

ICS 点击此处添加 ICS 号

CCS 点击此处添加 CCS 号

T/GXAQ

广西质量协会团体标准

T/GXAQ XXXX—XXXX

白砂糖中 47 种农药残留量测定 液相色谱- 串联质谱法

Method for determination of 47 pesticide residues in white sugar by UPLC-MS/MS

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

广西质量协会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由广西壮族自治区药品检验研究院提出并宣贯。

本文件由广西质量协会归口。

本文件起草单位：广西壮族自治区药品检验研究院、中粮崇左糖业有限公司、中粮营养健康研究院有限公司、中国药科大学。

本文件主要起草人：

白砂糖中 47 种农药残留量测定 液相色谱-串联质谱法

警告：实验中所使用的溶剂和标准物质均为有毒有害化合物，其溶液配制应在通风柜中进行，操作时应按规定要求佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。

1 范围

本文件规定了白砂糖中47种农药残留量的制样和液相色谱-串联质谱测定方法。

本文件适用于白砂糖中乙草胺、甲草胺、莠灭净、阿特拉津、保棉磷、丁草胺、硫线磷、多菌灵、克百威、氯虫苯甲酰胺、异噁草酮、噻虫胺、氰草津、二嗪磷、乐果、呋虫胺、敌草隆、灭线磷、吡氟禾草灵、地虫硫磷、噻唑膦、氯吡啶磺隆、环啶酮、吡虫啉、水胺硫磷、甲基异硫磷、硝磺草酮、灭多威、异丙甲草胺、久效磷、氧乐果、甲拌磷、甲基硫环磷、辛硫磷、抗蚜威、丙环唑、苯嘧磺草胺、西玛津、甲磺草胺、虫酰肼、丁噻隆、噻虫嗪、甲基托布津、抗倒酯、氟苯虫酰胺、甲咪唑烟酸、杀螟丹共47种农药残留量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

农药残留 pesticide residue

农药使用后一定时期内没有被分解完全而残留于收获物的农药原体、有毒代谢物、降解物等的总称。

4 原理

样品粉碎后经1%乙酸乙腈溶液提取，同时加入内标溶液，提取液用氮气吹干，0.1%乙酸乙腈溶液-水（50:50）混合溶液复溶，液相色谱-串联质谱仪测定，内标标准曲线法定量。

5 试剂和材料

除另有规定外，所有试剂均为色谱纯，水符合GB/T 6682规定的一级水。

5.1 试剂

甲酸

甲酸铵

乙酸

甲醇
乙腈
丙酮

5.2 溶液配制

0.05%甲酸水溶液（含10 mmol/mL甲酸铵）：取甲酸0.5 mL，甲酸铵0.63 g，加水1000 mL使溶解。

0.05%甲酸甲醇溶液（含10 mmol/mL甲酸铵）：取甲酸0.5 mL，甲酸铵0.63 g，加甲醇1000 mL使溶解。

1%乙酸乙腈溶液：取乙酸10 mL，加乙腈稀释至1000 mL。

0.1%乙酸乙腈溶液-水（50:50）：取乙酸1 mL，加乙腈稀释至1000 mL，再加水1000 mL，混匀。

5.3 材料

0.22 μm尼龙滤膜。

离心管：15 mL、50 mL。

容量瓶：5 mL、10 mL。

5.4 标准品

5.4.1 农残标准品

乙草胺、甲草胺、莠灭净、阿特拉津、保棉磷、丁草胺、硫线磷、多菌灵、克百威、氯虫苯甲酰胺、异噁草酮、噻虫胺、氰草津、二嗪磷、乐果、呋虫胺、敌草隆、灭线磷、吡氟禾草灵、地虫硫磷、噻唑膦、氯吡嘧磺隆、环嗪酮、吡虫啉、水胺硫磷、甲基异硫磷、硝磺草酮、灭多威、异丙甲草胺、久效磷、氧乐果、甲拌磷、甲基硫环磷、辛硫磷、抗蚜威、丙环唑、苯嘧磺草胺、西玛津、甲磺草胺、虫酰肼、丁噻隆、噻虫嗪、甲基托布津、抗倒酯、氟苯虫酰胺、甲咪唑烟酸、杀螟丹，浓度均为0.1 mg/mL。或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.4.2 同位素内标标准品

