

**《土壤和沉积物 有机磷、菊酯类等 49 种农
药的测定 气相色谱-质谱法》**

（征求意见稿）

编制说明

《土壤和沉积物 有机磷、菊酯类等 49 种农药的测定

气相色谱-质谱法》编制组

二〇一五年十月

项目名称：土壤和沉积物 有机磷、菊酯类等49种农药的测定 气相色谱-质谱法

项目统一编号：1055

主要起草单位：浙江省环境监测中心、环境保护部环境标准研究所

编制组主要成员：叶伟红 刘劲松 庞晓露 孙晓慧 王成 王静 潘荷芳

刘铮铮 钟光剑 许行义 邹巧莉

标准所技术管理负责人：李敏 王海燕

标准处项目管理负责人： 张朔

目 录

1 项目背景.....	1
1.1 任务来源.....	1
1.2 工作过程.....	1
2 标准制修订的必要性分析.....	2
2.1 理化性质及环境危害.....	2
2.2 相关环保标准和环境工作的需要	3
2.3 现行环境监测分析方法标准的实施情况和存在问题	5
3 国内外相关分析方法研究.....	5
3.1 国外相关分析方法研究	5
3.2 国内相关分析方法研究	5
3.3 发展趋势及本方法参照的标准	7
4 标准制修订的基本原则和技术路线.....	7
4.1 标准制修订基本原则	7
4.2 标准制修订的技术路线	7
5 方法研究报告.....	8
5.1 方法研究的目的.....	8
5.2 方法原理.....	8
5.3 目标化合物确定.....	8
5.4 试剂和材料.....	9
5.5 仪器和设备.....	9
5.6 样品.....	9
5.7 分析步骤.....	10
5.8 结果计算与表示.....	19
5.9 质量保证和质量控制.....	20
5.10 废物处理.....	20
6 方法验证.....	20
6.1 方法验证方案.....	20
6.2 方法验证过程.....	21
6.3 方法验证结论.....	21
7 与开题报告的差异说明.....	21
8 参考文献.....	21
附件一：方法验证报告.....	24

1 项目背景

1.1 任务来源

为促进我国有效开展土壤和沉积物中有机磷、菊酯类和杂环类杀虫剂的监测分析，根据环保部《关于开展 2009 年度国家环境保护标准制修订项目工作的通知》（环办函【2009】221 号），环保部下达了国家环境保护标准《土壤、沉积物 杀虫剂 气相色谱法、气相色谱-质谱法或高效液相色谱法》的制修订工作，项目统一编号为 1055，项目承担单位为浙江省环境监测中心、环境保护部环境保护标准研究所。

1.2 工作过程

（1）成立标准编制小组

2009 年 6 月，接到编制《土壤、沉积物 杀虫剂 气相色谱法、气相色谱-质谱法或高效液相色谱法》的任务后，立即成立了标准编制小组，成员包括有多年杀虫剂分析工作经验的同志和目前从事该项目分析工作的同志。

（2）查询国内外相关标准和文献资料

搜集了国内外相关标准及类似方法的国内外进展情况以及我国农药生产使用情况。根据调查结果，标准编制组拟确定本标准的杀虫剂种类为有机磷农药、菊酯类农药以及杂环类农药。

（3）组织专家论证，确定标准修订技术路线，修订原则

2011 年 11 月 17 日，环保部环境标准研究所在北京组织召开该标准的开题论证会，编制组在论证会上明确了本标准修订的技术路线、原则及内容。按会专家意见将原来的 1 个标准拆分成《土壤 沉积物 氨基甲酸酯类农药的测定 液相色谱-串联质谱法》、《土壤 沉积物 氨基甲酸酯类农药的测定 柱后衍生液相色谱法》、《土壤 沉积物 有机磷农药和菊酯类农药的测定 气相色谱-质谱法》3 个标准。并按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ/T168）和《国家环境污染物监测方法标准制修订工作暂行要求》（环科函〔2009〕10 号）的要求开展实验、验证和标准草案的编制工作。

（4）研究建立标准方法，进行标准方法论证试验

标准编制组按照计划任务书的要求，结合开题论证意见以及其它制定标准的要求，研究建立标准方法的实验方案，并进行方法前处理条件的选择、仪器条件的确定和方法精密度、准确度及检出限的测定等试验。

（5）方法验证工作

方法的验证工作开始于 2012 年，组织了 6 家单位开展了方法验证工作，编写完成了《土壤 沉积物 有机磷农药和菊酯类农药的测定 气相色谱-质谱法》验证汇总报告。

（6）编写标准征求意见稿和编制说明

2012 年 12 月，编写《土壤 沉积物 有机磷农药和菊酯类农药的测定 气相色谱-质谱法》标准文本的征求意见稿及《土壤 沉积物 有机磷农药和菊酯类农药的测定 气相色谱-质谱法》的编制说明征求意见稿。

（7）编制说明及标准文本专家研讨会

2015 年 5 月 14 日，环保部环境标准研究所组织专家在杭州组织召开该标准编制说明及标准文本专家评审会。会上专家建议将开题论证时的标准名称由《土壤 沉积物 有机磷农药和菊酯类农药的测定 气相色谱-质谱法》更改为《土壤和沉积物 有机磷、菊酯类等 49 种农药的测定 气相色谱-质谱法》。

会后，根据专家意见修改后，形成《土壤和沉积物 有机磷、菊酯类等 49 种农药的测定 气相色谱-质谱法》（征求意见稿），及编制说明。

2 标准制修订的必要性分析

2.1 理化性质及环境危害

本标准目标物的理化性质详见表 2.1。

1) 有机磷杀虫剂。有机磷农药是现有农药中品种最多的一类，约有 100 多种，多数是杀虫剂（如敌百虫、敌敌畏），少数是杀菌剂（如稻瘟净、异稻瘟净、克瘟散）、除莠剂（如地散磷、草特磷）和杀线虫剂（如除线特、线虫磷、治线磷、除线磷）。其中有些农药亲体及其在自然环境中的降解产物，残留在环境中或作物上可造成农药污染。有机磷农药是急性中毒类农药，如对硫磷和内吸磷等都是剧毒品，对人体毒性主要是抑制胆碱酯酶活性，使酶活性中心丝氨酸的羟基被氨基甲酰化，因而失去酶对乙酰胆碱的水解能力。并且，一般有机磷农药及其降解产物都有特殊臭味。部分有机磷农药易溶于水，如敌百虫、磷胺、甲胺磷、乙酰甲胺磷等。有机磷农药一般在自然环境中会迅速降解。在土壤中的降解会随土壤含水量、温度和 pH 值的增高而加快。在水体中的降解会随水的温度、pH 值的增高，以及微生物数量、光照等的增加而加快。因此有机磷农药大多数品种不像有机氯农药那样稳定，它们在土中的残留时间仅数天或数周。

2) 拟除虫菊酯类杀虫剂，拟除虫菊酯类农药是模拟天然除虫菊素由人工合成的一类杀虫剂，由于其杀虫谱广，效果好、低残留，无蓄积作用等优点，近 30 年来应用日益普遍。拟除虫菊酯类农药主要有：醚菊酯、苄氯菊酯、溴氰菊酯、氯氰菊酯、高效氯氰菊酯、顺式氯氰菊酯，杀灭菊酯、氰戊菊酯，戊酸氰醚酯，氟氰菊酯、氟菊酯，氟戊酸氰酯，百树菊酯、氟氯菊酯，戊菊酯、甲氰菊酯、氯氟菊酯、呋喃菊酯、苄呋菊酯、右旋丙烯菊。本类农药多不溶于水或难溶于水，可溶于多种有机溶剂，对光热和酸稳定，遇碱(pH>8)时易分解。拟除虫菊酯类农药的中毒机理，目前尚未完全阐明。

3) 杂环类，杂环化合物已是新农药发展的主流，近十年来在世界农药专利中，大约有 90%是关于杂环化合物的。新型杂环化学杀虫剂的迅速发展将成为继有机磷、氨基甲酸酯和拟除虫菊酯类杀虫剂之后的第四大类杀虫剂。新类型有吡啶类、吡咯类、嘧啶类、吡唑类、三唑类、酰肼类、烟碱类等杂环化合物，它们结构各异，作用机理、杀虫谱也不尽相同。常见的有粉锈宁、锐劲特、吡虫啉、灭幼脲等。

