

中华人民共和国国家标准

GB 23200.85—2016

代替SN/T 2912—2011

食品安全国家标准 乳及乳制品中多种拟除虫菊酯 农药残留量的测定 气相色谱-质谱法

National food safety standards—

Determination of multiple pyrethroid pesticide residues in dairy products

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 2912-2011 《进出口乳及乳制品中多种拟除虫菊酯农药残留量的检测方法—气相色谱-质谱法》。

本标准与SN/T 2912-2011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；
- 标准名称和范围中“进出口乳及乳制品”改为“乳及乳制品”；
- 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 2912-2011。

食品安全国家标准

乳及乳制品中多种拟除虫菊酯农药残留量的测定

气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了进出口乳及乳制品中 2,6-二异丙基萘、七氟菊酯、生物丙烯菊酯、烯虫酯、苜蓿菊酯、联苯菊酯、甲氰菊酯、氯氟氰菊酯、氟丙菊酯、氯菊酯、氟氯氰菊酯、氯氰菊酯、氟氰戊菊酯、醚菊酯、氰戊菊酯、氟胺氰菊酯、溴氰菊酯等 17 种多组分农药残留量的气相色谱-质谱检测方法。

本标准适用于液体乳、乳粉、炼乳、乳脂肪、干酪、乳冰淇淋和乳清粉中 2,6-二异丙基萘、七氟菊酯、生物丙烯菊酯、烯虫酯、苜蓿菊酯、联苯菊酯、甲氰菊酯、氯氟氰菊酯、氟丙菊酯、氯菊酯、氟氯氰菊酯、氯氰菊酯、氟氰戊菊酯、醚菊酯、氰戊菊酯、氟胺氰菊酯、溴氰菊酯等 17 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

试样采用氯化钠盐析，乙腈匀浆提取，分取乙腈层，分别用C18固相萃取柱和氟罗里硅土固相萃取柱净化，洗脱液浓缩溶解定容后，供气相色谱-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（ C_2H_3N ，CAS 号 75-05-8）：残留级。
- 4.1.2 正己烷（ C_6H_{14} ，CAS 号 110-54-3）：残留级。
- 4.1.3 乙酸乙酯（ $C_4H_8O_2$ ，CAS 号 141-78-6）：残留级。
- 4.1.4 氯化钠（ $NaCl$ ，CAS 号 7647-14-5）。

4.2 溶液配制

- 4.2.1 正己烷-乙酸乙酯（9+2，V+V）：量取 90 mL 正己烷和 20 mL 乙酸乙酯，混匀。

4.3 标准品

- 4.3.1 2,6-二异丙基萘等 17 种农药标准品：纯度 $\geq 98\%$ ，CAS 编号参见附录 A。

4.4 标准溶液配制

- 4.4.1 2,6-二异丙基萘等 17 种农药标准储备溶液：分别准确称取适量的 2,6-二异丙基萘等 17 种农药标准品，用正己烷配制成浓度为 100 $\mu g/mL$ 的标准储备溶液。该溶液在 0 $^{\circ}C \sim 4^{\circ}C$ 冰箱中保存。
- 4.4.2 2,6-二异丙基萘等 17 种农药标准工作溶液：根据需要用不含 2,6-二异丙基萘等 17 种农药的空白样品配制成适用浓度的标准工作溶液，该溶液现用现配。

4.5 材料

- 4.5.1 C_{18} 固相萃取柱：C18, 500 mg, 3 mL。
- 4.5.2 氟罗里硅土固相萃取柱：Florisil, 500 mg, 3 mL。

5 仪器和设备

- 5.1 气相色谱-质谱仪：配有电子轰击源（EI）。
- 5.2 分析天平：感量为 0.01 g。
- 5.3 分析天平：感量为 0.0001 g。

- 5.4 匀浆机：转速不低于 10000 r/min。
 5.5 离心机：转速不低于 4000 r/min。
 5.6 氮吹仪。
 5.7 涡流混匀机。

6 试样制备与保存

6.1 试样制备

取样品约 500 g，取样部位按 GB 2763 附录 A 执行，用粉碎机粉碎，混匀，装入洁净容器，密封，标明标记。

6.2 试样保存

试样于 0℃~4℃ 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

准确称取液体乳、冰激淋试样 2.0 g（精确至 0.01 g），加 0.5 g 氯化钠、10.0 mL 乙腈，于 10000 r/min 匀浆提取 60 s，再以 4000 r/min 离心 5 min，准确移取 5.0 mL 乙腈，于 40℃ 氮吹至大约 1 mL，待净化。

