

## 中华人民共和国国家标准

GB 23200.3—2016

代替SN/T 1737.3—2010

---

### 食品安全国家标准 除草剂残留量检测方法 第3部分：液相色谱-质谱/质谱法测定 食品中环己烯酮类除草剂残留量

National food safety standards—

Determination of cyclohexanediones 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 1737.3-2010《除草剂残留量检验方法第3部分：液相色谱-质谱/质谱法测定进出口食品中环己烯酮类除草剂残留量》。

本标准与SN/T 1737.3-2010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 1737.3-2010。

# 食品安全国家标准

## 除草剂残留量检测方法

### 第3部分：液相色谱-质谱/质谱法测定食品中环己酮类除草剂残留量

#### 1 范围

本标准规定了食品中吡喃草酮、禾草灭、噻草酮、烯草酮、烯禾啶、丁苯草酮、三甲苯草酮、环苯草酮残留量的液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准适用于大米、大豆、猪肉、牛肝、鸡肝、牛奶、橙子、蓝莓、菠菜、洋葱、核桃仁、茶叶中吡喃草酮、禾草灭、噻草酮、烯草酮、烯禾啶、丁苯草酮、三甲苯草酮、环苯草酮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

试样中残留的环己烯酮类除草剂用酸性乙腈或乙腈提取，提取液经N-丙基乙二胺（PSA）、十八烷基硅烷（ODS）和石墨化炭黑净化，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 乙腈（ $\text{CH}_3\text{CN}$ ）：色谱纯。

4.1.2 乙酸（ $\text{CH}_3\text{COOH}$ ）（99.5%）。

4.1.3 甲酸（ $\text{HCOOH}$ ）（88.0%）。

4.1.4 乙酸钠（ $\text{CH}_3\text{COONa}$ ）。

4.1.5 氯化钠（ $\text{NaCl}$ ）。

4.1.6 无水硫酸镁（ $\text{MgSO}_4$ ）：经650℃灼烧4 h，置于干燥器内备用。

##### 4.2 溶液配制

4.2.1 1%乙酸乙腈溶液：取10 mL乙酸，加入990 mL乙腈，混匀。

4.2.2 60%乙腈水溶液：取60 mL乙腈，加入40 mL水，混匀。

4.2.3 甲酸-水溶液（0.2+999.8， $V/V$ ）：取0.2 mL甲酸，用水溶解并稀释至1000 mL。

##### 4.3 标准品

4.3.1 环己烯酮类标准品：烯草酮（Clethodim），CAS: 99129-21-2，纯度 $\geq 99\%$ ；吡喃草酮（Tepaloxymid）CAS: 149979-41-9，纯度 $\geq 99\%$ ；噻草酮（Cycloxydim），CAS: 101205-02-1，纯度 $\geq 93.5\%$ ；三甲苯草酮（Tralkoxydim），CAS: 87820-88-0，纯度 $\geq 93.5\%$ ；禾草灭（Alloxydim），CAS: 55634-91-8，纯度 $\geq 98\%$ ；环苯草酮（Profoxydim），CAS: 139001-49-3，纯度 $\geq 98.5\%$ ；丁苯草酮（Butroxydim），CAS: 138164-12-2；纯度 $\geq 99\%$ ；烯禾啶（Sethoxydim）CAS: 74051-80-2；纯度 $\geq 99\%$ 。

##### 4.4 标准溶液配制

4.4.1 环己烯酮类标准储备溶液：准确称取适量环己烯酮类的标准品，用乙腈溶解并定容至100 mL棕色容量瓶中，得浓度为100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备溶液，此溶液避光储存。

4.4.2 混合标准中间溶液：准确吸取环己烯酮类的标准储备溶液各2.5 mL于50 mL棕色容量瓶中，用乙腈稀释成浓度为5.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的混合标准中间溶液，此溶液避光储存。

4.4.3 混合标准工作溶液：根据需要使用前用空白样品基质配制适当混合标准工作溶液。

#### 4.5 材料

4.5.1 石墨化炭黑吸附剂：120  $\mu\text{m}\sim 400\ \mu\text{m}$ 。

4.5.2 N-丙基乙二胺（PSA）吸附剂：40  $\mu\text{m}\sim 100\ \mu\text{m}$ 。

4.5.3 十八烷基硅烷（ODS）键合相：40  $\mu\text{m}\sim 100\ \mu\text{m}$ 。

4.5.4 水相滤膜：0.22  $\mu\text{m}$ 。

#### 5 仪器和设备

5.1 液相色谱—质谱/质谱联用仪：配ESI电离源。

5.2 电子天平：感量0.01 g和0.0001 g。

5.3 粉碎机。

5.4 组织捣碎机。

5.5 离心机：4 000 r/min。

5.6 旋涡混合器。

5.7 氮吹仪。

5.8 均质器：10 000 r/min。

5.9 螺旋盖聚丙烯离心管：50 mL、15 mL。

5.10 玻璃具塞离心管：15 mL。

#### 6 试样制备与保存

##### 6.1 试样制备

###### 6.1.1 橙子、蓝莓、菠菜、洋葱

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

###### 6.1.2 大豆、大米、茶叶、核桃仁

取有代表性样品约 500 g，用粉碎机粉碎，混匀，装入洁净容器作为试样，密封并标明标记。

###### 6.1.3 猪肉、牛肝、鸡肝

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，装入洁净容器作为试样，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、大米、茶叶、核桃仁和牛奶等试样于 0℃~4℃保存；橙子、蓝莓、菠菜、洋葱、猪肉、牛肝、鸡肝等试样于-18℃以下保存。