表 2.1 目标物理化性质列表

编号	化合物	分子式	溶解度 (mg/L)	熔点(℃)	沸点(℃) 0.01 mmHg	毒性数据LD ₅₀ (mg/kg)
1	反式丙烯菊酯	C ₁₉ H ₂₆ O ₃	不溶于水	/	140	2150
2	联苯菊酯	C ₂₃ H ₂₂ ClF ₃ O ₂	不溶于水	51—66	151	54.5
3	胺菊酯	C ₁₉ H ₂₅ NO ₄	4.6	60—80	185—190	5000
4	甲氰菊酯	C ₂₂ H ₂₃ NO ₃	14.1×10 ⁻³	45—50	/	70.6
5	除虫菊酯	C ₄₃ H ₅₆ O ₈	几乎不溶	/	/	2370
6	氯菊酯	C ₂₁ H ₂₀ Cl ₂ O ₃	0.2	34—35	200	430-4000
7	顺式氯氟菊酯	C ₂₃ H ₁₉ ClF ₃ NO ₃	5	49.2	/	79
8	氯氰菊酯	C ₂₂ H ₁₉ Cl ₂ NO ₃	溶解度极低	60—80	/	250-4150
9	氰戊菊酯	C ₂₅ H ₂₂ ClNO ₃	<10×10 ⁻³	/	/	451
10	溴氰菊酯	C ₂₂ H ₁₉ Br ₂ NO ₃	<2×10 ⁻⁴	100—102	/	135->5000
11	敌敌畏	C ₄ H ₇ Cl ₂ O ₄ P	8×10 ³	/	234.1	50
12	速灭磷	C ₇ H ₁₃ O ₆ P	与水相混溶	6.9—21	99—103	3-12

13	内吸磷	C ₁₈ H ₁₉ O ₃ PS ₂	/	/	/	急性经口:1.7mg/kg
14	虫线磷	C ₈ H ₁₃ N ₂ O ₃ PS	1.14×10 ³	/	/	急性口服 LD ₅₀ 3.5mg/kg
15	灭克磷	C ₈ H ₁₉ O ₂ PS ₂	700	/	86—91	62
16	甲拌磷	C ₇ H ₁₇ O ₂ PS ₃	50	<—15	118—120	3.7
17	治螟磷	C ₈ H ₂₀ O ₃ P ₂ S ₂	10	/	136—139	10
18	二嗪农	C ₁₂ H ₂₁ N ₂ O ₃ PS	60	/	83—84	1250
19	乙拌磷	C ₈ H ₁₉ O ₂ PS ₃	12	<—25	128	2-12
20	乐果	C ₅ H ₁₂ NO ₃ PS ₂	23.3	49.0	117	387
21	皮蝇磷	C ₈ H ₈ Cl ₃ O ₃ PS	44	40-42	97	1740
22	毒死蜱	C ₉ H ₁₁ Cl ₃ NO ₃ PS	1.4	42—43.5	/	135-163
23	甲基对硫磷	C ₈ H ₁₀ NO ₃ PS	55	35—36	154	3
24	毒壤磷	C ₁₀ H ₁₂ Cl ₃ O ₂ PS	50	/	/	34.5
25	安硫磷	C ₆ H ₁₂ NO ₄ PS ₂	2.6	25-26	/	365-500
26	倍硫磷	C ₁₀ H ₁₅ O ₃ PS ₂	4.2	7.5	87	250
27	马拉硫磷	C ₁₀ H ₁₉ O ₆ PS ₂	145	2.85	156—157	1375-2800
28	粉锈宁	C ₁₄ H ₁₆ ClN ₃ O ₂	46	82.3	/	1000
29	对硫磷	C ₁₀ H ₁₄ NO ₃ PS	11	6.1	150	2
30	育畜磷	C ₁₂ H ₁₉ ClNO ₃ P	不溶于水	60	117-118	460
31	甲拌磷砒	C ₇ H ₁₇ O ₄ PS ₃	/	/	/	/
32	灭蚜磷	C ₁₀ H ₂₀ NO ₃ PS ₂	<1000	/	144	36-53
33	丙硫磷	C ₁₁ H ₁₅ Cl ₂ O ₂ PS ₂	0.07	/	125-128	1569
34	脱叶亚磷	C ₁₂ H ₂₇ PS ₃	/	/	383	910
35	乐本松	C ₁₀ H ₉ Cl ₄ O ₄ P	/	95~97	/	4000~5000
36	地胺磷	C ₈ H ₁₆ NO ₃ PS ₂	57	/	120	9
37	三硫磷	C ₁₁ H ₁₆ ClO ₂ PS ₃	<40	/	82	10
38	增效醚	C ₁₉ H ₃₀ O ₅	14.3	/	180	7500
39	锐劲特（氟虫脒）	C ₁₂ H ₄ Cl ₂ F ₆ N ₄ OS	2	200—201	/	97
40	丰索磷	C ₁₁ H ₁₇ O ₄ PS ₂	/	/	/	2.2
41	倍硫磷砒	C ₁₀ H ₁₅ O ₅ PS ₂	/	/	/	/
42	硫丹硫酸酯	C ₉ H ₆ Cl ₆ O ₄ S	/	/	/	/
43	溴螨酯	C ₁₇ H ₁₆ Br ₂ O ₃	<0.5	77	/	>5000
44	溴苯磷	C ₁₃ H ₁₀ BrCl ₂ O ₂ PS	2.4	70.2-70.6	/	42
45	苯硫磷	C ₁₄ H ₁₄ NO ₄ PS	几乎不溶于水	34.5	215	36
46	苯线磷亚砒	C ₁₃ H ₂₂ NO ₄ PS	/	/	/	/
47	苯线磷砒	C ₁₃ H ₂₂ NO ₅ PS	/	/	/	/
48	吡唑硫磷	C ₁₄ H ₁₈ ClN ₂ O ₃ PS	33	/	164	237
49	蝇毒磷	C ₁₄ H ₁₆ ClO ₅ PS	1.5	95	/	41

2.2 相关环保标准和环境工作的需要

环境介质中有机磷农药、杂环类农药和菊酯类农药的残留直接影响农产品品质，目前我

国已经制定较全面的食品和农产品中机磷农药、杂环类农药和菊酯类的残留限值，但是环境介质中该类目标物的限值较少，具体见表 2.2。我国目前该类目标物的分析方法也存在空白。我国是农业大国，有机磷农药、杂环类农药和菊酯类农药在我国都有着广泛的使用，在使用过程中必定会有部分流入到环境介质（土壤和沉积物）中，因此如何判断土壤或沉积物是否受到该类目标物的污染，其含量多少，就必须建立土壤和沉积物中有机磷农药、菊酯类农药和杂环类农药的分析方法。本分析方法的建立能高效、灵敏的检测土壤和沉积物中有机磷农药、菊酯类农药和杂环类农药，其结果能为我国环境相关管理部门提供有力的数据支持和技术支撑。

表 2.2 一些标准限值

农药名称	标准限值	介质	标准号
粉锈宁(三唑酮)	2 mg/L	废水	GB 21523-2008
锐劲特(氟虫腈)	0.04 mg/L	废水	GB 21523-2008
马拉硫磷	0.25 mg/L	饮用水	GB 5749-2006
乐果	0.08 mg/L		
对硫磷	0.003 mg/L		
甲基对硫磷	0.02 mg/L		
溴氰菊酯	0.02 mg/L		
有机磷农药（以 P 计）	不得检出（一级标准）	废水	GB 8978-2002
	0.5 mg/L（二级标准）		
	0.5 mg/L（三级标准）		
乐果	不得检出（一级标准）	废水	GB8978-2002
	1.0 mg/L（二级标准）		
	2.0 mg/L（三级标准）		
对硫磷	0.08 mg/L	地表水	GB 3838-2002
	不得检出（一级标准）	废水	GB 8978-2002
	1.0 mg/L（二级标准）		
	2.0 mg/L（三级标准）		
甲基对硫磷	0.003 mg/L	地表水	GB 3838-2002
	不得检出（一级标准）	废水	GB8978-2002
	1.0 mg/L（二级标准）		
	2.0 mg/L（三级标准）		
马拉硫磷	0.005 mg/L	地表水	GB3838-2002
	不得检出（一级标准）	废水	GB8978-2002
	5.0 mg/L（二级标准）		
	10 mg/L（三级标准）		
敌敌畏	0.05 mg/L	地表水	GB3838-2002
	内吸磷		
	0.03 mg/L		
敌敌畏	0.02 mg/L	建设用地土壤	《建设用地土壤污染风险筛选指导值》（2015 年征求意见稿）
	1.36mg/kg（住宅类敏感用地）		
	4.27 mg/kg（工业类非敏感用地）		
乐果	0.006 mg/kg（地下水饮用水源保护地）	建设用地土壤	《建设用地土壤污染风险筛选指导值》（2015 年征求意见稿）
	2.66 mg/kg（住宅类敏感用地）		
	21.1 mg/kg（工业类非敏感用地）		
溴氰菊酯、氯氰菊酯	0.48 mg/kg（地下水饮用水源保护地）	废水	《农药工业水污染排放标准 菊酯类》（2008 年征求意见稿）
	0.001 mg/L		
	0.05 mg/L		
甲拌磷	0.05 mg/L	废水	《有机磷类农药工业水污染排放标准》（2008 年征求意见稿）
	0.2 mg/L		
	1.0 mg/L		
乐果	2.0 mg/L	废水	《有机磷类农药工业水污染排放标准》（2008 年征求意见稿）
马拉硫磷	0.1 mg/L		
毒死蜱	0.1 mg/L	废水	《有机磷类农药工业水污染排放标准》（2008 年征求意见稿）