准确称取奶酪、奶粉、乳清粉、炼乳、乳脂肪试样 2.0 g（精确至 0.01 g），加 0.5 g 氯化钠，5 mL 水，10.0 mL 乙腈，于 10000 r/min 匀浆提取 60 s，再以 4000 r/min 离心 5 min，准确移取 5.0 mL 乙腈，于 40℃ 氮吹至大约 1 mL，待净化。。

7.2 净化

7.2.1 C₁₈ 固相萃取净化

将 7.1 所得样品浓缩液倾入预先用 5 mL 乙腈预淋洗的 C₁₈ 固相萃取柱，用 4 mL 乙腈洗脱，收集洗脱液，于 40℃ 氮吹至近干，用 0.5 mL 正己烷涡流混合溶解残渣，待用。

7.2.2 氟罗里硅土固相萃取净化

将 7.2.1 所得洗脱液倾入预先用 5 mL 正己烷-乙酸乙酯预淋洗的氟罗里硅土固相萃取柱，用 5.0 mL 正己烷-乙酸乙酯洗脱，收集洗脱液，于 40℃ 氮吹至近干，用 0.5 mL 正己烷涡流混合溶解残渣，供气质联用仪测定。

7.3 测定

7.3.1 气相色谱-质谱参考条件

- 色谱柱：TR-5MS 石英毛细管柱，30 m×0.25 mm（内径）×0.25 μm，或性能相当者；
- 色谱柱温度：50℃ 20℃/min 200℃（1 min）5℃/min 280℃（10 min）；
- 进样口温度：250℃；
- 色谱-质谱接口温度：280℃；
- 电离方式：EI；
- 离子源温度：250℃；
- 灯丝电流：25 μA；
- 载气：氦气，纯度大于等于 99.999%，流速 1 mL/min；
- 进样方式：无分流，0.75 min 后打开分流阀；
- 进样量：1 μL；
- 测定方式：选择离子监测；
- 选择监测离子（m/z）：每种农药选择一个定量离子，3 个定性离子，每种农药的保留时间、定量离子、定性离子及定量离子与定性离子丰度比值见附录 B；
- 溶剂延迟：8.5 min。

7.3.2 色谱测定与确证

根据样液中待测物含量情况，选定浓度相近的标准工作溶液，标准工作溶液和待测样液中 2，6-二异丙基萘等 17 种农药的响应值均应在仪器检测的线性范围内。标准工作溶液与样液等体积参插进样测定。

标准溶液及样液均按 7.3.1 规定的条件进行测定，如果样液中与标准溶液相同的保留时间有峰出现，则对其进行确证。经确证被测物质色谱峰保留时间与标准物质相一致，并且在扣除背景后的样品谱图中，

所选择的离子均出现，同时所选择离子的丰度于标准物质相关离子的相对丰度一致，或相似度在允许偏差之内（见表1），被确证的样品可判定为阳性检出。

2, 6-二异丙基萘等17种农药标准物质的气相色谱-质谱总离子流图参见附录C中图C.1。

表1 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2, 6-二异丙基萘等17种农药残留量：

$$X = \frac{A \cdot C \cdot V \times 1000}{A_s \cdot M \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X——试样中2, 6-二异丙基萘等17种农药残留量，单位为毫克每千克，mg/kg；

A——样液中2, 6-二异丙基萘等17种农药的峰面积（或峰高）；

C——标准工作液中2, 6-二异丙基萘等17种农药的浓度，单位为微克每毫升，μg/mL；

V——样液最终定容体积，单位为毫升，mL；

A_s——标准工作液中2, 6-二异丙基萘等17种农药的峰面积（或峰高）；

M——最终样液所代表的试样质量，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

本方法拟除虫菊酯的定量限见附录D。

10.2 回收率

当添加水平为0.005 mg/kg、0.01 mg/kg、0.02 mg/kg、0.2 mg/kg时，17种农药在不同基质中的添加回收率参见附录D。

附 录 A
(资料性附录)