在制样的操作过程中，应防止样品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 大豆、大米、茶叶和核桃仁

称取试样5 g（茶叶试样2 g，精确到0.01 g）于50 mL螺旋盖聚丙烯离心管中，加入10 mL水，于旋涡混合器上混合30s，放置15min。加入3 g无水硫酸镁、1 g氯化钠、1 g乙酸钠和15 mL 1%乙酸乙腈溶液，用均质器以10 000 r/min均质2 min，4 000 r/min离心5 min。将上清液转移至25 mL容量瓶中。再用10 mL 1%乙酸乙腈溶液重复提取一次，合并提取液于同一25 mL容量瓶中，并用乙腈定容至刻度，待净化。

###### 7.1.2 猪肉、牛肝、鸡肝、牛奶、橙子、菠菜和洋葱

称取试样约5 g（精确到0.01 g）于50 mL螺旋盖聚丙烯离心管中，加入5 mL水、3 g无水硫酸镁、1 g氯化钠、1 g乙酸钠和15 mL 1%乙酸乙腈溶液，用均质器以10 000 r/min均质2 min，4 000 r/min离心5 min。将上清液转移至25 mL容量瓶中。再用10 mL 1%乙酸乙腈溶液重复提取一次，合并提取液于同一25 mL容量瓶中，并用乙腈定容至刻度，待净化。

###### 7.1.3 蓝莓

称取试样约5 g (精确到0.01 g)于50 mL螺旋盖聚丙烯离心管中,加入5 mL水、3 g无水硫酸镁、1 g氯化钠、1 g乙酸钠和15 mL乙腈,用均质器以10 000r/min均质2 min, 4 000 r/min 离心5 min。将上清液转移至25 mL容量瓶中。再用10 mL乙腈重复提取一次,合并提取液于同一25 mL容量瓶中,并用乙腈定容至刻度,待净化。

## 7.2 净化

### 7.2.1 大豆、大米、核桃仁、猪肉、牛肝、牛奶、洋葱

移取8 mL上述提取液于15 mL螺旋盖聚丙烯离心管中,加入300 mg无水硫酸镁、250 mg PSA和500 mg ODS,在旋涡混合器上混合2 min, 4 000 r/min 离心5 min。准确移取 5 mL净化液于15 mL玻璃具塞离心管中,经60℃氮吹仪吹干后,用60%乙腈水溶液溶解并定容1.0 mL,过0.22 μm滤膜供液相色谱-质谱/质谱仪测定。

### 7.2.2 鸡肝、橙子、菠菜、蓝莓、茶叶

移取8 mL上述提取液于15 mL螺旋盖聚丙烯离心管中,加入300 mg无水硫酸镁、250 mg PSA、500 mg ODS和10 mg石墨化炭黑,在旋涡混合器上混合2 min, 4 000 r/min 离心5 min。准确移取5 mL净化液于15 mL玻璃具塞离心管中,经60℃氮吹仪吹干后,用60%乙腈水溶液溶解并定容1.0 mL,过0.22 μm滤膜供液相色谱-质谱/质谱仪测定。

## 7.3 测定

### 7.3.1 液相色谱参考条件

7.3.1.1 色谱柱: C<sub>18</sub>, 50 mm×2.1 mm (i.d.), 粒度1.7 μm, 或相当者;

7.3.1.2 流动相:见梯度洗脱程序表1;

表1 梯度洗脱程序表

| 时间 (min) | 甲酸水溶液 (3.9), % | 乙腈, % |
|----------|----------------|-------|
| 0.25     | 60             | 40    |
| 1.50     | 60             | 40    |
| 1.60     | 40             | 60    |
| 2.00     | 40             | 60    |
| 3.00     | 20             | 80    |
| 4.50     | 20             | 80    |
| 5.00     | 60             | 40    |
| 6.00     | 60             | 40    |

7.3.1.3 流速: 0.25 mL/min;

7.3.1.4 柱温: 30℃;

7.3.1.5 进样量: 5 μL;

### 7.3.2 质谱参考条件

参见附录A。

### 7.3.3 液相色谱-质谱/质谱检测和确证

根据样液中被测物的含量情况,选定浓度与样液相近的标准工作溶液。标准工作溶液和样液中环己烯酮类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掺插进样测定。在上述液相色谱-质谱条件下,环己烯酮类的保留时间分别为吡喃草酮 2.83min, 禾草灭3.40 min, 噻草酮3.81 min, 烯草酮3.89 min, 烯禾啉4.05min, 丁苯草酮4.08 min, 三甲苯草酮4.17 min, 环苯草酮 4.83 min。环己烯酮类标准品的液相色谱-质谱/质谱多反应监测色谱图见附录B中图B.1。