2.3 现行环境监测分析方法标准的实施情况和存在问题

我国也建立了一系列环境样品中杀虫剂的标准方法，如 GB/T14552-93（有机磷农药）、GB/T14550-93（有机氯农药）等。但是新农药推陈出新，已有的标准远不能适应需求。国家已经针对食品，如蜂蜜、蔬菜等中杀虫剂的分析制定较多的标准，目标物囊括数百种农药，采用了各种先进的分析技术。因此制定新的环境样品中杀虫剂分析标准迫在眉睫。本中心拟利用气相色谱-质谱，建立土壤和沉积物中有机磷农药、杂环类农药和菊酯类农药的标准分析方法。前处理方法选择加压流体萃取或索氏提取等新技术，结合凝胶渗透色谱、固相萃取等净化措施，以精密度、准确度为考核指标确定最佳方案。

3 国内外相关分析方法研究

3.1 国外相关分析方法研究

（1）美国环保局测定农药的方法

美国环保局 EPA8141B-2007，标准中规定了水和固体中有机磷农药的气相色谱分析方法。该方法规定，固体中的有机磷农药的前处理可采用正己烷:丙酮（1:1）或二氯甲烷:丙酮（1:1）进行索氏提取、或加压流体萃取、微波萃取或超声波进行提取，提取后的样品用氧化铝、佛罗里土、硅胶或凝胶渗透色谱净化后，经浓缩设备浓缩定容，用气相色谱进行分析，用 FPD 或 NPD 检测器检测。

美国环保局 EPA8270D-2007，标准中规定了水、空气、土和固废中半挥发性有机物（包括有机磷农药）的气相色谱质谱分析方法。该方法规定了固废中有机磷农药的前处理制备方法参照 EPA3500 系列方法，样品提纯程序参考 EPA3600 系列方法，处理后的样品经毛细管柱分离后，用质谱进行检测。

美国环保局 EPA1699-2007，标准中规定了水、土壤、沉积物、生物固体和组织中农药的分析方法。该标准介绍中包括了固体、半固体和混合相样品（包括污泥和组织样品）的前处理方法采用索氏提取或索氏提取/SDS 联合萃取，浓缩后用 GC/HRMS 进行测定。

美国环保局 EPA525.2-1998，标准中规定了饮用水或天然水中萃取和分析半挥发性有机物的步骤。其化合物列表包括多环芳烃、邻苯二甲酸酯、杀虫剂和多氯联苯，用气质法进行分析。

（2）英国和欧盟测定农药的方法

英国和欧盟标准，BS EN 12918:1999；BS-6068-2.67:1999 中规定了水中有机磷农药的气相色谱分析方法。该方法规定用二氯甲烷进行液液萃取，用气相色谱质谱进行分析。

经查阅，JIS、ISO、ASTM 等未见相关菊酯类的分析标准。

（3）上述标准与本方法标准的关系

本次方法制定参考了上述标准，并根据我国的实际情况加以优化，制定适合于我国国情的土壤和沉积物中有机磷农药、菊酯类农药和杂环类农药的测定方法。

3.2 国内相关分析方法研究

我国已经制定较完备的粮食、水果、蔬菜、动物肌肉、烟草、纺织品里杀虫剂的分析方法标准，见表 3.1，目标物覆盖了绝大部分的有机氯、有机磷、氨基甲酸酯、菊酯类及杂环类杀虫剂，所用的仪器包括气相色谱、气相色谱-质谱、液相色谱和液相色谱-质谱，鉴于标准所涉及的种类之广，分析仪器的选择之多，这些标准都具有很强的适用性和前瞻性，因此环境样品中杀虫剂的分析标准有必要借鉴这些标准。

我国现有标准中，环境介质（特别是土壤和沉积物）中有机磷农药、菊酯类和杂环类农药的分析方法很少，有关气质的分析方法就更少了，基本以气相为主。

表 3.1 国内不同介质中农药的分析标准

标准	国 别	介质	目标物
GB/T14552-2003（气相）	中国	水和土壤	甲拌磷等 10 种有机磷杀虫剂
GB/T14550-93（气相）	中国	土壤	六六六和滴滴涕
GB/T13192-91（气相）	中国	水	有机磷
GB 5085.3-2007（气相、气质）	中国	浸出液	有机磷、有机氯
GB/T5085.6-2007（气质）	中国	固废	有机磷和有机氯
GB/T5750.9-2006（气相）	中国	生活饮用水	氨基甲酸酯、有机磷、有机氯和菊酯
GB 21523-2008（气相）	中国	废水	杂环类农药（三唑酮、氟虫腈）
HJ 698-2014（气相）	中国	水质	百菌清、溴氰菊酯
《农药工业水污染排放标准 菊酯类》 （2008 年征求意见稿）（气相）	中国	废水	菊酯类
《水质 百菌清及拟除虫菊酯类农药 的测定 气相色谱—质谱法》（2015 年 征求意见稿）（气质）	中国	废水	百菌清、拟除虫菊酯
《有机磷类农药工业水污染排放标 准》（2008 年征求意见稿）（气相）	中国	废水	有机磷
GB/T13595-2004	中国	烟草及烟草制品	菊酯类、有机磷、含氮农药
GB/T14553-2003（气相）	中国	粮食、水果和蔬菜	有机磷
GB/T18412-2006（气相、气质）	中国	纺织品	菊酯类
GB/T19426-2006（气质）	中国	蜂蜜、果汁和果酒	菊酯类、有机磷、氨基甲酸酯、有机 氯、杂环类
GB/T19648-2006（气质）	中国	水果和蔬菜	
GB/T19649-2006（气质）	中国	粮谷	
GB/T19650-2006（气质）	中国	动物肌肉	
GB/T20769-2008（液质）	中国	水果和蔬菜	
GB/T20770-2008（液质）	中国	粮谷	
GB/T20771-2008（液质）	中国	蜂蜜	
GB/T20772-2008（液质）	中国	动物肌肉	
GB/T23200-2008（气质）	中国	桑枝、金银花等	菊酯类、有机磷、氨基甲酸酯、 有机氯、杂环类
GB/T23201-2008（液质）	中国	桑枝、金银花等	
GB/T23202-2008（液质）	中国	食用菌	
GB/T23204-2008（气质）	中国	茶叶	
GB/T23205-2008（液质）	中国	茶叶	
GB/T23206-2008（液质）	中国	果蔬汁、果酒	
GB/T23207-2008（气质）	中国	河豚鱼、鳗鱼和对虾	
GB/T23208-2008（液质）	中国	河豚鱼、鳗鱼和对虾	
GB/T23210-2008（气质）	中国	牛奶和奶粉	
GB/T23211-2008（液质）	中国	牛奶和奶粉	
GB/T23214-2008（液质）	中国	饮用水	
GB/T23216-2008（气质）	中国	食用菌	菊酯类、有机磷、氨基甲酸酯、 有机氯、杂环类
GB/T2795-2008（气质）	中国	冻兔肉	有机氯和菊酯
GB/T23376-2009（气质）	中国	茶叶	有机磷、有机氯和菊酯
GB/T23744-2009（气质）	中国	饲料	氨基甲酸酯、有机磷、 有机氯和菊酯
GB/T5009.145-2003	中国	植物性食品	有机磷和氨基甲酸酯
GB/T5009.146-2008	中国	植物性食品	有机氯和菊酯
GB/T5009.161-2003	中国	动物性食品	有机磷
GB/T5009.162-2008	中国	动物性食品	有机氯和菊酯
GB/T5009.163-2003	中国	动物性食品	氨基甲酸酯
GB/T5009.19-2008	中国	食品	有机氯农药
GB/T5009.20-2003	中国	食品	有机磷农药
GB/T5009.207-2008	中国	糙米	有机磷
GB/T5009.218-2008	中国	水果和蔬菜	氨基甲酸酯、有机磷、有机氯和菊酯