2, 6-二异丙基萘等 17 种拟除虫菊酯类农药种类表

表 A.1 2, 6-二异丙基萘等 17 种拟除虫菊酯类农药种类表

序号	农药名称	英文名称	CAS No.	化学分子式
1	2, 6-二异丙基萘	2, 6-diisopropylnaphtalene	24157-81-1	$C_{10}H_6(CH(CH_3)_2)_2$
2	七氟菊酯	Tefluthrin	79538-32-2	$C_{17}H_{14}ClF_7O_2$
3	生物丙烯菊酯	Bioallethrin	584-79-2	$C_{19}H_{26}O_3$
4	烯虫酯	Methoprene	40596-69-8	$C_{13}H_{34}O_3$
5	苄呋菊酯	Resmethrin	10453-86-8	$C_{22}H_{26}O_3$
6	联苯菊酯	Bifenthrin	82657-04-3	$C_{23}H_{22}ClF_3O_2$
7	甲氰菊酯	Fenpropathrin	64257-84-7	$C_{22}H_{23}NO_3$
8	氯氟氰菊酯	Cyhalothrin	68085-85-8	$C_{23}H_{19}ClF_3NO_3$
9	氟丙菊酯	Acrinathrin	101007-06-1	$C_{26}H_{21}F_6NO_5$
10	氯菊酯(I)	Permethrin(I)	52645-53-1	$C_{21}H_{20}Cl_2O_3$
	氯菊酯(II)	Permethrin(II)		
11	氟氯氰菊酯(I)	Cyfluthrin(I)	68359-37-5	$C_{22}H_{18}Cl_2FNO_3$
	氟氯氰菊酯(II)	Cyfluthrin(II)		
	氟氯氰菊酯(III)	Cyfluthrin(III)		
	氟氯氰菊酯(IV)	Cyfluthrin(IV)		
12	氯氰菊酯(I)	Cypermethrin(I)	52315-07-8	$C_{22}H_{19}Cl_2NO_3$
	氯氰菊酯(II)	Cypermethrin(II)		
	氯氰菊酯(III)	Cypermethrin(III)		
	氯氰菊酯(IV)	Cypermethrin(IV)		
13	氟氰戊菊酯(I)	Flucythrinate(I)	70124-77-5	$C_{26}H_{23}F_2NO_4$
	氟氰戊菊酯(II)	Flucythrinate(II)		
14	醚菊酯	Etofenprox	80844-07-1	$C_{23}H_{28}O_3$
15	氰戊菊酯(I)	Fenvalerate(I)	51630-58-1	$C_{25}H_{22}ClNO_3$
	氰戊菊酯(II)	Fenvalerate(II)		
16	氟胺氰菊酯(I)	tau-Fluvalinate(I)	102851-06-9	$C_{26}H_{22}ClF_3N_2O_3$
	氟胺氰菊酯(II)	tau-Fluvalinate(II)		
17	溴氰菊酯	Deltamethrin	52918-63-5	$C_{22}H_{19}Br_2NO_3$

附 录 B
(资料性附录)

苜味菊酯等 17 种拟除虫菊酯类农药定量和定性选择离子

表 B.1 苜味菊酯等 17 种拟除虫菊酯类农药定量和定性选择离子

峰顺 序号	农药名称	保留时间	特征碎片离子		
			定量	定性	丰度比
第一段		8.5-12.0			
1	2, 6-二异丙基萘	9.97	197	155、167、212	100 : 34 : 8 : 45
2	七氟菊酯	10.55	177	142、161、197	100 : 9 : 5 : 24
第二段		12.0-18.0			
3	生物丙烯菊酯	14.03	123	107、136、168	100 : 19 : 28 : 6
4	烯虫酯	14.22	73	111、153、191	100 : 32 : 19 : 14
第三段		18.0-21.2			
5	苜味菊酯	19.14	171	123、143、338	61 : 100 : 47 : 3
6	联苯菊酯	19.83	181	152、165、166	100 : 2 : 26 : 30
7	甲氰菊酯	20.33	265	97、181、349	38 : 100 : 96 : 6
第四段		21.2-22.5			
8	氯氟氰菊酯	21.74	181	197、208、449	100 : 34 : 8 : 45
9	氟酯菊酯	21.90	181	152、247、289	100 : 9 : 14 : 27
第五段		22.5-24.0			
10	氯菊酯(I)	23.42	183	163、184、255	100 : 18 : 14 : 2
11	氯菊酯(II)	23.67	183	163、184、255	100 : 25 : 16 : 2
第六段		24.0-26.2			
12	氟氯氰菊酯(I)	24.43	163	199、206、226	100 : 59 : 86 : 47
13	氟氯氰菊酯(II)	24.63	163	199、206、226	100 : 44 : 61 : 34
14	氟氯氰菊酯(III)	24.74	163	199、206、226	100 : 46 : 80 : 41
15	氟氯氰菊酯(IV)	24.84	163	199、206、226	100 : 41 : 54 : 33
16	氯氰菊酯(I)	25.12	163	91、152、165	100 : 30 : 16 : 67
17	氯氰菊酯(II)	25.36	163	91、152、165	100 : 39 : 26 : 58
18	氯氰菊酯(III)	25.46	163	91、152、165	100 : 26 : 14 : 66
19	氯氰菊酯(IV)	25.57	163	91、152、165	100 : 32 : 22 : 70
20	氟氰戊菊酯(I)	25.42	199	157、225、451	100 : 73 : 32 : 15
21	氟氰戊菊酯(II)	25.87	199	157、225、451	100 : 68 : 29 : 11
22	醚菊酯	25.85	163	135、183、376	100 : 14 : 4 : 3
第七段		26.2-28.2			
23	氰戊菊酯(I)	27.28	167	181、225、419	100 : 56 : 73 : 22
24	氰戊菊酯(II)	27.86	167	181、225、419	100 : 34 : 8 : 45
25	氟胺氰菊酯(I)	27.37	250	181、252、502	100 : 21 : 35 : 5
26	氟胺氰菊酯(II)	27.59	250	181、252、502	100 : 21 : 34 : 6
第八段		28.2-34.0			
27	溴氰菊酯	29.62	181	172、209、253	100 : 38 : 19 : 68