在上述液相色谱-质谱条件下,样品中待测物质保留时间与标准工作溶液中对应的保留时间的偏差在±2.5%,且样品中被测物质的相对离子丰度与浓度相当标准工作溶液的相对离子丰度进行比较,相对丰度允许相对偏差不超过表2规定的范围,则可确定样品中存在对应的被测物。

表2 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

|           |       |             |             |       |
|-----------|-------|-------------|-------------|-------|
| 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 空白试验

除不加试样外,均按上述步骤进行。

## 8 结果计算和表达

用 LC-MS/MS 色谱数据处理机或按式 (1) 计算试样中环己烯酮类残留含量, 计算结果需扣除空白值。

$$X = \frac{A_i \times C_{si} \times V}{A_{si} \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $X_i$  —— 试样中环己烯酮类残留量, 单位为微克每千克 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ );
- $A_i$  —— 样液中环己烯酮类的峰面积;
- $C_{si}$  —— 标准工作液中环己烯酮类的浓度, 单位为纳克每毫升 ( $\text{ng}/\text{mL}$ );
- $V$  —— 样液最终定容体积, 单位为毫升 ( $\text{mL}$ );
- $A_{si}$  —— 标准工作液中环己烯酮类的峰面积;
- $m$  —— 最终样液所代表的试样质量, 单位为克 ( $\text{g}$ )。

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

本方法的定量限为  $5 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

### 10.2 回收率

样品的添加浓度、回收率和精密度的数据见附录 C。

**附录 A**  
**(资料性附录)**  
**质谱参考条件**  
**表 A.1 质谱参考条件**

|        |  |
|--------|--|
| 离子源    | ESI, 正模式   |
| 扫描方式   | 多反应监测MRM   |
| 源温度    | 110 °C   |
| 去溶剂气流量 | 550 L /hr, 氮气                                      |
| 去溶剂温度  | 350 °C   |
| 锥孔气流量  | 50 L /hr, 氮气                                       |
| 碰撞气压力  | $3.30 \times 10^{-3}$ mbar, 氩气, 纯度 $\geq 99.999\%$ |
| 毛细管电压  | 3.0 KV   |

**表A.2多反应监测条件**

| 化合物       | 母离子<br>( <i>m/z</i> ) | 子离子<br>( <i>m/z</i> ) | 驻留时间<br>(s) | 锥孔电压<br>(V) | 碰撞能量<br>(eV) |
|-----------|-----------------------|-----------------------|-------------|-------------|--------------|
| 禾草灭       | 324.7                 | 178.4                 | 0.02        | 23          | 21           |
|           |                       | 266.5*                | 0.02        | 23          | 12           |
| 噻草酮       | 326.4                 | 180.2                 | 0.02        | 20          | 20           |
|           |                       | 280.3*                | 0.02        | 20          | 13           |
| 稀禾啞       | 328.3                 | 178.1*                | 0.02        | 12          | 20           |
|           |                       | 282.2                 | 0.02        | 12          | 11           |
| 三甲苯草<br>酮 | 330.3                 | 137.9                 | 0.02        | 24          | 24           |
|           |                       | 284.2*                | 0.02        | 24          | 12           |
| 吡喃草酮      | 342.4                 | 166.1                 | 0.02        | 22          | 21           |
|           |                       | 250.3*                | 0.02        | 22          | 14           |
| 烯草酮       | 360.2                 | 164.1*                | 0.02        | 24          | 19           |
|           |                       | 268.3                 | 0.02        | 24          | 13           |
| 丁苯草酮      | 400.4                 | 138.1                 | 0.02        | 28          | 23           |
|           |                       | 354.3*                | 0.02        | 28          | 15           |
| 环苯草酮      | 466.2                 | 180.2                 | 0.02        | 25          | 25           |
|           |                       | 280.3*                | 0.02        | 25          | 15           |