3.3 发展趋势及本方法参照的标准

目前，我国环境监测系统中水、气、土壤、底泥及固体废物中杀虫剂的分析方法标准种类较少，涉及的污染物种类也较少，使用的仪器仍然以气相色谱为主。因此有必要制定土壤和沉积物中有机磷农药、菊酯类农药和杂环类农药的气质分析方法。本次方法制定参考了部分上述表格中的标准并加以优化，尽可能多的涵盖了有机磷、菊酯类和杂环类农药的数量。

4 标准制修订的基本原则和技术路线

4.1 标准制修订基本原则

- 1) 杀虫剂种类繁多，因此本标准的覆盖范围应在技术允许的情况下尽可能广。
- 2) 尽可能建立一套能同时分析几十种农药的分析方法，包含有机磷农药、菊酯类农药及杂环类农药，同时结合已建立的国标体系，兼顾一些较为成熟的分析方法。
- 3) 根据《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ/T168）要求进行报告编制。

4.2 标准制修订的技术路线

技术路线图如图 4.1。

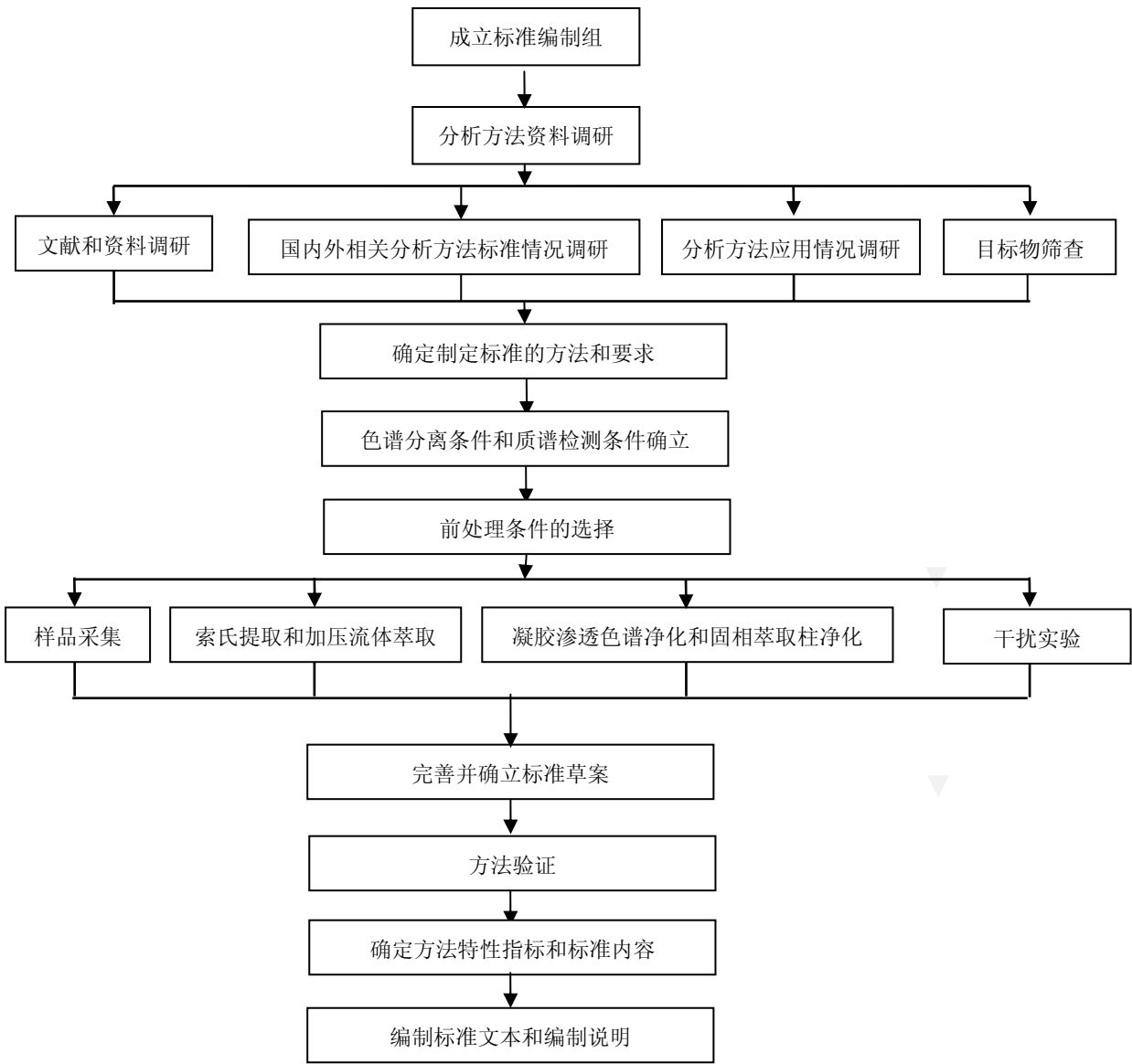


图 4.1 方法编制的技术路线图

5 方法研究报告

5.1 方法研究的目的

(1) 标准的使用范围

本标准规定了土壤和沉积物中有机磷、菊酯类等 49 种农药的气相色谱-质谱法,研究的主要目的在于建立既适应当前环境保护工作的需要,又满足当前实验室仪器设备要求的标准分析方法。

(2) 方法的特性指标要求

方法检出限能够满足现行控制标准和环境质量标准的要求。

当样品取样量为 10.0g 时,目标物的方法检出限为 0.2~0.9mg/kg,测定下限为 0.8~3.6mg/kg。

5.2 方法原理

土壤或沉积物样品采集后,取冻干后的样品(或者直接取湿样分析),采用适合的萃取方法(索氏提取、加压流体萃取等)提取,提取液经浓缩、净化、定容后经气相色谱—质谱分离和测定。根据保留时间、碎片离子质荷比及不同离子丰度比定性,内标法定量。

5.3 目标化合物确定

根据 2009 年 6 月环保部下达的《土壤、沉积物 杀虫剂 气相色谱法、气相色谱-质谱法或高效液相色谱法》标准编制要求,需要对环境中近百种杀虫剂类农药进行方法编制。为此,编制组将常用农药分成几大类,分别包括有机磷、菊酯类、杂环类、有机氯、氨基甲酸酯类农药、以及一些硝基杀虫剂类农药等一百多种。其中有机氯类农药已建立有相应的标准方法,氨基甲酸酯类农药另行建立标准,因此,本标准主要针对前三种农药进行筛选。

根据应用范围,拟除虫菊酯类杀虫剂可分为农用拟除虫菊酯和卫生用拟除虫菊酯两大类。农用拟除虫菊酯包括氯氰菊酯、高效氯氰菊酯、溴氰菊酯、甲氰菊酯、氰戊菊酯、氟氯氰菊酯、联苯菊酯等;卫生用拟除虫菊酯包括丙烯菊酯、胺菊酯、丙炔菊酯、氯菊酯、苯醚菊酯等,这些品种在我国都已经工业化生产。登记次数最多的拟除虫菊酯原药品种依次为氯氰菊酯、氟氯氰菊酯、氰戊菊酯、丙烯菊酯、溴氢菊酯、甲氰菊酯、氯菊酯、联苯菊酯、胺菊酯、丙炔菊酯、甲烯菊酯、苯氰菊酯、苯醚菊酯等。《地表水环境质量标准》中规定了溴氰菊酯的质量标准,《农药工业水污染物排放标准 菊酯类》(征求意见稿)中规定的菊酯类为:溴氰菊酯、氟氯氰菊酯、氯氢菊酯、氰戊菊酯、甲氰菊酯、丙烯菊酯、胺菊酯、联苯菊酯。目前土壤和沉积物中菊酯类标准还未见颁布。受气相色谱质谱仪器分析条件、样品提取手段的限制以及前期的研究工作,丙炔菊酯、甲烯菊酯、苯氰菊酯、苯醚菊酯等不纳入本方法体系中。