氘代莠去津、氘代倍硫磷，浓度均为0.05 mg/mL。或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.5 标准溶液制备

5.5.1 混合标准物质储备液的制备

精密量取各单个标准物质溶液（0.1 mg/mL）各0.1 mL，置于同一10 mL容量瓶中，加入丙酮0.2 mL，用乙腈稀释至刻度，混匀。

5.5.2 内标溶液的制备

精密量取内标标准溶液0.5 mL，置于5 mL容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，混匀。

5.5.3 混合标准物质曲线溶液的制备

精密量取混合标准储备液0.02 mL、0.05 mL、0.1 mL、0.25 mL、0.5 mL、0.75 mL、1.0 mL分别置于10 mL容量瓶中，精密加入内标储备液0.1 mL，用0.1%乙酸乙腈溶液-水（50:50）混合溶液稀释至刻度，摇匀。浓度分别为2 ng/mL、5 ng/mL、10 ng/mL、25 ng/mL、50 ng/mL、75 ng/mL、100 ng/mL。

6 仪器和设备

超高效液相色谱-三重四级杆串联质谱仪：带电喷雾离子源，多反应检测（MRM）模式。

电子天平：感量为0.01 mg。

离心机：转速不低于6 000 r/min。

涡旋振荡器。

粉碎机。

移液器和枪头。

7 试样的制备

取适量空白或供试白砂糖，经粉碎机粉碎研磨。

- a) 取粉碎后的供试样品，作为供试试样；
- b) 取粉碎后的空白样品，作为空白试样。

8 分析步骤

8.1 提取

取白砂糖样品经粉碎机粉碎研磨成粉末，取约2 g，精密称定，置50 mL离心管中，分别精密加入内标溶液20 μ L和1%乙酸乙腈溶液10 mL，涡旋5 min，静置，取上清液经0.22 μ m滤膜滤过，弃去初滤液约3.5 mL，精密量取续滤液5 mL置15 mL离心管中，氮气吹至近干，用0.1%乙酸乙腈溶液-水（50:50）混合溶液定容至1 mL，涡旋3 min使溶解，以6000 r/min离心5 min，取上清液，作为试样溶液，供液相色谱-串联质谱仪测定。

8.2 基质匹配混合标准物质曲线溶液的制备

取空白样品除不加内标溶液外，其余按照“8.1”项下操作至“氮气吹至近干”，精密加入“5.5.3”项下各标准曲线溶液各1 mL，涡旋3 min使溶解，以6000 r/min离心5 min，取上清液，作为基质匹配混合标准物质曲线溶液，浓度分别为2 ng/mL、5 ng/mL、10 ng/mL、25 ng/mL、50 ng/mL、75 ng/mL、100 ng/mL。以测得特征离子色谱峰面积与内标（氘代莠去津）峰面积的比值为纵坐标，基质匹配混合标准溶液浓度为横坐标，绘制基质匹配标准曲线。求回归方程和相关系数。

8.3 测定

8.3.1 液相色谱参考条件

- a) 色谱柱：岛津 GIST-AQ UPLC C₁₈ 色谱柱 (2.1 mm×150 mm, 3.0 μ m)，或相当者；
- b) 流动相：A 为 0.05%甲酸水溶液(含 10 mmol/L 甲酸铵)，B 为 0.05%甲酸甲醇溶液(含 10 mmol/L 甲酸铵)，梯度洗脱条件见表 1；
- c) 流速：0.35 mL/min；
- d) 柱温：40 $^{\circ}$ C；
- e) 进样量：5 μ L。

表 1 液相色谱梯度洗脱条件

时间, min	A, %	B, %
0	70	30
1.00	60	40
10.00	20	80

时间, min	A, %	B, %
11.00	5	95
13.00	5	95
13.50	0	100
15.00	0	100
15.20	70	30
18.00	70	30

8.3.2 质谱参考分析条件

- f) 离子源：电喷雾（ESI）源；
- g) 扫描方式：磺草酮、甲磺草胺、氟苯虫酰胺为负离子模式；其余物质为正离子模式；
- h) 检测方式：分时间段的多反应监测（每一物质采集保留时间前后1分钟）；
- i) 雾化气流量：3 L/min；
- j) 加热器流量：10 L/min；
- k) 干燥器流量：10 L/min；
- l) 接口温度：300 °C；
- m) 脱溶剂温度：526 °C；
- n) DL管温度：250 °C；
- o) 加热块温度：400 °C。
- p) 化合物参考监测离子对、碰撞能量等参数见附录A。