注：表A.2中带“\*”的离子为定量离子。

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使用不同厂家或型号的仪器。

附录 B  
(资料性附录)  
环己烯酮类标准品多反应监测色谱图

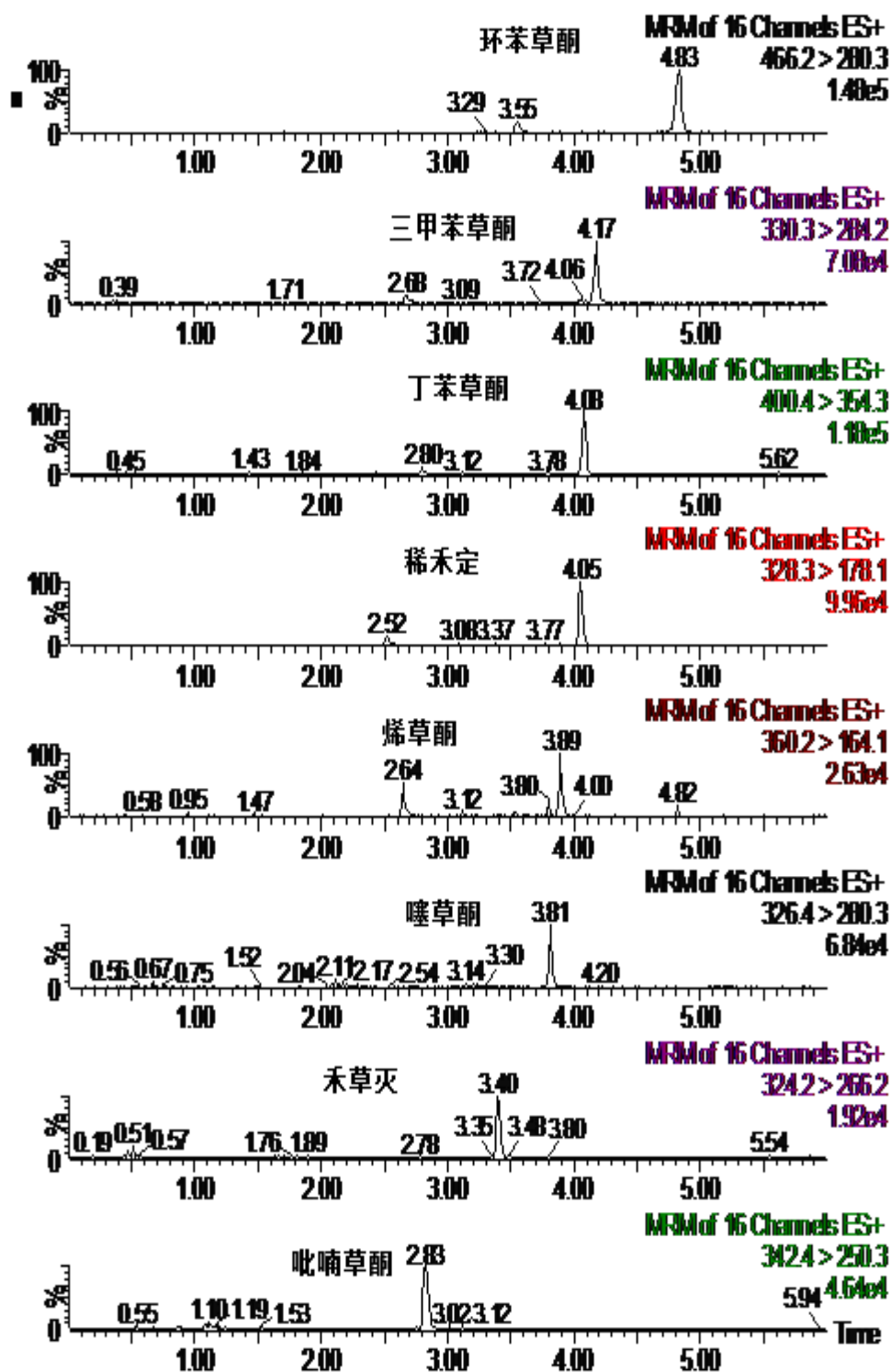


图 B.1 环己烯酮类标准品液相色谱-质谱/质谱多反应监测色谱图





**附录 C**  
**(资料性附录)**  
**回收率和精密度**

**表 C.1 样品的添加浓度、回收率和精密度的数据**

| 样品 | 化合物  | 添加浓度 (μg/kg) | 回收率范围 (%)    | 精密度 (%) | 样品 | 化合物  | 添加浓度 (μg/kg) | 回收率范围 (%)    | 精密度 (%) |
|----|------|--------------|--------------|---------|----|------|--------------|--------------|---------|
| 大米 | 吡喃草酮 | 5            | 75.20~101.00 | 10.16   | 牛奶 | 吡喃草酮 | 5            | 76.40~98.40  | 8.58    |
|    |      | 10           | 81.30~103.80 | 8.93    |    |      | 10           | 79.50~103.50 | 9.03    |
|    |      | 50           | 77.04~102.64 | 9.72    |    |      | 50           | 80.80~102.84 | 8.91    |
|    | 禾草灭  | 5            | 76.80~101.00 | 9.95    |    | 禾草灭  | 5            | 80.80~103.20 | 8.29    |
|    |      | 10           | 75.60~101.10 | 8.24    |    |      | 10           | 78.90~102.60 | 7.77    |
|    |      | 50           | 80.52~101.40 | 7.59    |    |      | 50           | 78.26~102.36 | 9.49    |
|    | 噻草酮  | 5            | 76.4~102.20  | 9.73    |    | 噻草酮  | 5            | 76.20~98.40  | 6.54    |
|    |      | 10           | 81.70~107.00 | 9.16    |    |      | 10           | 81.00~104.30 | 9.35    |
|    |      | 50           | 79.40~102.20 | 8.20    |    |      | 50           | 86.32~103.36 | 5.84    |
|    | 烯草酮  | 5            | 76.4~105.00  | 10.15   |    | 烯草酮  | 5            | 83.20~109.40 | 9.23    |
|    |      | 10           | 75.90~94.10  | 6.76    |    |      | 10           | 80.60~104.80 | 10.02   |
|    |      | 50           | 73.24~94.58  | 9.73    |    |      | 50           | 80.44~100.32 | 8.26    |
|    | 稀禾啶  | 5            | 84.00~103.60 | 6.19    |    | 稀禾啶  | 5            | 82.60~104.80 | 7.77    |
|    |      | 10           | 88.20~103.20 | 5.14    |    |      | 10           | 75.30~98.10  | 7.22    |
|    |      | 50           | 82.06~104.34 | 8.30    |    |      | 50           | 82.70~104.26 | 8.20    |

