

中华人民共和国国家标准

GB 23200.54—2016

代替SN/T 2237—2008

食品安全国家标准  
食品中甲氧基丙烯酸酯类杀菌剂残留量的  
测定 气相色谱—质谱法

National food safety standards—

Determination of strobilurin fungicides 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 2237-2008《进出口食品中甲氧基丙烯酸酯类杀菌剂残留量检测方法 气相色谱—质谱法》。

本标准与SN/T 2237-2008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“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 2237-2008。

# 食品安全国家标准

## 食品中甲氧基丙烯酸酯类杀菌剂残留量的测定

### 气相色谱-质谱法

#### 1 范围

本标准规定了食品中 11 种甲氧基丙烯酸酯类杀菌剂残留量（见附录 A）的制样和测定方法。

本标准适用于苹果、梨、葡萄、甘蓝、黄瓜、蘑菇、橙汁、茶饮料、大米、板栗、牛肉、猪肉、鸡肉、鸡蛋和牛奶等食品中 11 种甲氧基丙烯酸酯类杀菌剂残留量的测定。包括啞菌酯、醚菌胺、啞螨酯、氟啞菌酯、醚菌酯、苯氧菌胺（Z、E 两种构型）、肟醚菌胺、啞氧菌酯、吡啞醚菌酯和肟菌酯，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

试样用有机溶剂超声提取，凝胶渗透色谱(GPC)系统净化，洗脱液浓缩并定容后，气相色谱质谱仪测定，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 甲苯（C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>）：色谱纯。

4.1.2 环己烷（C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>）：色谱纯。

4.1.3 乙酸乙酯（C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>）：分析纯。

4.1.4 乙腈（C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>N）：色谱纯。

4.1.5 甲醇（CH<sub>4</sub>O）：色谱纯。

4.1.6 三氯甲烷（CHCl<sub>3</sub>）：分析纯。

4.1.7 氯化钠（NaCl），分析纯。

4.1.8 无水硫酸钠（Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>），分析纯。用前在 650℃灼烧 4h，置于干燥器中冷却后备用。

##### 4.2 溶液配制

4.2.1 环己烷-乙酸乙酯（1+1，V/V）：取 100 mL 环己烷，加入 100 mL 乙酸乙酯，摇匀备用。

##### 4.3 标准品

4.3.1 甲氧基丙烯酸酯类杀菌剂标准物质：参见附录 A。

##### 4.4 标准溶液配制

4.4.1 标准储备液：准确称取杀菌剂标准品 50 mg（精确到 0.1 mg），用甲苯溶解、转移至 50 mL 棕色容量瓶中并定容至刻度。该溶液浓度为 1 mg/mL。-18℃以下避光保存，保存期为 12 个月。

4.4.2 标准中间液：吸取 1.00 mL 标准储备液，移入 100 mL 棕色容量瓶，用环己烷-乙酸乙酯定容，该溶液浓度为 10 μg/mL。0℃~4℃避光保存，保存期为 1 个月。

4.4.3 标准工作液：吸取一定量标准中间液，用环己烷-乙酸乙酯稀释至所需浓度，使用前配制。

#### 5 仪器和设备

5.1 气相色谱质谱联用仪（GC-MS），配有电子轰击离子源（EI 源）。

- 5.2 凝胶色谱净化系统(GPC)。
- 5.3 分析天平：感量 0.01 g 和 0.0001 g。
- 5.4 均质器：最大转速 20 000 r/min。
- 5.5 离心机：最大转速 5 000 r/min。
- 5.6 旋涡混匀器。
- 5.7 鸡心瓶：100 mL。
- 5.8 塑料离心管：50 mL。
- 5.9 氮吹仪。