附录 C
(资料性附录)

苯呋菊酯等17种拟除虫菊酯类农药总离子流气相色谱-质谱图

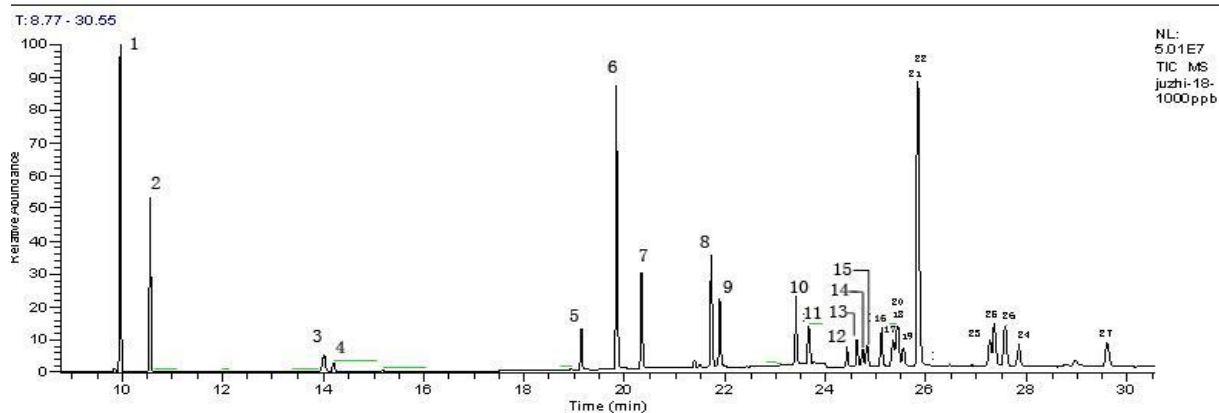


图 C.1 苯呋菊酯等 17 种拟除虫菊酯类农药总离子流气相色谱-质谱图

- | | |
|----------------|-----------------|
| 1——2, 6-二异丙基萘 | 2——七氟菊酯 |
| 3——生物丙烯菊酯 | 4——烯虫酯 |
| 5——苯呋菊酯 | 6——联苯菊酯 |
| 7——甲氰菊酯 | 8——氯氟氰菊酯 |
| 9——氟酯菊酯 | 10——氯菊酯 (I) |
| 11——氯菊酯 (II) | 12——氟氯氰菊酯 (I) |
| 13——氟氯氰菊酯 (II) | 14——氟氯氰菊酯 (III) |
| 15——氟氯氰菊酯 (IV) | 16——氯氰菊酯 (I) |
| 17——氯氰菊酯 (II) | 18——氯氰菊酯 (III) |
| 19——氯氰菊酯 (IV) | 20——氟氰戊菊酯 (I) |
| 21——氟氰戊菊酯 (II) | 22——醚菊酯 |
| 23——氰戊菊酯 (I) | 24——氰戊菊酯 (II) |
| 25——氟胺氰菊酯 (I) | 26——氟胺氰菊酯 (II) |
| 27——溴氰菊酯 | |