表 C.1 (续)

|        |       |    |              |       |        |       |    |              |       |
|--------|-------|----|--------------|-------|--------|-------|----|--------------|-------|
| 大<br>米 | 丁苯草酮  | 5  | 83.12~105.60 | 6.19  | 牛<br>奶 | 丁苯草酮  | 5  | 77.40~103.20 | 10.02 |
|        |       | 10 | 80.00~98.40  | 5.14  |        |       | 10 | 76.90~97.30  | 8.31  |
|        |       | 50 | 79.46~100.62 | 8.30  |        |       | 50 | 77.42~102.86 | 10.22 |
|        | 三甲苯草酮 | 5  | 78.60~102.20 | 8.20  |        | 三甲苯草酮 | 5  | 76.20~107.00 | 7.90  |
|        |       | 10 | 81.20~104.20 | 7.84  |        |       | 10 | 80.50~101.70 | 10.39 |
|        |       | 50 | 87.12~103.76 | 5.94  |        |       | 50 | 80.86~99.56  | 6.14  |
|        | 环苯草酮  | 5  | 82.20~104.20 | 8.47  |        | 环苯草酮  | 5  | 81.60~108.60 | 8.58  |
|        |       | 10 | 74.20~101.00 | 8.24  |        |       | 10 | 77.60~98.70  | 5.89  |
|        |       | 50 | 78.76~94.84  | 6.45  |        |       | 50 | 78.94~98.34  | 8.31  |
| 大<br>豆 | 吡喃草酮  | 5  | 74.60~103.80 | 9.82  | 橙<br>子 | 吡喃草酮  | 5  | 78.40~99.60  | 7.97  |
|        |       | 10 | 79.10~97.30  | 6.58  |        |       | 10 | 78.10~102.10 | 11.19 |
|        |       | 50 | 75.80~98.76  | 7.93  |        |       | 50 | 83.12~100.64 | 7.69  |
|        | 禾草灭   | 5  | 76.80~101.40 | 7.12  |        | 禾草灭   | 5  | 73.60~98.40  | 5.67  |
|        |       | 10 | 81.50~101.10 | 6.53  |        |       | 10 | 78.40~100.70 | 7.61  |
|        |       | 50 | 77.66~96.88  | 7.43  |        |       | 50 | 80.22~99.34  | 8.32  |
|        | 噻草酮   | 5  | 76.40~108.60 | 10.22 |        | 噻草酮   | 5  | 76.40~101.20 | 6.33  |
|        |       | 10 | 78.90~101.70 | 9.00  |        |       | 10 | 76.70~101.30 | 9.71  |
|        |       | 50 | 78.28~102.12 | 8.96  |        |       | 50 | 83.36~104.20 | 7.91  |

表 C.1 (续)

|    |       |      |              |              |    |       |    |              |       |              |      |
|----|-------|------|--------------|--------------|----|-------|----|--------------|-------|--------------|------|
| 大豆 | 烯草酮   | 5    | 79.40~100.80 | 8.33         | 橙子 | 烯草酮   | 5  | 76.20~103.20 | 9.43  |              |      |
|    |       | 10   | 75.90~105.70 | 10.18        |    |       | 10 | 79.40~97.30  | 7.77  |              |      |
|    |       | 50   | 76.66~96.88  | 7.60         |    |       | 50 | 78.88~99.24  | 7.88  |              |      |
|    | 稀禾啉   | 5    | 77.20~103.60 | 8.87         |    | 稀禾啉   | 5  | 75.80~106.40 | 10.24 |              |      |
|    |       | 10   | 76.40~104.70 | 10.47        |    |       | 10 | 78.50~103.50 | 9.25  |              |      |
|    |       | 50   | 79.52~101.46 | 7.74         |    |       | 50 | 78.86~97.00  | 6.68  |              |      |
|    | 丁苯草酮  | 5    | 74.40~99.40  | 8.34         |    | 丁苯草酮  | 5  | 76.00~105.40 | 10.05 |              |      |
|    |       | 10   | 78.40~96.20  | 7.31         |    |       | 10 | 76.10~102.60 | 9.23  |              |      |
|    |       | 50   | 77.08~102.06 | 10.38        |    |       | 50 | 79.46~102.72 | 8.36  |              |      |
|    | 三甲苯草酮 | 5    | 74.20~103.40 | 9.66         |    | 三甲苯草酮 | 5  | 78.20~98.40  | 7.80  |              |      |
|    |       | 10   | 75.40~98.40  | 7.79         |    |       | 10 | 79.50~105.80 | 10.04 |              |      |
|    |       | 50   | 81.74~102.54 | 8.07         |    |       | 50 | 80.72~103.36 | 6.61  |              |      |
|    | 环苯草酮  | 5    | 77.40~103.80 | 9.48         |    | 环苯草酮  | 5  | 82.00~109.40 | 9.99  |              |      |
|    |       | 10   | 78.60~106.70 | 7.70         |    |       | 10 | 81.60~104.80 | 6.99  |              |      |
|    |       | 50   | 77.14~96.54  | 8.34         |    |       | 50 | 82.04~97.94  | 6.54  |              |      |
|    | 核桃仁   | 吡喃草酮 | 5            | 80.20~103.60 |    | 7.99  | 菠菜 | 吡喃草酮         | 5     | 81.20~106.80 | 8.60 |
|    |       |      | 10           | 79.40~103.20 |    | 9.10  |    |              | 10    | 78.90~101.60 | 8.33 |
|    |       |      | 50           | 84.12~102.84 |    | 6.79  |    |              | 50    | 80.22~99.24  | 7.57 |