8.3.3 测定法

8.3.3.1 定性测定

每种被测组分选择1个母离子，2个以上子离子，在相同实验条件下，样品中待测物质的保留时间，与基质匹配混合标准溶液的保留时间偏差在±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匹配混合标准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。基质匹配混合标准物质曲线溶液总离子流图见附录B。

表 2 使用液相色谱-串联质谱法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 %

8.3.3.2 定量测定

取试样溶液和基质匹配混合标准物质曲线溶液，作多点校准，内标标准曲线法定量。试样溶液中待测组分的响应值均应在测定方法的线性范围内。

8.4 空白实验

除不加试样外，均按上述测定步骤进行。

9 结果计算和表述

试样中农药的残留量按公式（1）计算。

$$X = \frac{c \times f}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X ——试样中农药残留量的数值，单位为微克每千克（ $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）；
 c ——根据各农药的标准曲线计算得到的供试品溶液中农药的浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g}/\text{L}$ ）；
 f ——供试品溶液的稀释倍数，单位为毫升（mL）；
 m ——供试品取样量，单位为克（g）。

10 检测方法灵敏度、准确度和精密度

10.1 灵敏度

本方法的检测限、定量限见附录C。

10.2 准确的

本方法的回收率见附录C。

10.3 精密度

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。

附录 A

(资料性)

化合物参考监测离子对、碰撞能量等参数

表 A.1 48 种农药的质谱参数

序号	农药	前体离子	产物离子	Q1 (V) 3	CE (V)	Q3 (V)
1	乙草胺(acetochlor)	270.10	148.20	-13.0	-19.0	-16.0
		270.10	133.20	-14.0	-33.0	-14.0
2	甲草胺(alachlor)	270.20	238.15	-13.0	-9.0	-12.0
		270.20	162.25	-13.0	-20.0	-18.0
3	莠灭净(ametryn)	228.20	186.10	-11.0	-18.0	-20.0
		228.20	96.20	-11.0	-24.0	-11.0
4	阿特拉津(atrazine)	216.30	174.20	-11.0	-17.0	-19.0
		216.30	104.10	-11.0	-27.0	-12.0
5	氘代莠去津(atrazine-d5) (内标)	221.15	179.20	-11.0	-18.0	-19.0
		221.15	101.20	-11.0	-25.0	-11.0
6	保棉磷(azinphos-methyl)	318.20	132.20	-12.0	-12.0	-14.0
		318.20	160.20	-12.0	-6.0	-19.0
7	丁草胺(butachlor)	312.20	238.20	-15.0	-12.0	-27.0
		312.20	162.20	-16.0	-21.0	-18.0
8	硫线磷(cadusafos)	271.10	159.10	-13.0	-13.0	-17.0
		271.10	97.10	-14.0	-36.0	-11.0
9	多菌灵(carbendazim)	192.10	160.10	-10.0	-18.0	-17.0
		192.10	132.20	-10.0	-29.0	-17.0
10	克百威(carbofuran)	222.30	123.20	-11.0	-19.0	-14.0
		222.30	165.20	-11.0	-12.0	-18.0
11	氯虫苯甲酰胺 (chlorantraniliprole)	484.00	453.00	-14.0	-13.0	-24.0
		484.00	286.00	-14.0	-16.0	-15.0
12	异噁草酮(clomazone)	240.10	125.10	-12.0	-19.0	-14.0
		240.10	99.00	-12.0	-45.0	-11.0
13	噻虫胺(clothianidin)	250.20	169.10	-12.0	-13.0	-19.0
		250.20	132.10	-12.0	-18.0	-14.0
14	氰草津(cyanazine)	241.10	214.10	-12.0	-16.0	-11.0
		241.10	214.20	-12.0	-17.0	-24.0
15	二嗪磷(diazinon)	305.30	169.20	-15.0	-20.0	-19.0
		305.30	277.10	-15.0	-14.0	-20.0
16	乐果(dimethoate)	230.20	199.00	-11.0	-8.0	-22.0
		230.20	125.10	-11.0	-19.0	-14.0
17	呋虫胺(dinotefuran)	203.30	129.20	-10.0	-12.0	-14.0
		203.30	157.20	-10.0	-8.0	-17.0
18	敌草隆(diuron)	233.10	72.10	-12.0	-21.0	-14.0