附 录 D
(资料性附录)
不同基质中17种农药的定量限和添加回收率

表D.1不同基质中17种农药的定量限和添加回收率

农药名称	样品种类	定量限 mg/kg	添加水平mg/kg	平均回收率范围 %
2,6-二异丙基萘	牛奶	0.005	0.005	82.3~108.1
			0.01	84.2~110.3
			0.2	85.3~109.4
	冰淇淋	0.005	0.005	73.5~98.2
			0.01	91.0~103.3
			0.2	84.6~112.3
	奶粉	0.005	0.005	78.5~106.3
			0.01	81.5~104.2
			0.2	93.2~110.0
	奶酪	0.005	0.005	80.1~101.5
			0.01	76.1~106.3
			0.2	94.5~103.2
七氯菊酯	牛奶	0.005	0.005	91.2~106.7
			0.01	84.2~113.2
			0.2	90.5~106.7
	冰淇淋	0.005	0.005	85.5~104.2
			0.01	90.5~113.4
			0.2	75.6~106.4
	奶粉	0.005	0.005	87.5~113.1
			0.01	79.3~105.4
			0.2	77.8~110.1
	奶酪	0.005	0.005	84.5~105.6
			0.01	86.6~105.4
			0.2	82.3~106.3
生物丙烯菊酯	牛奶	0.01	0.01	89.1~113.2
			0.02	81.3~113.6
			0.2	86.4~111.3

	冰淇淋	0.01	0.01	87.5~96.2	
			0.02	79.3~106.2	
			0.2	94.4~99.5	
	奶粉	0.01	0.01	67.5~96.1	
			0.02	89.3~95.6	
			0.2	76.2~106.2	
	奶酪	0.01	0.01	86.0~110.6	
			0.02	76.0~109.1	
			0.2	85.3~112.6	
			0.2	92.2~106.4	
	烯虫酯	牛奶	0.01	0.01	79.6~106.5
				0.02	80.6~103.2
0.2				89.3~100.9	
冰淇淋		0.01	0.01	66.0~91.2	
			0.02	89.0~103.4	
			0.2	81.2~97.6	
奶粉		0.01	0.01	72.0~108.2	
			0.02	82.5~98.6	
			0.2	85.3~99.3	
奶酪		0.01	0.01	85.5~105.4	
			0.02	84.2~112.3	
			0.2	83.1~102.3	
苯呋菊酯	牛奶	0.01	0.01	80~116.7	
			0.02	77.5~104.2	
			0.2	80.0~105.0	
	冰淇淋	0.01	0.01	89.0~109.3	
			0.02	87.0~98.2	
			0.2	94.7~120.2	
	奶粉	0.01	0.01	91.0~105.8	
			0.02	81.7~96.8	
			0.2	78.3~98.1	
	奶酪	0.01	0.01	78.5~89.5	

			0.02	90.2~103.5
			0.2	77.0~92.5
联苯菊酯	牛奶	0.005	0.005	73.5~106.2
			0.01	85.4~112.2
			0.2	79.2~103.8
	冰淇淋	0.005	0.005	89.0~92.1
			0.01	95.5~115.2
			0.2	82.5~105.3
	奶粉	0.005	0.005	85.4~105.3
			0.01	83.2~105.2
			0.2	90.2~112.1
	奶酪	0.005	0.005	87.5~105.6
			0.01	82.2~105.4
			0.2	85.4~98.0
甲氰菊酯	牛奶	0.01	0.01	86.5~98.5
			0.02	85.7~114.8
			0.2	85.4~100.8
	冰淇淋	0.01	0.01	85.0~104.3
			0.02	76.5~110.2
			0.2	82.1~106.4
	奶粉	0.01	0.01	85.0~116.2
			0.02	88.7~100.9
			0.2	88.5~104.2
	奶酪	0.01	0.01	73.0~113.5
			0.02	87.5~106.3
			0.2	86.0~114.3
氯氟氰菊酯	牛奶	0.01	0.01	90.5~110.4
			0.02	81.2~101.8
			0.2	91.0~106.7
	冰淇淋	0.01	0.01	88.5~99.1
			0.02	85.2~105.2
			0.2	85.1~110.6