表 C.1 (续)

|             |       |    |              |       |        |       |    |              |      |
|-------------|-------|----|--------------|-------|--------|-------|----|--------------|------|
| 核<br>桃<br>仁 | 禾草灭   | 5  | 77.40~103.60 | 8.87  | 菠<br>菜 | 禾草灭   | 5  | 80.40~104.80 | 9.47 |
|             |       | 10 | 79.50~103.30 | 8.75  |        |       | 10 | 76.20~103.50 | 9.12 |
|             |       | 50 | 82.90~104.62 | 7.50  |        |       | 50 | 80.20~100.72 | 7.03 |
|             | 噻草酮   | 5  | 82.20~105.40 | 8.45  |        | 噻草酮   | 5  | 80.00~105.60 | 9.04 |
|             |       | 10 | 83.10~104.20 | 7.73  |        |       | 10 | 81.60~105.50 | 8.85 |
|             |       | 50 | 88.70~103.42 | 5.22  |        |       | 50 | 82.06~106.60 | 8.68 |
|             | 烯草酮   | 5  | 81.40~107.60 | 9.46  |        | 烯草酮   | 5  | 82.60~100.00 | 7.17 |
|             |       | 10 | 81.60~105.40 | 8.16  |        |       | 10 | 84.00~105.70 | 7.59 |
|             |       | 50 | 84.70~101.94 | 6.71  |        |       | 50 | 83.20~108.06 | 6.88 |
|             | 稀禾啶   | 5  | 80.20~104.00 | 8.23  |        | 稀禾啶   | 5  | 82.00~105.40 | 9.01 |
|             |       | 10 | 79.20~95.80  | 6.31  |        |       | 10 | 81.20~101.10 | 9.66 |
|             |       | 50 | 79.70~102.74 | 8.39  |        |       | 50 | 88.70~102.72 | 5.09 |
|             | 丁苯草酮  | 5  | 77.60~105.60 | 10.55 |        | 丁苯草酮  | 5  | 76.20~99.60  | 7.66 |
|             |       | 10 | 79.40~95.40  | 6.48  |        |       | 10 | 78.60~105.10 | 9.42 |
|             |       | 50 | 80.06~104.02 | 6.99  |        |       | 50 | 80.72~106.20 | 7.77 |
|             | 三甲苯草酮 | 5  | 83.20~108.20 | 8.14  |        | 三甲苯草酮 | 5  | 82.60~104.60 | 7.07 |
|             |       | 10 | 78.10~100.10 | 7.99  |        |       | 10 | 78.10~106.40 | 8.79 |
|             |       | 50 | 82.12~106.12 | 7.22  |        |       | 50 | 88.06~102.74 | 5.05 |

表 C.1 (续)

|             |      |    |              |       |        |      |    |              |       |
|-------------|------|----|--------------|-------|--------|------|----|--------------|-------|
| 核<br>桃<br>仁 | 环苯草酮 | 5  | 80.20~96.20  | 6.40  | 菠<br>菜 | 环苯草酮 | 5  | 82.00~105.60 | 8.48  |
|             |      | 10 | 79.40~97.30  | 7.39  |        |      | 10 | 79.40~98.50  | 7.72  |
|             |      | 50 | 77.52~98.62  | 8.97  |        |      | 50 | 84.06~102.72 | 6.24  |
| 猪<br>肉      | 吡喃草酮 | 5  | 77.00~103.40 | 10.57 | 蓝<br>莓 | 吡喃草酮 | 5  | 73.20~104.80 | 11.33 |
|             |      | 10 | 81.00~104.10 | 7.61  |        |      | 10 | 79.50~103.50 | 9.13  |
|             |      | 50 | 77.04~100.62 | 8.70  |        |      | 50 | 84.06~102.84 | 7.51  |
|             | 禾草灭  | 5  | 77.80~98.00  | 8.08  |        | 禾草灭  | 5  | 80.80~105.40 | 8.84  |
|             |      | 10 | 78.50~98.40  | 8.39  |        |      | 10 | 79.10~102.60 | 8.52  |
|             |      | 50 | 78.86~102.14 | 9.61  |        |      | 50 | 84.08~102.50 | 6.00  |
|             | 噻草酮  | 5  | 76.00~103.60 | 9.53  |        | 噻草酮  | 5  | 80.20~98.40  | 6.88  |
|             |      | 10 | 81.00~99.70  | 6.80  |        |      | 10 | 79.40~105.80 | 9.80  |
|             |      | 50 | 79.46~106.72 | 8.59  |        |      | 50 | 84.12~103.36 | 5.83  |
|             | 烯草酮  | 5  | 78.20~101.20 | 8.30  |        | 烯草酮  | 5  | 80.60~109.40 | 10.10 |
|             |      | 10 | 79.50~106.80 | 11.04 |        |      | 10 | 79.30~104.80 | 9.10  |
|             |      | 50 | 80.42~104.20 | 9.12  |        |      | 50 | 82.02~106.08 | 8.21  |
|             | 稀禾啶  | 5  | 80.20~105.20 | 8.12  |        | 稀禾啶  | 5  | 81.80~102.40 | 8.65  |
|             |      | 10 | 79.40~100.40 | 7.58  |        |      | 10 | 79.80~98.70  | 6.74  |
|             |      | 50 | 75.68~104.72 | 9.74  |        |      | 50 | 78.22~98.52  | 7.13  |