## 6 试样制备与保存

### 6.1 试样制备

#### 6.1.1 水果和蔬菜类

抽取苹果、蘑菇、黄瓜等水果或蔬菜样品约 500 g，将其切碎后，用捣碎机将样品加工成浆状，混匀，均分成两份作为试样，分装入洁净的样品瓶内，密闭并标明标记。

#### 6.1.2 粮谷和坚果类

抽取大米等粮谷和板栗等坚果类样品约 500 g，将其用粉碎机粉碎并通过 2.0 mm 圆孔筛，混匀，均分成两份作为试样，分装入洁净的盛样袋内，密闭并标明标记。

#### 6.1.3 肉类及动物内脏

抽取牛肉、鸡肉、猪肉等样品约 500 g，切碎后，用捣碎机将样品加工成浆状，混匀，均分成两份作为试样，分装入洁净的样品瓶内，密闭并标明标记。

#### 6.1.4 蛋类

抽取蛋类样品约 500 g，去壳，用捣碎机将样品加工成浆状，混匀，均分成两份作为试样，分装入洁净的样品瓶内，密闭并标明标记。

#### 6.1.5 饮料和奶类

抽取饮料和奶类样品约 500 g，混匀，均分成两份作为试样，分装入洁净的样品瓶内，密闭并标明标记。

注：以上样品取样部位按 GB 2763 附录 A 执行。

### 6.2 试样保存

粮谷类、坚果类等试样于 0℃~4℃ 保存；新鲜水果、蔬菜类和肉、蛋、奶类和饮料等试样于 -18℃ 以下冷冻保存。

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 水果、蔬菜、饮料类样品

将制备好的试样在室温下解冻后，放置约 30 min。称取 15 g 混匀的试样（精确至 0.01 g）于 50 mL 塑料离心管中，加入 5g 氯化钠，旋涡混匀 1 min，加入 30 ml 环己烷-乙酸乙酯，再旋涡混匀 1 min，超声波提取 10 min，以 4 000 r/min 的转速离心 10 min。取上清液过填装有 5 g 无水硫酸钠的漏斗，分取 20 mL 滤液（相当于 10 g 样品）放入鸡心瓶中。40℃ 以下旋转浓缩至近干。

#### 7.1.2 粮谷类样品、坚果类样品

取出制备好的试样，在室温放置约 30 min。称取 15 g 混匀的试样（精确至 0.01 g）于 50 mL 塑料离心管中，加入 5g 氯化钠，再加入 30 ml 乙腈，旋涡混匀 1 min，超声提取 30 min，以 4 000 r/min 的转速离心 10 min。取上清液过填装有 2g 无水硫酸钠的漏斗，分取 20 ml 滤液（相当于 10 g 样品）放入鸡心瓶中。40℃ 以下旋转浓缩至近干。

#### 7.1.3 肉类和动物内脏

将制备好的试样在室温下解冻后，放置约 30 min。准确称取 15 g 混匀的试样（精确至 0.01 g）于 50 mL 塑料离心管中，加入 5 g 氯化钠旋涡混匀 1 min，静置 10 min，再加入 30 mL 乙腈，超声提取 30 min，以 4 000 r/min 的转速离心 10 min。取上清液过填装有 5g 无水硫酸钠的漏斗，分取 20 ml 滤液（相当于 10 g 样品）放入鸡心瓶中。40℃ 以下旋转浓缩至近干。

#### 7.1.4 蛋类、奶类样品

将制备好的试样在室温下解冻后，放置约 30 min。准确称取 10 g 混匀的试样（精确至 0.01 g）于 50 ml 塑料离心管中，加入 5 ml 甲醇、约 10 g 无水硫酸钠以及 20 ml 三氯甲烷，旋涡混匀 1min，振荡 20 min，以 4 000 r/min 的转速离心 10 min。用移液器吸取下层三氯甲烷相，过填有 5g 无水硫酸钠的漏斗，收集于鸡心中。再加入 20 ml 三氯甲烷重复上述步骤进行二次提取。用 20 ml 乙腈冲洗漏斗和无水硫酸钠若干次。合并滤液于鸡心瓶中，40℃ 以下水浴减压浓缩至近干。

## 7.2 净化

7.2.1 用 4 mL 环己烷-乙酸乙酯溶解鸡心瓶中残留物，转移至 GPC 进样瓶中，供 GPC 净化用。

7.2.2 GPC 条件：采用 bio beads( S-X3)凝胶净化柱，流动相为环己烷乙酸乙酯，流速 4 mL/min，检测波长 254 nm。进样体积为 2 mL。在第 15 min~20 min 时间段内收集洗脱液至鸡心瓶中，或根据淋洗曲线确定收集时间段。