有机磷农药是现有农药中品种最多的一类,约有 100 多种。但在环境中明确加以控制的种类很少,如我国的饮用水和工业废水排放标准(见表 2.2)中规定了马拉硫磷、乐果、对硫磷、甲基对硫磷、敌敌畏、内吸磷的排放限值。《建设用地土壤污染风险筛选指导值》(征求意见稿)中只明确了敌敌畏和乐果的控制标准。但根据农业部统计,2007 年我国杀虫剂产量为 60.6 万吨,包括草甘膦在内的有机磷农药产量约 40 万吨,为我国农药总产量的 50% 左右。甲拌磷、特丁硫磷、甲胺磷、氧乐果、丙溴磷、乐果、水胺硫磷、杀螟硫磷、辛硫磷、异稻瘟净、马拉硫磷、乙酰甲胺磷、甲基毒死蜱、毒死蜱、三唑磷、敌百虫、敌敌畏、草甘膦等有机磷农药产品年产量约占我国有机磷类农药总产量的 90% 以上。本着标准为工业及环境服务的原则,有机磷农药种类的筛选尽量与实际应用相匹配,同时对于一些已经限制生产或禁止生产的对硫磷、甲基对硫磷、久效磷、内吸磷、甲基内吸磷等农药也一并纳入本标准方法体系。但受气相色谱质谱分析条件以及样品提取手段的限制,使用比例最大的草甘膦、以及毒性较大的甲胺磷无法使用本方法进行检测,敌百虫等由于环境中易于转化也未纳入该

体系中。为尽量扩大本标准的适用面，如苯线磷砒、硫丹硫酸酯等一些使用量相对较少的农药也被选取为目标化合物。最终根据实验室前期准备和气质的初步筛选，选择了气质上有响应的 37 种有机磷农药作为有机磷农药目标化合物（化合物名称见表 5.3）。

杂环类农药为近年来发展最为迅速的一类农药。其结构主要是碳环中含有非碳原子的环状有机物，如氮、硫、氧等杂原子，类别上包括有呋喃类、吡啶类、哌啶类、喹啉类、嘌呤类、噻吩类、托烷类、苯并塞吩类、苯并二氮杂卓类等，而作为杀虫剂类杂环农药主要包括吡啶、哌啶、咪唑、二噻、三噻类、吩噻吩、呋唑类、噻吩酮等。根据环保部《杂环类农药工业水污染物排放标准》（GB 21523—2008），废水中吡虫啉、粉锈宁(三唑酮)、多菌灵、百草枯、莠去津、锐劲特(氟虫腈)农药的排放受到限制。但由于杂环类农药因其分子结构大多不适合于气相色谱质谱分析，本标准仅选取了三唑酮和氟虫腈两种杂环农药。

因此，鉴于目前国内有机磷、菊酯类和杂环类农药产品生产状况及现有地表水环境质量标准和废水排放标准及实验室前期的准备工作，本标准最终确定了 49 种包含有机磷、菊酯类和杂环类农药的目标化合物（见表 5.3）。

5.4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂。

5.4.1 石墨化炭黑填料小柱：6ml，0.5g 或者相当。

5.4.2 氨基键合硅胶填料小柱：3ml，0.5g 或者相当。

5.4.3 标准贮备液：可直接购买市售有证标准溶液，也可用标准物质配制。贮备液于-20℃避光保存。有机磷和杂环类农药 $\rho = 500\text{mg/L}$ ；菊酯类农药 $\rho = 50\text{mg/L}$ 。

5.4.4 标准使用液：用甲苯、正己烷或二氯甲烷稀释标准贮备液， $\rho = 5\sim 50\text{mg/L}$ ，保存期一般为三个月，于-20℃避光保存。按照农药及相关化学品的保留时间、以及农药的类别性质，将农药分成 2 组，其中 A 组主要包括 10 种菊酯类农药，B 组包括 39 种有机磷农药和杂环类农药等。具体化合物名称见表 5.3。

5.4.5 内标标准溶液：内标的选择参考了 EPA 8082 方法和陈猛发表的文章《固相萃取—气相色谱法对河水与海水中 36 种农药残留的同时测定》，这 2 个方法都选用四氯间甲苯(TCMX)作为内标。本文选择四氯间二甲苯(TCMX)作为内标溶液， $\rho = 100\text{mg/L}$ ，可直接购买市售有证标准溶液，也可用标准物质配制。在满足方法要求且不干扰目标化合物测定的前提下，也可使用其它内标。

5.5 仪器和设备

5.5.1 采样装置

应符合 HJ/T166 技术规范要求，使用对杀虫剂无吸附作用的不锈钢或铝合金材质器具。

5.5.2 前处理装置

所有样品前处理装置要用碱性洗涤剂和水充分洗净，使用前依次用甲醇或丙酮、正己烷或二氯甲烷等溶剂冲洗，定期进行空白试验。所有接口处严禁使用油脂。

5.5.2.1 索氏提取器：或可采用其它性能相当提取装置。

5.5.2.2 浓缩装置：旋转蒸发浓缩器、氮吹仪以及其它性能相当的浓缩装置。

5.5.2.3 加压流体萃取：或可采用其它性能相当提取装置。

5.5.2.4 凝胶色谱仪：具紫外检测器，净化柱填料为 Bio-Beads，或同等规格的填料。

5.5.2.5 固相萃取设备：手动或自动。

5.5.3 气相色谱质谱联机：气相色谱部分具有分流/不分流进样口，可程序升温。质谱部分具有电子轰击电离（EI）源。

5.6 样品

5.6.1 采集与保存

5.6.1.1 按照 HJ/T 166 和 GB 17378.3 要求进行采样，样品保存在事先清洗洁净，并用有机溶剂处理不存在干扰物的磨口棕色玻璃瓶中。运输过程中应密封避光、冷藏保存，尽快送至实验室进行分析。如暂不能分析，根据“GB/T 14552-2003 水、土中有机磷农药测定的气相色谱法”、“《水和废水监测分析方法》(第四版 2002 年)”、US EPA8141B-2007“Organophosphorus Compounds by Gas chromatography”、以及《水质 百菌清及拟除虫菊酯类农药的测定 气相色谱—质谱法》(征求意见稿)规定，样品应在 4℃以下冷藏保存，7d 内完成前处理。提取液在 4℃以下冷藏保存 40d 内完成分析。

5.6.1.2 按照 HJ/T 166 和 GB 17378.3 要求，将采集后的土壤或沉积物样品在实验室中冻干、破碎、过筛。保存在棕色玻璃瓶中。

5.6.1.3 含水率的测定

根据 HJ613 和 GB17378.5(19)的相关要求测定土壤和沉积物样品中的含水率。

5.6.2 试样的制备

样品用正己烷与丙酮按照 1:1 比例配取溶剂进行提取，提取液浓缩后采用小柱净化或者凝胶渗透色谱净化，净化液浓缩后加入内标用 GC/MS 进行测定。

5.7 分析步骤

5.7.1 样品的提取

5.7.1.1 索氏提取

称取一定量的冻干样品或直接取湿样加入足量无水硫酸钠混匀干燥后，放入索氏提取器的提取杯中，用 200~300ml 左右的正己烷/丙酮 (1:1) 提取 8 小时以上，待冷却后，将提取液浓缩定容至 5ml (根据情况可以进行溶剂转换)，待净化分析。

5.7.1.2 加压流体萃取

在小烧杯中称取一定量的冻干样品或直接取湿样加入足量硅藻土混匀干燥后，将样品转移至萃取池中。推荐的萃取条件，压力 1500psi，温度 120℃，提取溶剂正己烷-丙酮(v/v=1:1)溶液，100%充满萃取池模式，高温高压静置 5min，循环三次。提取后的样品按 5.7.1.1 方法浓缩定容。

在标准制定过程中，根据目标污染物的性质，结合文献调研，选择索氏提取和加压流体萃取来萃取目标化合物，考察各目标物的回收情况。实验结果表明选择索氏提取或加压流体萃取作为前处理萃取仪器，绝大部分目标化合物的回收率范围在 70-130%之间，重现性在 10%以内，能满足定量分析要求 (表 5.1)。