表 C.1 (续)

|        |       |    |              |      |        |       |    |              |       |
|--------|-------|----|--------------|------|--------|-------|----|--------------|-------|
| 猪<br>肉 | 丁苯草酮  | 5  | 76.62~102.80 | 9.85 | 蓝<br>莓 | 丁苯草酮  | 5  | 80.00~107.60 | 9.83  |
|        |       | 10 | 79.10~106.80 | 9.09 |        |       | 10 | 79.20~103.10 | 8.61  |
|        |       | 50 | 85.02~100.48 | 7.07 |        |       | 50 | 80.62~106.96 | 7.78  |
|        | 三甲苯草酮 | 5  | 80.60~101.60 | 8.25 |        | 三甲苯草酮 | 5  | 74.40~104.20 | 9.31  |
|        |       | 10 | 78.50~103.70 | 9.21 |        |       | 10 | 78.30~97.10  | 7.27  |
|        |       | 50 | 82.72~104.76 | 6.65 |        |       | 50 | 78.94~100.20 | 8.08  |
|        | 环苯草酮  | 5  | 81.20~103.60 | 9.63 |        | 环苯草酮  | 5  | 74.20~104.60 | 10.39 |
|        |       | 10 | 80.40~106.40 | 8.74 |        |       | 10 | 78.10~103.10 | 9.15  |
|        |       | 50 | 82.12~100.76 | 7.03 |        |       | 50 | 81.74~99.24  | 7.01  |
| 牛<br>肝 | 吡喃草酮  | 5  | 77.20~98.20  | 7.70 | 洋<br>葱 | 吡喃草酮  | 5  | 74.60~97.20  | 6.30  |
|        |       | 10 | 80.10~103.90 | 9.76 |        |       | 10 | 78.90~98.40  | 6.88  |
|        |       | 50 | 82.12~102.68 | 7.43 |        |       | 50 | 78.96~98.62  | 8.49  |
|        | 禾草灭   | 5  | 81.60~103.20 | 8.11 |        | 禾草灭   | 5  | 77.80~98.40  | 8.14  |
|        |       | 10 | 79.80~108.10 | 9.45 |        |       | 10 | 78.50~100.30 | 8.11  |
|        |       | 50 | 80.78~97.78  | 6.08 |        |       | 50 | 78.86~99.24  | 7.74  |
|        | 噻草酮   | 5  | 81.20~99.60  | 6.60 |        | 噻草酮   | 5  | 79.40~103.20 | 9.37  |
|        |       | 10 | 78.60~102.70 | 7.49 |        |       | 10 | 76.10~96.40  | 7.14  |
|        |       | 50 | 82.62~106.20 | 7.41 |        |       | 50 | 78.46~96.12  | 6.77  |

表 C.1 (续)