7.2.3 浓缩：将鸡心瓶中收集的洗脱液在 40℃ 以下浓缩至近干。

7.2.4 溶解：用 1.0 mL 环己烷-乙酸乙酯溶解鸡心瓶内残留物，转移到 GC 进样瓶中，供 GC-MS 检测。

## 7.3 测定

### 7.3.1 气相色谱分析参考条件

- 色谱柱：HP-5 ms 石英毛细管柱，30 m×0.25 mm (i.d)，膜厚 0.25 μm，或相当者；
- 色谱柱温度程序：160℃ 保持 1 min，以 15℃/min 上升至 280℃，保持 4 min，以 10℃/min 上升至 300℃，保持 10 min。
- 载气程序流速：0.8 mL/min 保持 10 min，以 0.5 mL/min 上升至 1.5 mL/min，保持 12 min；
- 进样口温度：280℃。
- 质谱仪接口温度：280℃。
- 载气：高纯氦气，纯度≥99.999%。
- 进样方式：无分流进样，1.5 min 后开阀。
- 进样量：2.0 μL。
- GC-MS 接口温度：280℃。

### 7.3.2 质谱分析参考条件

- 电离方式：EI。
- 电离能量：70 eV。
- 四极杆温度：150℃。
- 离子源温度：230℃。
- 检测方式：选择离子模式(SIM)。
- 监测离子(m/z)：11 种杀菌剂的选择监测离子见表 1。
- 溶剂延迟：6 min。

表 1 11 种杀菌剂的保留时间、定性定量离子

序号	农药名称	参考保留时间 /min	定量离子 m/z	定性离子 1 m/z	定性离子 2 m/z	定性离子 3 m/z
1	啶氧菌酯	7.99	335.1	303.1	173.1	145.1
2	E-苯氧菌酯	8.17	238.1	191.1	167.1	284.1
3	醚菌酯	8.37	206.1	131.1	116.1	313.2
4	Z-苯氧菌酯	8.45	196	191	238	345.9
5	啉啉酯	8.89	189.1	204.1	426.2	352.1
6	肟菌酯	9.14	131.1	116.1	172.1	377.2
7	醚菌胺	9.88	295.2	16.1	237.2	未选
8	肟醚菌胺	10.23	205.2	132.1	221.1	116.1
9	吡唑醚菌酯	11.41	325.0	132.0	164.0	未选
10	氟啉菌酯	13.15	363.3	313.1	306.1	398.2

11	噻菌酯	14.90	344	372.1	388.1	403.2
----	-----	-------	-----	-------	-------	-------

### 7.3.3 定性测定

在上述气相色谱质谱分析条件下，11种杀菌剂的参考保留时间约为7.9 min-15 min（见表1）。标准品的选择离子监测GC-MS图参见附录A中图A.1。

样品溶液按照气相色谱质谱测定条件进行测定时，如果检出的色谱峰保留时间与标准溶液中某杀菌剂相一致，并且在扣除背景后的样品质谱图中，所有选择离子均出现，而且所选择的离子丰度与标准品的离子丰度比在允许误差范围内（见表2），则可以判断样品中存在这种杀菌剂。如果不能确证，应重新进样，以扫描方式（如果有足够的灵敏度）或采用增加其他确证离子的方式来进一步确证。

**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 %

### 7.3.4 定量测定

采用外标法定量测定。根据杀菌剂的含量情况，选取峰面积相近的标准工作溶液一起进行色谱质谱分析。标准工作溶液和待测样液中杀菌剂的响应值均应在检测的线性范围内。对标准工作溶液和待测样液等体积参插进样测定。

## 7.4 空白实验

除不称取试样外，均按上述步骤进行。

## 8 结果计算与表述

用气相色谱质谱仪工作站处理软件中的外标法，或按式(1)计算样品中各杀菌剂的含量：

$$X = \text{错误!未找到引用源。} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$X$ ——样品中杀菌剂的含量，单位为毫克每千克，mg/kg；