序号	农药	前体离子	产物离子	Q1 (V) 3	CE (V)	Q3 (V)
		233.10	160.00	-11.0	-22.0	-18.0
19	灭线磷(ethoprophos)	243.10	131.05	-12.0	-20.0	-14.0
		243.10	173.05	-12.0	-14.0	-19.0
20	吡氟禾草灵(fluzifop)	384.00	282.20	-19.0	-20.0	-21.0
		384.00	328.10	-19.0	-17.0	-17.0
21	地虫硫磷(fonofos)	247.20	109.20	-12.0	-19.0	-12.0
		247.20	137.05	-12.0	-11.0	-15.0
22	噻唑磷(fosthiazate)	284.10	104.20	-14.0	-20.0	-22.0
		284.10	228.10	-14.0	-10.0	-17.0
23	氯吡嘧磺隆 (halosulfuron-methyl)	435.10	182.15	-13.0	-18.0	-20.0
		435.10	83.15	-13.0	-53.0	-17.0
24	环嗪酮(hexazinone)	253.20	171.20	-13.0	-15.0	-19.0
		253.20	71.10	-13.0	-32.0	-14.0
25	吡虫啉(imidacloprid)	256.10	209.10	-13.0	-17.0	-23.0
		256.10	175.20	-13.0	-20.0	-20.0
26	水胺硫磷(isocarbophos)	273.10	231.10	-13.0	-10.0	-25.0
		273.10	121.10	-10.0	-26.0	-13.0
27	甲基异硫磷 (isofenphos-methyl)	332.10	231.10	-10.0	-15.0	-25.0
		332.10	273.10	-16.0	-6.0	-14.0
28	硝磺草酮(mesotrione)	338.20	291.30	12.0	12.0	13.0
		338.20	212.30	17.0	29.0	13.0
29	灭多威(methomyl)	163.10	88.20	-12.0	-9.0	-20.0
		163.10	106.20	-12.0	-11.0	-12.0
30	异丙甲草胺(metolachlor)	284.30	252.20	-14.0	-15.0	-13.0
		284.30	176.20	-14.0	-24.0	-19.0
31	久效磷(monocrotophos)	224.10	127.10	-11.0	-15.0	-14.0
		224.10	193.10	-11.0	-8.0	-21.0
32	氧乐果(omethoate)	213.90	183.10	-11.0	-10.0	-20.0
		213.90	155.10	-11.0	-15.0	-17.0
33	甲拌磷(phorate)	261.20	75.10	-10.0	-8.0	-16.0
		261.20	47.20	-10.0	-39.0	-19.0
34	甲基硫环磷 (phosfolan-methyl)	228.00	168.10	-11.0	-15.0	-18.0
		228.00	109.10	-11.0	-26.0	-12.0
35	辛硫磷(phoxim)	299.10	129.20	-15.0	-10.0	-14.0
		299.10	153.20	-15.0	-8.0	-17.0
36	抗蚜威(pirimicarb)	239.20	182.20	-12.0	-15.0	-20.0
		239.20	137.20	-12.0	-22.0	-15.0
37	丙环唑(propiconazole)	342.10	159.10	-10.0	-26.0	-17.0
		342.10	205.00	-17.0	-17.0	-15.0
38	苯嘧磺草胺(saflufenacil)	501.10	349.10	-26.0	-26.0	-18.0
		501.10	459.00	-24.0	-14.0	-24.0