|        |        |      |              |              |        |       |        |              |       |              |      |
|--------|--------|------|--------------|--------------|--------|-------|--------|--------------|-------|--------------|------|
| 牛<br>肝 | 烯草酮    | 5    | 83.20~104.60 | 7.61         | 洋<br>葱 | 烯草酮   | 5      | 81.20~104.80 | 9.26  |              |      |
|        |        | 10   | 78.10~106.40 | 8.80         |        |       | 10     | 79.60~100.10 | 8.05  |              |      |
|        |        | 50   | 80.06~99.24  | 6.98         |        |       | 50     | 80.60~100.12 | 7.59  |              |      |
|        | 稀禾啉    | 5    | 81.20~104.20 | 8.18         |        | 稀禾啉   | 5      | 77.60~103.40 | 9.35  |              |      |
|        |        | 10   | 79.90~98.30  | 6.43         |        |       | 10     | 78.80~98.90  | 7.62  |              |      |
|        |        | 50   | 80.38~106.12 | 9.22         |        |       | 50     | 78.96~102.72 | 10.01 |              |      |
|        | 丁苯草酮   | 5    | 74.80~107.20 | 11.15        |        | 丁苯草酮  | 5      | 81.00~102.80 | 8.44  |              |      |
|        |        | 10   | 80.20~104.60 | 7.32         |        |       | 10     | 79.10~106.30 | 9.57  |              |      |
|        |        | 50   | 80.18~98.36  | 8.09         |        |       | 50     | 84.12~104.08 | 5.97  |              |      |
|        | 三甲苯草酮  | 5    | 77.20~105.40 | 9.29         |        | 三甲苯草酮 | 5      | 77.40~103.20 | 8.18  |              |      |
|        |        | 10   | 78.40~106.70 | 9.75         |        |       | 10     | 79.50~103.70 | 9.17  |              |      |
|        |        | 50   | 76.92~99.24  | 8.32         |        |       | 50     | 82.72~102.84 | 7.86  |              |      |
|        | 环苯草酮   | 5    | 83.20~109.20 | 8.07         |        | 环苯草酮  | 5      | 76.40~105.40 | 10.17 |              |      |
|        |        | 10   | 79.50~103.00 | 8.93         |        |       | 10     | 83.10~106.40 | 8.60  |              |      |
|        |        | 50   | 76.98~99.76  | 9.13         |        |       | 50     | 82.12~100.10 | 6.59  |              |      |
|        | 鸡<br>肝 | 吡喃草酮 | 5            | 83.80~100.20 |        | 6.53  | 茶<br>叶 | 吡喃草酮         | 5     | 74.20~103.60 | 9.74 |
|        |        |      | 10           | 81.60~104.70 |        | 9.22  |        |              | 10    | 86.10~103.70 | 6.48 |
|        |        |      | 50           | 79.52~102.68 |        | 8.53  |        |              | 50    | 82.90~103.36 | 7.23 |



表 C.1 (续)

|        |       |    |              |       |        |       |    |              |       |
|--------|-------|----|--------------|-------|--------|-------|----|--------------|-------|
| 鸡<br>肝 | 禾草灭   | 5  | 74.40~103.20 | 9.40  | 茶<br>叶 | 禾草灭   | 5  | 85.20~109.40 | 9.02  |
|        |       | 10 | 81.20~108.10 | 8.99  |        |       | 10 | 79.50~104.20 | 8.09  |
|        |       | 50 | 78.94~98.48  | 6.74  |        |       | 50 | 84.26~106.08 | 6.99  |
|        | 噻草酮   | 5  | 74.20~100.40 | 9.01  |        | 噻草酮   | 5  | 82.20~100.00 | 5.97  |
|        |       | 10 | 78.60~98.40  | 7.79  |        |       | 10 | 79.80~98.70  | 6.37  |
|        |       | 50 | 83.16~106.20 | 7.27  |        |       | 50 | 82.06~99.04  | 9.02  |
|        | 烯草酮   | 5  | 77.40~104.60 | 10.34 |        | 烯草酮   | 5  | 80.40~100.20 | 7.48  |
|        |       | 10 | 78.10~106.40 | 9.71  |        |       | 10 | 79.20~94.20  | 5.49  |
|        |       | 50 | 78.82~99.24  | 7.49  |        |       | 50 | 79.70~98.22  | 7.53  |
|        | 稀禾啶   | 5  | 82.00~104.80 | 9.25  |        | 稀禾啶   | 5  | 78.40~100.60 | 8.40  |
|        |       | 10 | 79.60~96.20  | 5.68  |        |       | 10 | 82.60~105.20 | 7.69  |
|        |       | 50 | 81.94~99.34  | 5.95  |        |       | 50 | 79.02~97.52  | 6.55  |
|        | 丁苯草酮  | 5  | 80.20~103.40 | 8.39  |        | 丁苯草酮  | 5  | 81.40~104.80 | 8.50  |
|        |       | 10 | 79.10~95.60  | 6.29  |        |       | 10 | 78.10~102.60 | 9.74  |
|        |       | 50 | 79.70~99.30  | 7.61  |        |       | 50 | 80.44~107.76 | 7.94  |
|        | 三甲苯草酮 | 5  | 77.00~100.60 | 8.25  |        | 三甲苯草酮 | 5  | 83.20~106.80 | 8.70  |
|        |       | 10 | 79.40~96.70  | 7.01  |        |       | 10 | 80.30~101.20 | 10.70 |
|        |       | 50 | 82.06~99.24  | 7.09  |        |       | 50 | 80.72~98.04  | 7.64  |
|        | 环苯草酮  | 5  | 80.40~98.40  | 7.74  |        | 环苯草酮  | 5  | 82.00~106.00 | 9.41  |
|        |       | 10 | 78.10~103.50 | 9.17  |        |       | 10 | 81.60~102.60 | 9.27  |
|        |       | 50 | 82.12~98.74  | 6.85  |        |       | 50 | 80.12~98.50  | 6.71  |

**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<br>mg/kg     | 精密度<br>% |
|---------------------|----------|
| $\leq 0.001$        | 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<br>mg/kg     | 精密度<br>% |
|---------------------|----------|
| $\leq 0.001$        | 54       |
| $> 0.001 \leq 0.01$ | 46       |
| $> 0.01 \leq 0.1$   | 34       |
| $> 0.1 \leq 1$      | 25       |
| $> 1$               | 19       |

---