$A$ ——样液中杀菌剂的色谱峰面积；

$A_0$ ——空白实验中杀菌剂的色谱峰面积；

$A_s$ ——标准溶液中杀菌剂的色谱峰面积；

$C_s$ ——标准溶液中杀菌剂的浓度，单位为微克每毫升， $\mu\text{g} / \text{mL}$ ；

$V$ ——样液最终定容体积，单位为毫升(mL)；

$m$ ——最终样液所代表的样品量，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

本方法中，11种杀菌剂在不同基质中的定量限详见附录B。

### 10.2 回收率

本方法中，11种杀菌剂在各种食品基质中的回收率详见附录C。

## 附录 A

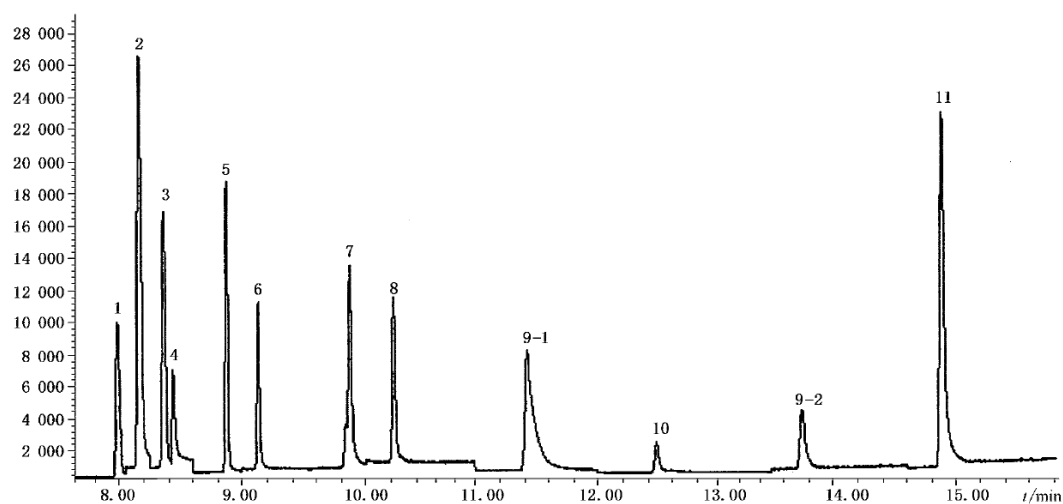
(资料性附录)

## 十一种甲氧基丙烯酸酯类杀菌剂分子式及 GC-MS 图

表 A.1 十一种甲氧基丙烯酸酯类杀菌剂的分子式、分子量和美国化学文摘登记号

序号	农药中文名称	农药英文名称	CAS 号	分子式	分子量	保留时间 min	监测离子丰度比 %
1	嘧菌酯	azoxystrobin	131860-33-8	$C_{22}H_{17}N_{13}O_5$	403.12	14.90	* 344, 372.1, 388.1, 403.2
2	醚菌胺	dimoxystrobin	149961-52-4	$C_{19}H_{22}N_2O_3$	326.16	9.88	* 295.2, 116.1, 237.2
3	嘧螨酯	fluacrypyrim	229977-93-9	$C_{20}H_{21}F_3N_2O_5$	426.14	8.89	* 189.1, 204.1, 426.2, 352.1
4	氟嘧菌酯	fluoxastrobin	361377-29-9	$C_{21}H_{16}ClFN_4O_5$	458.08	13.15	* 363.3, 313.1, 306.1, 398.2
5	醚菌酯	kresoxim-methyl	143390-89-0	$C_{18}H_{19}NO_4$	313.13	8.37	* 206.1, 131.1, 116.1, 313.2
6	Z-苯氧菌胺	Z-metominostrobin	133408-51-2	$C_{16}H_{16}N_2O_3$	284.12	8.45	* 196, 191, 238, 345.9
7	E-苯氧菌胺	E-metominostrobin	133408-50-1	$C_{16}H_{16}N_2O_3$	284.12	8.17	* 238.1, 191.1, 167.1, 284.1
8	肟醚菌胺	orysastrobin	248593-16-0	$C_{18}H_{25}N_5O_5$	405.2	10.23	* 205.2, 132.1, 221.1, 116.1
9	啶氧菌酯	picoxystrobin	248593-16-0	$C_{18}H_{25}N_5O_5$	367.1	7.99	* 335.1, 303.1, 175.1, 145.1
10	吡唑醚菌酯	pyraclostrobin	175013-18-0	$C_{19}H_{18}ClN_3O_4$	387.82	11.41	* 325.0, 182.0, 164.0
11	肟菌酯	trifloxystrobin	141517-21-7	$C_{20}H_{19}F_3N_2O_4$	408.13	9.14	* 131.1, 116.1, 172.1, 377.2