	奶粉	0.01	0.01	75.0~94.1
			0.02	85.0~106.2
			0.2	86.1~105.2
	奶酪	0.01	0.01	90.0~110.8
			0.02	89.5~109.2
			0.2	78.9~106.0
氟丙菊酯	牛奶	0.01	0.01	73.5~110.0
			0.02	90.5~96.2
			0.2	84.0~89.2
	冰淇淋	0.01	0.01	68.5~90.0
			0.02	82.0~105.7
			0.2	92.5~110.8
	奶粉	0.01	0.01	75.5~106.1
			0.02	82.5~105.5
			0.2	85.0~105.3
	奶酪	0.01	0.01	90.8~110.1
			0.02	91.0~103.3
			0.2	82.5~106.4
氯菊酯 (I, II)	牛奶	0.01	0.01	78.5~91.2
			0.02	92.5~105
			0.2	84.0~97.3
	冰淇淋	0.01	0.01	73.0~93.7
			0.02	71.5~95.0
			0.2	89.5~102.3
	奶粉	0.01	0.01	80.5~110.8
			0.02	85.1~112.5
			0.2	95.7~109.0
	奶酪	0.01	0.01	89.5~111.5
			0.02	85.0~106.7
			0.2	86.1~95.4
氟氯氰菊酯 (I, II, III, IV)	牛奶	0.02	0.02	84.0~95.3
			0.04	85.4~95.7

			0.2	78.4~92.2	
	冰淇淋	0.02	0.02	84.8~115.2	
			0.04	86.3~112.8	
			0.2	86.1~105.3	
	奶粉	0.02	0.02	78.6~95.0	
			0.04	88.6~114.3	
			0.2	85.2~106.3	
	奶酪	0.02	0.02	87.5~112.3	
			0.04	85.0~98.5	
			0.2	83.0~92.3	
氯氰菊酯 (I, II, III, IV)	牛奶	0.02	0.02	76.5~94.7	
				0.04	76.2~102.1
				0.2	82.5~110.3
	冰淇淋	0.02	0.02	88.5~104.7	
				0.04	89.5~108.1
				0.2	85.0~118.2
	奶粉	0.02	0.02	85.5~103.5	
				0.04	85.2~110.4
				0.2	85.2~106.3
	奶酪	0.02	0.02	90.5~102.3	
				0.04	82.7~110.2
				0.2	75.0~88.6
氟氯戊菊酯 (I, II)	牛奶	0.01	0.01	90.7~112.4	
				0.02	87.0~98.1
				0.2	80.1~94.0
	冰淇淋	0.01	0.01	83.5~110.5	
				0.02	88.5~105.3
				0.2	83.7~110.8
	奶粉	0.01	0.01	75.5~89.4	
				0.02	82.5~98.3
				0.2	76.2~108.3
		奶酪	0.01	0.01	90.5~110.6

			0.02	85.2~102.3
			0.2	95.3~105.2
醚菊酯	牛奶	0.01	0.01	63.5~90.2
			0.02	93.1~98.0
			0.2	85.4~106.3
	冰淇淋	0.01	0.01	78.5~102.0
			0.02	71.6~100.5
			0.2	86.0~106.2
	奶粉	0.01	0.01	80.5~93.2
			0.02	96.0~118.1
			0.2	95.3~112.8
	奶酪	0.01	0.01	89.5~103.5
			0.02	91.5~94.2
			0.2	92.5~105.8
氰戊菊酯 (I, II)	牛奶	0.01	0.01	84.0~96.5
			0.02	88.7~100.8
			0.2	78.6~101.2
	冰淇淋	0.01	0.01	76.5~105.4
			0.02	86.5~95.3
			0.2	78.4~110.5
	奶粉	0.01	0.01	86.0~105.4
			0.02	82.5~103.2
			0.2	79.5~98.1
	奶酪	0.01	0.01	89.0~98.4
			0.02	88.5~110.5
			0.2	94.8~103.4
氟胺氰菊酯 (I, II)	牛奶	0.01	0.01	73.0~89.4
			0.02	79.7~105.2
			0.2	79.5~95.1
	冰淇淋	0.01	0.01	83.0~104.8
			0.02	78.5~89.6
			0.2	80.5~95.1

	奶粉	0.01	0.01	85.5~97.4
			0.02	81.2~106.8
			0.2	95.1~110.6
	奶酪	0.01	0.01	74.5~96.8
			0.02	90.2~109.3
			0.2	84.2~89.4
溴氰菊酯	牛奶	0.01	0.01	84.0~96.6
			0.02	95.0~110.3
			0.2	78.9~100.7
	冰淇淋	0.01	0.01	78.0~92.3
			0.02	71.5~90.1
			0.2	90.3~96.4
	奶粉	0.01	0.01	88.5~106.4
			0.02	90.5~106.4
			0.2	82.6~96.2
	奶酪	0.01	0.01	79.5~102.4
			0.02	90.5~120.5
			0.2	86.3~102.1

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