表 5.1 不同提取方法的提取效率%

化合物	索氏提取 (n=6)	加速溶剂 提取(n=6)	化合物	索氏提取 (n=6)	加速溶剂 提取(n=6)	化合物	索氏提取 (n=6)	加速溶剂 提取(n=6)
敌敌畏	66.0±7.4	82.7±4.5	粉锈宁	100.0±4.9	94±3.2	苯硫磷	125.0±6.1	98.3±3.9
速灭磷	76.8±5.6	102.8±4.2	对硫磷	100.0±5.2	91.7±3.9	苯线磷亚砷	121.9±14.2	21.4±5.6
内吸磷	87.0±4.3	82.7±5.0	育畜磷	103.9±10.6	132.6±7.2	苯线磷砷	117.6±9.5	100.6±21.1
虫线磷	96.0±4.6	90.7±3.4	甲拌磷砷	98.5±5.2	104.7±5.4	吡啶硫磷	121.5±10.4	125.7±6.4
灭克磷	87.2±4.9	90.3±3.5	灭蚜磷	114.2±6.0	102.4±9.6	蝇毒磷	103.3±8.4	103.5±10.6
甲拌磷	86.7±5.2	86.9±4.0	丙硫磷	107.5±4.9	92.1±3.3	反式丙烯菊酯	98.6±3.5	119.2±4.0
治螟磷	84.7±4.4	87.8±4.1	脱叶亚磷	63.5±3.2	90.6±4.8	联苯菊酯	94.3±3.0	105.3±3.4
二嗪农	91.6±4.8	91.6±3.4	乐本松	63.4±12.6	134.9±7.3	胺菊酯	98.9±3.0	113.2±3.7
乙拌磷	92.4±4.7	85±4.4	地胺磷	94.1±6.1	81.7±6.5	甲氰菊酯	110.3±6.2	106.6±3.1
乐果	76.2±6.1	123.4±6.5	三硫磷	112.0±5.7	97.2±3.5	除虫菊酯	98.7±12.0	141.3±7.1
皮蝇磷	89.3±4.6	91.5±3.1	增效醚	117.1±5.3	92.3±8.6	氯菊酯	98.7±3.8	103.3±3.4
毒死蜱	104.5±5.4	93.6±3.5	锐进特	122.1±7.0	118.7±16.5	顺式氯氟氰菊酯	100.0±4.3	122.1±6.2

甲基对硫磷	106.8±5.5	92.8±3.5	丰索磷	99.4±4.7	104.4±8.7	氯氰菊酯	130.2±8.4	129.3±6.5
毒壤磷	103.3±4.9	90.2±3.1	倍硫磷砒	84.7±7.8	104.6±7.7	氰戊菊酯	140.2±16.7	121.6±5.6
安硫磷	101.3±8.9	86.4±17.7	硫丹硫酸酯	108.3±7.4	125.3±5.3	溴氰菊酯	6.6±4.1	139.4±9.2
倍硫磷	95.7±4.6	91.4±3.3	溴螨酯	116.0±7.3	100.7±3.5	/	/	/
马拉硫磷	105.8±6.0	106.5±8.6	溴苯磷	101.9±6.8	96.6±3.0	/	/	/

5.7.2 样品的净化

5.7.2.1 凝胶渗透色谱净化方法

凝胶渗透色谱主要用于清除样品中大分子干扰物，使用之前首先用校正液进行校正，收集玉米油流出峰 85% 之后至硫最大峰高处之前的流动相。目前，凝胶渗透色谱被广泛的应用在样品的净化过程，环境介质样品的净化基本上选择二氯甲烷为流动相。本标准参照了 US EPA 3640A 的净化方法，改方法介绍了用凝胶渗透色谱净化环境样品、土壤、底泥等介质中半挥发性有机物、BNA'S、多氯联苯和有机氯杀虫剂，推荐流动相为二氯甲烷，在不影响测定结果的情况下，流动相也可以选择正己烷或其它物质。

样品前处理时将 5.0ml 的提取后样品装载于凝胶渗透色谱上，按照设定程序用二氯甲烷进行淋洗。

收集淋洗液用浓缩设备浓缩到 5ml 以下，氮吹浓缩至液体量为 1ml 以下，加入内标后定容至 1.0ml，待仪器分析。

5.7.2.2 固相萃取柱净化

将提取液继续浓缩至 1.0ml 用于固相萃取柱净化。在石墨化炭黑小柱中加入 1g 无水硫酸钠，下面串接氨丙基键合硅胶小柱。使用前用 4ml 乙腈-甲苯(v/v=3:1)混合液预淋洗串联柱。转移样品至净化柱上，用 25ml 乙腈-甲苯混合液淋洗。收集淋洗液浓缩至 1ml 以下，加入内标物，定容至 1.0ml，待仪器分析。

5.7.2.3 其它净化方法

可以使用其它自动或者手动净化措施，只要满足本方法的质量控制要求。

在标准制定过程中，选择凝胶渗透色谱净化和固相萃取柱小柱作为净化方式，考察各目标物的回收情况。实验结果表明凝胶渗透色谱净化或固相萃取柱净化作为前处理净化仪器，绝大部分目标化合物的回收率范围在 70-130% 之间，大部分目标化合物的重现性在 10% 以内，能满足定量分析要求（表 5.2）。

表 5.2 不同净化方法的净化回收率%

化合物	GPC 净化 (n=6)	固相萃取 柱净化 (n=6)	化合物	GPC 净化 (n=6)	固相萃取 柱净化 (n=6)	化合物	GPC 净化 (n=6)	固相萃取 柱净化 (n=6)
敌敌畏	104.2±3.3	73.9±7.2	粉锈宁	97.5±4.3	103.0±7.3	苯硫磷	93.0±7.5	109.3±9.0
速灭磷	97±4.9	77.2±9.3	对硫磷	96.8±5.6	101.5±6.7	苯线磷亚砒	86.8±19.2	22.5±8.5
内吸磷	90.1±8.5	97.0±8.8	育畜磷	84.8±11.4	73.6±16.0	苯线磷砒	97.6±16.1	28±0±9.1
虫线磷	97.8±10.1	104.1±8.3	甲拌磷砒	94.2±8.1	101.4±11.2	吡啶硫磷	92.1±7.3	59.2±11.5
灭克磷	98.3±8.0	98.1±7.4	灭蚜磷	92.5±6.9	106.4±11.9	蝇毒磷	90.9±6.0	94.9±9.0
甲拌磷	97.5±7.5	96.3±12.0	丙硫磷	90.4±7.8	98.1±6.8	反式丙烯菊酯	102.5±16.6	124.5±12.2
治螟磷	94.7±11.1	99.2±7.2	脱叶亚磷	98.2±12.7	125.0±8.3	联苯菊酯	92.7±14.7	89.8±8.4
二嗪农	94.2±7.3	99.6±7.5	乐本松	102.1±9.0	62.8±9.0	胺菊酯	95.1±14.8	116.0±13.1

乙拌磷	91.7±9.7	99.8±7.3	地胺磷	89.0±6.8	92.6±10.8	甲氰菊酯	92.2±14.3	90.3±8.7
乐果	91.8±12.5	117.6±10.5	三硫磷	86.0±8.2	104.2±7.2	除虫菊酯	102.7±18.4	158.5±26.5
皮蝇磷	90.8±8.6	97.4±6.5	增效醚	86.5±9.9	105.8±7.6	氯菊酯	93.9±13.2	85.2±8.3
毒死蜱	91.2±6.3	96.8±6.7	锐进特	93.7±13.0	134.5±14.9	顺式氯氟氰菊酯	100±14.1	94.9±14.2
甲基对硫磷	93.4±5.8	103.2±7.8	丰索磷	86.8±6.1	98.9±10.3	氯氰菊酯	103.9±16.3	101.9±15.7
毒壤磷	90.9±10.0	97.7±6.5	倍硫磷砒	85.8±8.2	94.6±8.7	氰戊菊酯	124±21.8	87.5±12.7
安硫磷	108.1±19.2	83.9±14.5	硫丹硫酸酯	95.1±7.7	85.8±7.4	溴氰菊酯	98.5±19.4	89.6±18.2
倍硫磷	89.4±7.4	99.0±6.9	溴螨酯	99.2±3.3	109.9±9.9	/	/	/
马拉硫磷	97.7±10.5	73.4±10.2	溴苯磷	90.6±8.4	96.3±6.8	/	/	/