注：“\*”标记离子为定量离子



- |            |                            |
|------------|----------------------------|
| 1——啉氧菌酯；   | 7——醚菌胺；                    |
| 2——E-苯氧菌胺； | 8——肟醚菌胺；                   |
| 3——醚菌酯；    | 9-1——吡唑醚菌酯 <sup>1)</sup> ； |
| 4——Z-苯氧菌胺； | 10——氟啶菌酯；                  |
| 5——嘧啶酯；    | 9-2——吡唑醚菌酯；                |
| 6——肟菌酯；    | 11——嘧菌酯。                   |

图 A.1 十一种甲氧基丙烯酸酯类杀菌剂标准品的气相色谱—质谱总离子流图

1) 吡唑醚菌酯的 GC-MS 图出现双峰(9-1, 9-2), 不同浓度范围和不同色谱条件下, 两个峰的面积比例有所不同。测定吡唑醚菌酯时, 两个峰的选择离子丰度比可共同作为定性的依据, 并可根据实验条件下标准溶液出峰的实际情况选择一个峰进行定量。本标准在实验研究过程中选择第一个峰作为定量依据。



**附 录 B**  
**(资料性附录)**  
**样品的定量限的实验数据**

**表B.1 样品的定量限的实验数据**

基 质 名 称	农药的定量限 (mg/kg)										
	啉氧 菌酯	E-苯氧 菌胺	醚菌酯	Z-苯氧 菌胺	啞螨酯	肟菌酯	醚菌胺	肟醚菌 胺	吡 唑 醚 菌 酯	氟 啞 菌酯	啞菌酯
苹果	0.010	0.005	0.005	0.010	0.005	0.005	0.008	0.005	0.010	0.050	0.010
葡萄	0.010	0.005	0.005	0.010	0.005	0.005	0.008	0.005	0.010	0.005	0.010
梨	0.010	0.005	0.005	0.010	0.005	0.005	0.008	0.005	0.010	0.005	0.010
甘蓝	0.010	0.005	0.005	0.010	0.005	0.05	0.008	0.005	0.010	0.005	0.010
黄瓜	0.010	0.005	0.05	0.010	0.005	0.005	0.008	0.005	0.010	0.005	0.010
蘑菇	0.010	0.005	0.005	0.010	0.005	0.005	0.008	0.005	0.010	0.005	0.010
橙汁	0.010	0.005	0.005	0.010	0.005	0.005	0.008	0.005	0.010	0.005	0.010
绿 茶 饮料	0.010	0.005	0.005	0.010	0.005	0.005	0.008	0.005	0.010	0.005	0.010
板栗	0.010	0.005	0.005	0.010	0.005	0.005	0.008	0.005	0.010	0.005	0.010
发米	0.010	0.005	0.005	0.010	0.005	0.005	0.008	0.005	0.010	0.005	0.010
鸡肉	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005
猪肉	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005
牛肉	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005
鸡蛋	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005
牛奶	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005

