.0~109.6	84.1~99.0	5.1~10.1
	氰氟草酯	80.4~111.0	83.7~113.5	82.6~97.6	5.0~9.9
	噁唑禾草灵	70.8~94.6	77.9~100.8	81.2~97.2	6.0~9.8
精喹禾灵	72.8~94.6	77.1~98.9	84.3~99.4	4.3~9.8	
禽蛋	2, 4-滴丁酯	79.1~108.5	78.9~102.5	83.1~99.9	4.5~10.2
	氟吡禾灵	88.6~113.6	80.1~100.8	80.4~96.6	4.8~10.5

	吡氟禾草灵	80.4~111.0	83.0~109.6	79.6~94.4	5.7~9.9
	炔草酯	76.4~108.6	76.7~98.9	80.4~95.2	4.1~10.2
	禾草灵	81.0~108.2	73.8~89.0	79.8~94.9	4.0~9.5
	氰氟草酯	77.2~103.4	75.8~97.3	81.8~97.8	4.7~10.1
	噁唑禾草灵	82.0~109.0	71.4~90.3	83.0~98.6	4.3~9.9
	精喹禾灵	76.0~101.4	81.9~106.7	86.3~99.8	4.6~10.4

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