5.7.3 仪器分析

本标准在研制过程中使用的仪器条件如下，实验时可根据具体情况作适当调整。

5.7.3.1 气相色谱仪参考条件

推荐气相色谱条件如下：

色谱柱：石英毛细管柱，长 30m，内径 0.32mm，膜厚 0.25μm，固定相为 14%氰丙基苯基—86%二甲基聚硅氧烷，或其它等效的色谱柱。

色谱柱温度：40℃保持 1min，以 30℃/min 升温至 130℃,再以 5℃/min 升温至 250℃，再以 10℃/min 升温至 280℃，保持 5min。

载气：氦气，纯度≥99.999%，流速，1.4ml/min。

进样口温度：270℃。

GC/MS 接口温度：280℃。

进样量：1μl。

5.7.3.2 质谱仪参考条件

5.7.3.2.1 检出方法：选择离子测定方法（SIM 法）。

5.7.3.2.2 测定的质量数：每个样品，设定选择两个以上离子的质量数进行定性，设定质量数见表 5.3。

5.7.3.3 质谱仪的校正

在每天分析之前，GC/MS 系统必须进行仪器性能检查。

5.7.4 SIM 测定操作

5.7.4.1 导入质量校正用标准物质或连续校正标准，待校正结果偏差合乎规范要求后，进行样品测定。

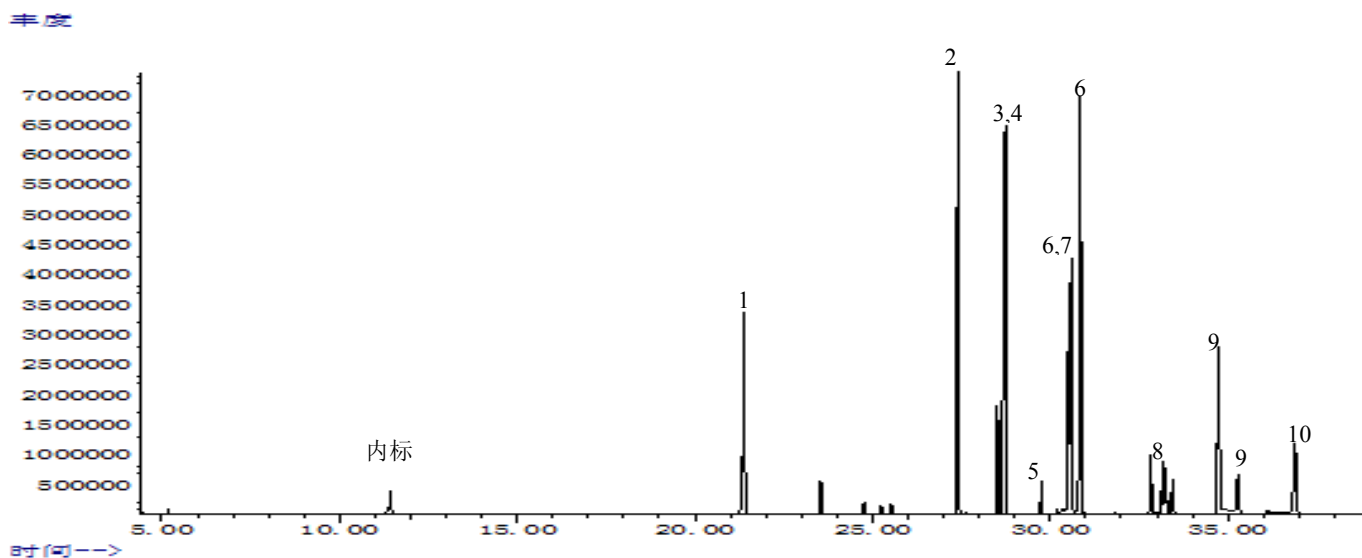
5.7.4.2 按照设定的质量数记录色谱图。

5.7.4.3 测定结束后，对每个样品确认有没有干扰成分。不同目标物是否很好地分离。

5.7.5 校准曲线绘制

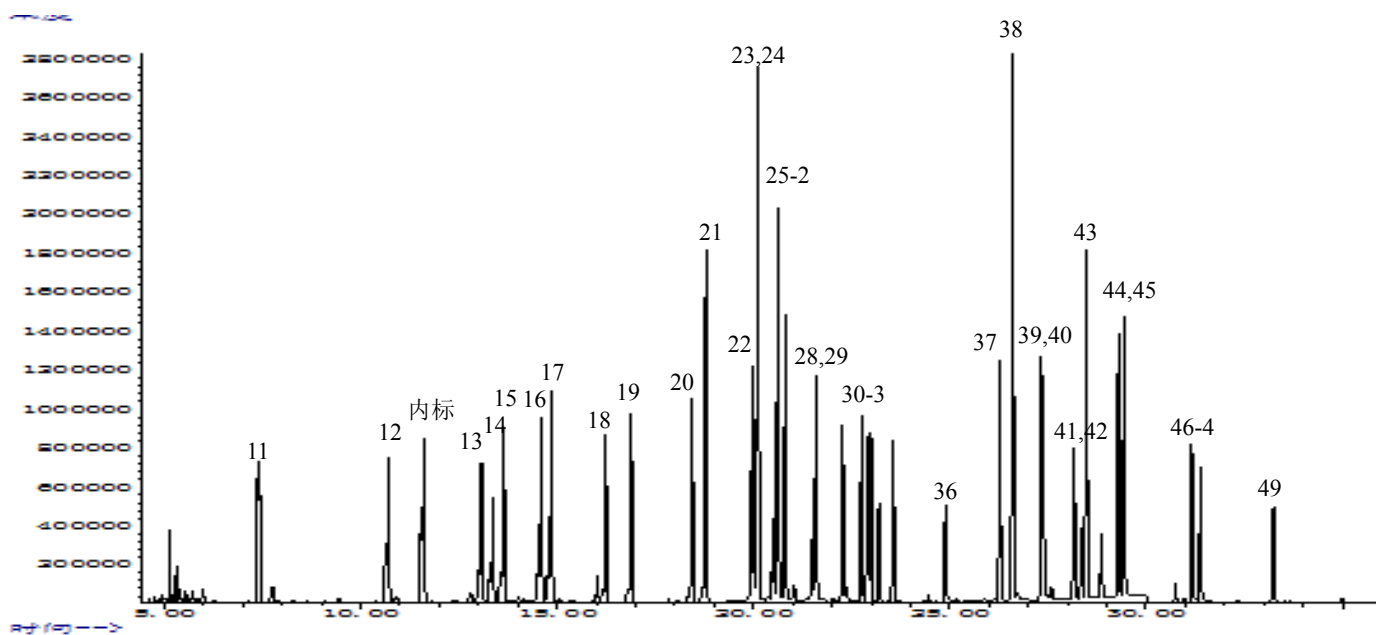
5.7.5.1 标准溶液系列：分别取 10.0、20.0、40.0、60.0、100 μl 的标准贮备液（4.16），并同时加入 20.0μl 的内标贮备液（4.18），用甲苯（4.3）、正己烷（4.4）或二氯甲烷（4.6）稀释至 1.0ml，配制成浓度为 5.0、10.0、20.0、30.0、50.0mg/L 的标准系列。也可以使用其它合适的内标物质，根据保留时间就近原则。

图 5.1 为本标准推荐的条件下，10 种菊酯类农药总离子流图，图 5.2 为 39 种有机磷农药及杂环类农药的气相色谱质谱总离子流图。



出峰顺序: 1-反式丙烯菊酯; 2-联苯菊酯; 3,4-胺菊酯+甲氰菊酯; 5-除虫菊酯; 6-氯菊酯; 7-顺式氯氟氰菊酯; 8-氯氰菊酯; 9-氰戊菊酯; 10-溴氰菊酯

图 5.1 10 种菊酯类农药总离子流图



出峰顺序: 11-敌敌畏; 12-速灭磷; 13-内吸磷; 14-虫线磷; 15-灭克磷; 16-甲拌磷; 17-治螟磷; 18-二嗪农; 19-乙拌磷; 20-乐果; 21-皮蝇磷; 22-毒死蜱; 23,24-甲基对硫磷+毒壤磷; 25,26,27-安硫磷+倍硫磷+马拉硫磷; 28,29-粉锈宁+对硫磷; 30,31,32,33,34,35-育畜磷+甲拌磷+丙硫磷+脱叶亚磷+乐本松; 36-地胺磷; 37-三硫磷; 38-增效醚; 39,40-锐劲特+丰索磷; 41-倍硫磷; 42-硫丹硫酸酯; 43-溴螨酯; 44,45-溴苯磷+苯硫磷; 46,47,48-苯线磷亚砷; 47-苯线磷; 48-吡唑硫磷; 49-蝇毒磷