**附 录 C**  
**(资料性附录)**  
**样品的添加浓度及回收率的实验数据**

**表 C.1 11 种杀菌剂在水果蔬菜基质中的回收率范围**

序号	农药名称	添加水平/(mg/kg)	回收率/%							
			梨	蘑菇	橙汁	绿茶饮料	苹果	葡萄	甘蓝	黄瓜
1	啶氧菌酯	0.01	87.56-104.17	72.70-94.70	80.39-87.01	82.69-109.77	73.15-101.85	78.31-111.62	80.46-109.08	80.92-112.15
		0.02	79.14-97.68	72.50-96.35	79.79-98.48	88.38-98.23	72.35-98.12	76.15-101.96	73.00-94.27	72.69-94.38
		0.06	71.87-100.88	86.77-104.29	70.96-99.62	83.26-99.05	82.31-104.28	74.65-102.28	76.25-100.06	78.65-95.97
2	E-苯氧菌胺	0.01	88.33-105.73	90.00-106.0	84.97-105.32	85.58-117.75	84.00-104.67	87.25-108.50	86.42-116.67	88.58-119.17
		0.02	87.97-107.02	83.33-104.83	88.25-107.36	85.25-106.46	83.33-96.75	84.25-106.33	81.88-109.67	85.83-110.42
		0.06	86.17-106.76	81.90-114.94	88.33-98.33	82.03-98.42	77.43-98.57	77.43-94.17	79.10-98.70	75.77-98.92
3	醚菌酯	0.01	83.44-108.73	81.02-96.84	88.62-96.35	81.23-111.92	78.69-99.38	78.69-107.08	81.08-111.69	80.77-104.23
		0.02	87.21-97.65	88.81-101.66	88.12-98.66	81.69-99.42	91.96-101.23	81.23-101.62	79.85-100.96	80.92-103.27
		0.06	88.83-102.75	78.57-104.52	87.89-101.66	83.83-103.12	78.49-96.54	78.49-92.88	79.88-102.55	79.88-102.08
4	Z-苯氧菌胺	0.02	96.25-106.21	93.60-99.60	93.67-99.60	85.42-108.75	88.67-96.46	84.17-102.33	85.50-107.33	83.54-105.67
		0.05	76.43-96.03	76.36-91.97	76.36-95.95	88.44-98.63	76.42-92.04	79.21-104.79	88.54-105.69	84.15-95.35
		0.1	85.69-101.48	79.17-106.52	84.69-100.30	88.30-96.17	79.17-98.23	79.30-87.73	71.17-86.87	71.17-86.87
5	嘧啶酯	0.01	93.50-108.14	84.56-106.47	84.56-116.47	80.10-118.40	85.60-106.20	76.20-95.60	80.70-113.60	82.70-115.60
		0.02	89.14-100.20	88.50-105.40	91.85-103.25	80.30-98.40	85.35-104.80	77.25-93.85	77.45-96.20	72.20-96.00
		0.05	95.85-102.10	81.23-112.43	96.60-102.90	88.08-103.98	81.22-98.02	81.22-98.02	83.98-99.02	80.08-99.98
6	肟菌酯	0.01	88.13-115.00	99.45-112.85	93.81-112.85	70.82-114.36	99.45-112.85	68.64-113.18	73.27-117.73	70.82-113.55
		0.02	95.89-119.76	90.16-104.27	97.05-120.88	87.09-101.82	87.95-106.27	84.23-104.09	84.09-102.18	79.32-101.82
		0.05	94.99-108.12	74.36-95.76	93.80-106.76	82.24-105.00	74.27-92.15	83.05-90.64	74.27-90.16	74.47-100.42
7	醚菌胺	0.02	91.12-115.60	81.20-102.08	81.20-102.08	83.88-109.24	81.41-102.00	84.24-99.06	83.53-110.82	83.88-109.24
		0.04	95.89-119.76	97.78-101.28	95.94-103.13	89.85-103.53	91.88-101.32	84.50-100.71	81.56-101.62	83.97-103.09
		0.08	94.33-102.12	85.21-105.47	94.00-101.76	83.12-100.76	90.76-105.52	85.28-95.08	86.35-97.44	83.94-98.14
8	肟醚菌胺	0.01	91.22-101.44	80.20-97.36	80.20-97.36	72.50-111.60	80.40-97.60	70.20-91.50	77.20-117.00	77.50-110.70
		0.02	96.03-103.21	86.05-95.65	90.10-97.00	80.80-97.65	76.80-95.50	76.80-95.70	73.50-99.20	72.85-97.65
		0.05	91.22-106.87	73.95-99.46	90.90-106.50	84.42-97.08	73.52-99.56	77.86-96.82	75.68-97.81	77.08-96.82
9	吡唑醚菌酯	0.02	90.17-105.70	91.40-108.40	91.40-103.20	82.14-110.50	81.48-99.22	81.48-17.08	83.52-111.00	83.40-110.10
		0.05	90.09-96.98	86.20-105.14	84.40-103.98	83.37-96.02	80.35-102.30	80.35-98.35	86.29-98.08	77.77-98.23
		0.1	88.09-104.14	84.08-89.16	94.33-103.78	82.02-97.09	89.46-105.09	85.46-97.09	81.86-101.09	80.10-101.09
10	氟嘧菌酯	0.05	88.68-111.16	81.46-99.36	81.46-99.36	76.89-105.56	91.78-110.18	92.09-105.11	83.51-106.67	81.33-110.00
		0.1	78.51-103.54	96.03-102.33	97.83-101.74	92.02-104.16	84.87-99.96	84.44-97.93	75.73-98.30	79.96-98.58