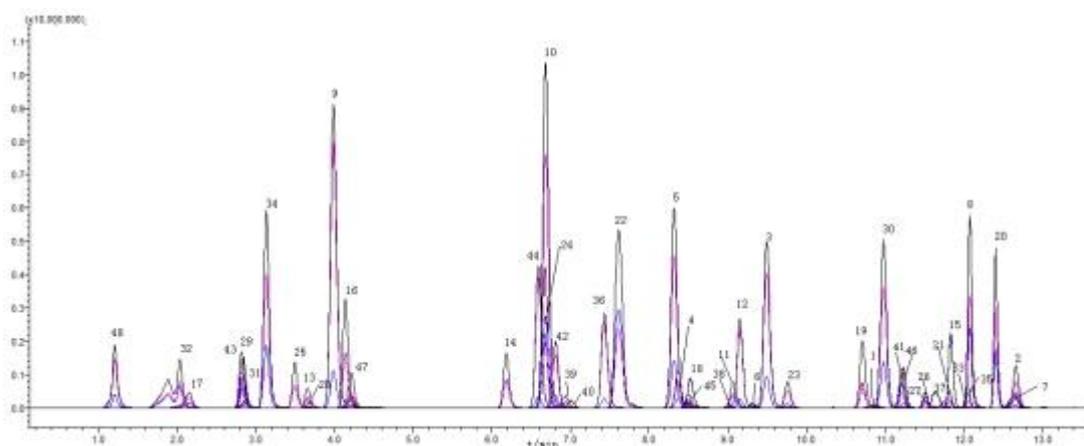
序号	农药	前体离子	产物离子	Q1 (V) 3	CE (V)	Q3 (V)
39	西玛津(simazine)	202.10	104.20	-10.0	-24.0	-12.0
		202.10	132.20	-10.0	-19.0	-14.0
40	甲磺草胺(sulfentrazone)	385.20	307.20	11.0	25.0	20.0
		385.20	199.20	11.0	35.0	23.0
41	虫酰肼(tebufenozide)	353.10	133.20	-18.0	-18.0	-14.0
		353.10	297.30	-18.0	8.0	-15.0
42	丁噻隆(tebuthiuron)	229.00	116.10	-12.0	-26.0	-13.0
		229.00	157.10	-12.0	-26.0	-17.0
43	噻虫嗪(thiamethoxam)	292.20	211.20	-11.0	-12.0	-11.0
		292.20	181.20	-11.0	-21.0	-20.0
44	甲基托布津 (thiophanate-methyl)	343.10	151.10	-10.0	-19.0	-17.0
		343.10	268.10	-10.0	-10.0	-14.0
45	抗倒酯(trinexapac-ethyl)	253.00	207.10	-13.0	-11.0	-11.0
		253.00	185.20	-13.0	-10.0	-21.0
46	氟苯虫酰胺(flubendiamide)	681.20	254.30	13.0	27.0	11.0
		681.20	274.30	13.0	17.0	11.0
47	甲咪唑烟酸(imazapic)	276.20	163.20	-14.0	-25.0	-18.0
		276.20	86.20	-14.0	-25.0	-10.0
48	杀螟丹(cartap hydrochloride)	237.95	73.20	-12.0	-26.0	-15.0
		238.15	150.10	-12.0	-14.0	-16.0

注：每一种农药的第一行为定量离子，第二行为定性离子。

附录 B

(资料性)

基质匹配混合标准物质曲线溶液总离子流图



附录 C

(资料性)

白砂糖中 47 种农药添加回收率及定量限

表 C.1 白砂糖中 47 种农药添加回收率及定量限 (n=6)

农药名称	添加水平 (μg/kg)	平均回收率 (%)	RSD%	定量限 (μg/kg)
乙草胺	10	101.71	5.09	5.00
	25	91.07	2.22	
	50	90.80	3.36	
丁草胺	10	96.02	2.87	6.67
	25	88.57	1.35	
	50	89.51	2.66	
莠灭净	10	99.78	4.20	0.83
	25	92.14	2.17	
	50	93.20	1.32	
阿特拉津	10	95.53	3.75	0.17
	25	91.56	1.15	
	50	91.65	2.60	
保棉磷	10	98.54	5.06	0.83
	25	91.63	3.07	
	50	90.96	1.45	
吡氟禾草灵	10	100.94	4.05	0.17
	25	91.99	2.09	
	50	92.27	1.45	
辛硫磷	10	93.94	5.02	1.67
	25	91.36	2.53	
	50	89.55	2.13	
多菌灵	10	98.92	5.50	0.05
	25	100.71	2.22	
	50	105.21	1.37	
克百威	10	99.27	4.40	0.05
	25	93.26	2.13	
	50	94.09	1.51	
氯虫苯甲酰胺	10	94.47	4.53	0.33
	25	86.23	0.92	
	50	87.44	2.96	
异噁草酮	10	100.90	4.03	0.33
	25	92.83	1.84	
	50	92.89	1.94	
噻虫胺	10	103.83	4.21	0.33