		0.25	82.71-100.19	85.55-106.39	96.10-104.73	93.80-102.60	84.40-92.71	83.94-96.04	84.83-97.16	84.92-97.16
11	啉菌酯	0.02	91.76-109.35	99.45-103.29	89.66-99.45	77.69-98.27	73.58-98.31	77.42-94.46	77.77-98.38	77.69-98.08
		0.05	93.39-104.13	90.70-101.42	93.79-104.57	85.90-99.12	80.97-101.50	86.81-98.81	87.53-101.22	77.27-98.65
		0.1	91.36-102.97	77.13-89.06	90.39-101.88	79.02-95.49	77.12-94.69	80.05-92.60	80.00-102.09	78.63-102.33

表 C.2 11 种杀菌剂在肉类机制中的回收率范围

序号	农药名称	添加水平 (mg/kg)	回收率/%		
			鸡肉	猪肉	牛肉
1	啶氧菌酯	0.005	64.80~90.32	85.28~96.40	108.88~115.44
		0.01	99.88~105.76	73.16~91.88	98.96~118.56
		0.02	89.28~102.34	73.74~82.34	103.48~112.38
		0.04	73.58~82.27	74.44~81.99	77.92~102.33
2	E-苯氧菌胺	0.005	71.76~100.08	98.80~107.20	109.28~118.88
		0.01	90.96~97.60	82.84~100.20	100.04~118.92
		0.02	81.54~88.76	76.94~86.50	98.02~113.20
		0.04	76.83~86.41	74.11~85.16	82.61~109.43
3	醚菌酯	0.005	68.08~94.00	87.44~99.92	107.60~119.44
		0.01	94.40~102.28	73.76~89.60	98.48~117.72
		0.02	86.06~97.46	72.14~90.42	103.24~111.56
		0.04	70.17~84.29	71.66~100.13	77.07~100.81
4	Z-苯氧菌胺	0.005	105.44~118.96	107.36~112.00	112.08~118.40
		0.01	108.60~112.56	93.32~101.52	101.20~114.08
		0.02	103.92~115.36	85.90~97.32	106.38~109.76
		0.04	77.40~86.55	83.33~90.05	89.83~116.25
5	嘧啶酯	0.005	71.28~92.96	88.64~104.80	106.96~119.36
		0.01	100.60~106.80	76.16~94.08	100.08~117.56
		0.02	91.52~105.72	74.82~83.32	105.20~112.86
		0.04	77.12~87.82	78.90~86.89	78.50~102.53
6	肟菌酯	0.005	79.12~120.96	97.68~111.52	106.32~118.24
		0.01	102.24~115.32	86.76~102.64	99.96~118.28
		0.02	94.92~107.66	78.14~88.24	110.10~117.84
		0.04	76.53~87.22	81.06~86.54	82.23~104.94
7	醚菌胺	0.005	81.28~107.60	103.04~109.28	109.28~118.08
		0.01	108.60~113.92	87.12~105.56	103.40~118.48
		0.02	106.72~117.70	80.44~89.66	107.78~119.16
		0.04	71.37~91.54	83.21~89.87	84.08~107.31
8	肟醚菌胺	0.005	80.08~104.32	95.52~109.20	109.84~119.92
		0.01	93.84~109.44	81.72~93.08	100.48~119.32
		0.02	82.26~94.54	84.28~97.88	105.64~111.08
		0.04	75.22~86.66	85.45~90.90	86.89~112.21
9	吡唑醚菌酯	0.005	69.92~110.64	64.88~85.36	105.76~118.88
		0.01	95.48~110.00	69.48~76.32	104.92~118.12
		0.02	85.32~99.06	70.34~79.70	111.30~115.50
		0.04	70.65~90.59	71.59~81.05	104.07~114.93

序号	农药名称	添加水平 1/ (mg/kg)	回收率/%		
			鸡肉	猪肉	牛肉
10	氟啶菌酯	0.005	67.68~75.51	75.84~96.32	84.96~113.36
		0.01	89.28~102.34	86.40~107.52	77.32~112.40
		0.02	81.54~88.76	91.54~109.92	90.96~111.88
		0.04	86.06~97.46	92.03~103.27	96.10~111.82
11	啞菌酯	0.005	82.64~111.20	89.36~104.40	97.20~115.36
		0.01	95.08~104.64	82.20~99.36	107.68~119.16
		0.02	84.82~92.10	77.76~86.32	106.60~112.72
		0.04	67.68~75.51	77.47~88.88	79.99~98.13

表 C.3 11 种杀菌剂在粮谷、坚果和蛋奶类基质中的回收率范围

序号	农药名称	添加水平/ (mg/kg)	回收率/%		添加水平/ (mg/kg)	回收率/%	
			板栗	大米		鸡蛋	牛奶
1	啶氧菌酯	0.01	72.00~85.00	87.00~113.70	0.005	70.48~87.04	79.04~89.60
		0.05	76.80~88.20	85.80~107.18	0.01	73.16~79.96	97.20~103.56
		0.1	89.50~106.00	82.13~123.51	0.02	70.86~83.46	97.10~105.32
2	E-苯氧菌胺	0.01	75.00~93.00	86.00~113.58	0.005	63.60~74.96	73.04~91.04
		0.05	78.40~89.40	85.28~111.06	0.01	69.00~76.56	89.88~103.08
		0.1	91.20~101.20	91.98~117.03	0.02	78.62~94.60	100.18~105.4
3	醚菌酯	0.01	74.00~85.00	89.53~113.16	0.005	63.76~76.24	76.00~88.56
		0.05	78.80~92.60	90.60~110.80	0.01	67.32~72.84	86.16~101.84
		0.1	94.30~112.00	77.30~118.77	0.02	61.12~77.90	97.86~108.48
4	Z-苯氧菌胺	0.01	74.00~94.00	85.00~117.95	0.005	64.72~76.32	67.36~88.80
		0.05	79.60~95.40	86.78~113.37	0.01	69.12~79.24	80.80~99.80
		0.1	94.20~104.30	92.71~109.51	0.02	72.28~92.54	100.94~105.86
5	啞螨酯	0.01	74.00~93.00	88.64~105.13	0.005	62.16~77.04	84.08~92.80
		0.05	81.20~91.60	93.00~108.63	0.01	69.52~79.76	96.08~105.88
		0.1	97.00~109.40	91.99~118.83	0.02	68.14~75.60	92.34~100.02
6	肟菌酯	0.01	73.00~91.00	81.91~111.90	0.005	63.12~78.16	69.20~79.20
		0.05	78.60~90.40	89.80~108.08	0.01	65.00~76.48	84.08~99.84
		0.1	96.20~108.40	92.85~114.78	0.02	67.64~73.36	82.96~90.52
7	醚菌胺	0.01	72.00~88.00	81.52~122.67	0.005	60.96~75.68	71.28~85.84
		0.05	81.40~94.40	93.60~103.75	0.01	68.20~77.88	84.56~96.12
		0.1	91.90~103.00	92.19~111.42	0.02	67.00~82.68	81.60~105.90
8	肟醚菌胺	0.01	72.00~90.00	85.71~121.62	0.005	74.32~88.00	83.44~103.92
		0.05	79.40~94.40	84.60~111.78	0.01	72.04~79.96	68.68~90.48
		0.1	93.70~105.00	88.83~109.09	0.02	76.00~89.40	60.34~65.16
9	吡唑醚菌酯	0.01	72.00~86.00	84.00~107.89	0.005	75.04~86.40	71.28~87.04
		0.05	74.80~83.40	77.40~106.99	0.01	71.72~79.52	73.36~78.16
		0.1	85.80~103.50	91.56~115.38	0.02	62.36~94.62	98.48~105.50
10	氟啞菌酯	0.01	72.00~91.00	87.36~110.53	0.005	74.74~87.80	83.42~102.23
		0.05	78.40~86.20	78.60~111.20	0.01	72.45~89.07	69.55~91.11
		0.1	89.20~103.40	93.49~108.86	0.02	66.10~89.72	65.30~69.69
11	啞菌酯	0.01	74.00~88.00	90.48~110.81	0.005	67.44~79.12	72.56~80.00
		0.05	78.40~94.80	91.26~110.33	0.01	65.16~72.32	68.12~75.08
		0.1	96.70~110.20	92.31~113.77	0.02	67.02~72.50	60.46~67.80

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