农药名称	添加水平 (μg/kg)	平均回收率 (%)	RSD%	定量限 (μg/kg)
	25	93.75	1.73	
	50	95.13	1.51	
氰草津	10	102.57	3.74	0.05
	25	93.18	1.67	
	50	93.62	1.51	
地虫硫磷	10	100.26	3.83	1.67
	25	92.87	2.26	
	50	91.40	3.16	
乐果	10	95.80	4.01	0.17
	25	86.45	3.48	
	50	88.11	4.62	
呋虫胺	10	99.07	4.58	0.23
	25	92.98	2.50	
	50	93.20	1.69	
敌草隆	10	99.30	3.91	1.67
	25	93.89	1.52	
	50	94.37	2.62	
灭线磷	10	94.37	5.32	1.67
	25	86.29	5.39	
	50	86.13	6.24	
硫线磷	10	97.00	3.63	0.17
	25	89.94	1.54	
	50	88.64	2.67	
噻啉磷	10	101.23	4.25	0.17
	25	92.20	2.29	
	50	93.62	1.75	
氯吡啶磺隆	10	98.86	4.35	1.67
	25	90.33	1.82	
	50	91.19	1.66	
环啉酮	10	97.44	4.99	0.05
	25	97.73	2.32	
	50	102.07	1.36	
吡虫啉	10	101.01	3.36	0.17
	25	94.11	2.02	
	50	94.91	1.67	
水胺硫磷	10	94.49	4.58	1.67
	25	88.94	2.61	
	50	90.26	1.91	
甲基异硫磷	10	92.40	5.73	0.83
	25	90.20	2.27	
	50	91.42	3.89	

农药名称	添加水平 (μg/kg)	平均回收率 (%)	RSD%	定量限 (μg/kg)
甲草胺	10	95.74	3.20	1.67
	25	87.51	2.78	
	50	88.40	2.82	
灭多威	10	98.76	4.13	0.17
	25	94.07	2.15	
	50	93.99	1.72	
异丙甲草胺	10	97.28	3.20	0.33
	25	89.65	1.13	
	50	89.58	1.90	
久效磷	10	94.46	5.21	0.83
	25	95.96	1.79	
	50	98.68	3.16	
氧乐果	10	95.34	3.19	0.33
	25	91.95	4.75	
	50	93.47	2.04	
二嗪磷	10	94.78	4.10	1.67
	25	85.94	1.45	
	50	85.86	2.28	
甲基硫环磷	10	101.23	4.30	0.17
	25	93.70	2.19	
	50	94.51	1.56	
甲拌磷	10	94.84	2.50	1.67
	25	92.62	3.02	
	50	89.72	2.26	
抗蚜威	10	100.13	4.24	1.67
	25	92.09	2.52	
	50	93.60	1.96	
丙环唑	10	100.35	3.62	6.67
	25	91.58	1.83	
	50	92.48	0.89	
苯嘧磺草胺	10	100.29	5.36	2.00
	25	91.11	2.79	
	50	91.41	2.14	
西玛津	10	100.28	4.26	0.83
	25	93.72	2.10	
	50	94.43	1.55	
硝磺草酮	10	99.76	5.49	0.83
	25	104.55	2.17	
	50	102.61	2.40	
虫酰肼	10	96.75	3.80	0.83
	25	86.29	1.84	

农药名称	添加水平 (μg/kg)	平均回收率 (%)	RSD%	定量限 (μg/kg)
	50	86.46	2.35	
丁噻隆	10	99.52	4.44	0.33
	25	93.55	1.60	
	50	94.10	1.57	
噻虫嗪	10	96.44	3.89	0.02
	25	97.68	1.87	
	50	98.91	2.05	
甲基托布津	10	91.14	5.12	0.33
	25	91.22	2.25	
	50	92.76	1.61	
抗倒酯	10	97.72	4.14	6.67
	25	94.36	2.78	
	50	94.95	2.11	
甲磺草胺	10	104.02	5.28	0.17
	25	99.28	2.50	
	50	97.48	2.30	
甲咪唑烟酸	10	90.52	4.07	0.33
	25	82.52	4.94	
	50	88.48	4.90	
杀螟丹	10	72.07	5.50	0.17
	25	65.98	4.09	
	50	65.17	6.01	
氟苯虫酰胺	10	99.89	5.10	0.05
	25	90.81	2.99	
	50	92.76	1.85	

附 录 D
(规范性)
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
$>$	14