图 5.2 39 种有机磷农药及杂环类农药总离子流图

5.7.5.2 峰面积强度比确认

从得到的色谱图上, 确认各个标准物质对应的两个或两个以上监测离子的峰面积强度比是否符合该物质的离子强度比。

5.7.5.3 校准曲线

5.7.5.3.1 用平均相对响应因子计算

标准系列第 i 点中目标物的相对响应因子 ($RRFi$), 按照公式 (1) 计算:

$$RRF_i = \frac{A_i}{A_{ISi}} \times \frac{C_{ISi}}{C_i} \quad (1)$$

式中:

RRF_i ——标准系列中第 i 个目标物的相对响应因子;

A_i ——标准系列中第 i 个目标物的峰面积;

A_{ISi} ——内标物的峰面积;

C_{IS} ——内标物的浓度, mg/L;

C_i ——标准系列中第 i 个目标物的浓度, mg/L。

目标物的平均相对响应因子 $\overline{RRF}$, 按照公式 (2) 计算:

$$\overline{RRF} = \frac{\sum_{i=1}^n RRF_i}{n} \quad (2)$$

式中:

$\overline{RRF}$ ——目标物的平均相对响应因子;

RRF_i ——标准系列中第 i 点目标物的相对响应因子;

n ——标准系列点数, 5。

RRF 的标准偏差 (SD), 按照公式 (3) 计算:

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (RRF_i - \overline{RRF})^2}{n-1}} \quad (3)$$

RRF 的相对标准偏差 (RSD), 按照公式 (4) 计算:

$$RSD = \frac{SD}{\overline{RRF}} \times 100\% \quad (4)$$

标准系列目标物的相对响应因子的相对标准偏差 (RSD) 应小于等于 20%。

表 5.3 有机磷、菊酯类、杂环类农药目标物列表

序号	化合物	英文名称	CAS No	出峰时间(min)	定量离子	定性离子
A组 (菊酯类农药)						
1	反式丙烯菊酯	s-bioallethrin	28434-00-6	22.04	123	136,79
2	联苯菊酯	bifenthrin	82657-04-3	28.11	181	165,166
3	胺菊酯	tetramethrin	7696-12-0	29.14,29.33	164	123,107
4	甲氰菊酯	fenpropathrin	39515-41-8	29.29	97	125,55
5	除虫菊酯	pyrethrins	8003-34-7	30.31	107	121,167,93
6	氯菊酯	permethrin	52645-53-1	31.05,31.36	183	163
7	顺式氯氟氰菊酯	L-cyhalothrin	91465-08-6	31.09	181	197,208
8	氯氰菊酯	cypermethrin	52315-07-8	33.59,33.96, 34.06,34.27	165	163,181,209

9	氰戊菊酯	fenvalerate	51630-58-1	35.74,36.38	125	167,152,225
10	溴氰菊酯	deltamethrin	52918-63-5	38.18	253	209,255
B 组（有机磷农药及杂环类农药）						
11	敌敌畏	dichlorvos	62-73-7	7.61	109	185,220
12	速灭磷	mevinphos	7786-34-7	10.98	127	109,193,192
13	内吸磷	demeon	8065-48-3	13.41	88	89,171
14	虫线磷	thionazin	297-97-2	13.69	97	96,107,192
15	灭克磷	ethoprop	13194-48-4	13.97	158	200,139,126
16	甲拌磷	phorate	298-02-2	14.94	75	121,97,260
17	治螟磷	sulfotep	3689-24-5	15.21	322	266,238,202
18	二嗪农	diazinon	333-41-5	16.60	137	152,179,199
19	乙拌磷	disulfoton	298-04-4	17.25	88	89,97,153
20	乐果	dimethoate	60-51-5	18.77	87	93,125,143
21	皮蝇磷	ronnel	299-84-3	19.16	285	287,125,167
22	毒死蜱	chlorpyrifos	2921-88-2	20.35	197	199,314,258
23	甲基对硫磷	methyl parathion	298-00-0	20.48	109	125,263
24	毒壤磷	trichloronate	327-98-0	20.50	297	299,269,109
25	安硫磷	fomothion	2540-82-1	20.99	125	126,93,170
26	倍硫磷	fenthion	55-38-9	21.00	278	169,153,125
27	马拉硫磷	malathion	121-75-5	21.19	173	125,127,158
28	粉锈宁	Triadimefon	43121-43-3	21.84	208	181,128,210
29	对硫磷	parathion	56-38-2	21.98	291	139,155
30	育畜磷	crufomate	299-86-5	22.63	256	276,291
31	甲拌磷砒	phorate sulfone	251386	23.13	199	153,199,125,97
32	灭蚜磷	mecarbam	2595-54-2	23.28	131	159,97
33	丙硫磷	tokuthion	34643-46-4	23.39	309	267,311,162
34	脱叶亚磷	merphos	150-50-5	23.59	169	202,170,226
35	乐本松	strophos	961-11-5	23.93	329	331,109
36	地胺磷	mephosfolan	950-10-7	25.24	196	140,168,227
37	三硫磷	carbophenothion	786-19-6	26.67	157	199,342
38	增效醚	piperonyl butoxide	51-03-6	27.00	176	177,149

（续表）表 5.3 有机磷、菊酯类、杂环类农药目标物列表

序号	化合物	英文名称	CAS No	出峰时间(min)	定量离子	定性离子
B 组（有机磷农药及杂环类农药）						
39	锐劲特（氟虫腈）	fipronil	120068-37-3	27.68	367	369,213,255
40	丰索磷	fensulfothion	115-90-2	27.75	293	292,156,140
41	倍硫磷砒	fenthion sulfone	3761-42-0	28.52	125	279,169,294,278
42	硫丹硫酸酯	endosulfan sulfate	1031-07-8	28.71	272	422,387,342,157
43	溴螨酯	brompropylate	18181-80-1	28.84	341	343,339,183
44	溴苯磷	leptophos	73270-49-2	29.64	377	375,171
45	苯硫磷	EPN	2104-64-5	29.76	157	169,185,141
46	苯线磷亚砒	fenamiphos sulfoxide	31972-43-7	31.01	304	303,154,288

47	苯线磷砒	fenamiphos sulfone	31972-44-8	31.45	320	292,335
48	吡啶硫磷	pyraclofos	77458-01-6	31.69	360	194,139
49	蝇毒磷	coumaphos	56-72-4	33.67	362	226,210,109

5.7.5.3.2 用最小二乘法绘制校准曲线

若标准系列中某个目标物相对响应因子的相对标准偏差（ RSD ）大于 20%，则此目标物需要用最小二乘法校准曲线进行校准，以目标物与内标物的浓度比为横坐标，不同浓度目标物的峰面积与内标物峰面积的比值为纵坐标，作校准曲线。

5.7.6 样品的测定：向处理好的实际样品中加入一定量内标物质，按照 5.7.3 设定的条件进行操作。

5.7.7 空白试验：在分析样品的同时应做空白试验，即不加实际样品，按相同步骤分析，检查分析过程中是否有污染。

5.7.6 检测限

本标准的检出限确定方法参照《环境监测分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）的相关规定，连续分析 7 个接近于检出限浓度（1.00mg/kg）的实际固废加标样品，计算其标准偏差 S 。用公式： $MDL=S \times t(n-1, 0.99)$ （连续分析 7 个样品，在 99%的置信区间， $t(6, 0.99)=3.14$ ）进行计算。

其中： $t(n-1, 0.99)$ 为置信度为 99%、自由度为 $n-1$ 时的 t 值； n 为重复分析的样品数。本标准的测定下限规定为 4 倍 MDL。土壤样品结果见表 5.4。

表 5.4 土壤样品方法检出限和测定下限

序号	化合物	检出限 (mg/kg)	测定下限 (mg/kg)	序号	化合物	检出限 (mg/kg)	测定下限 (mg/kg)
1	反式丙烯菊酯	0.2	0.8	26	倍硫磷	0.1	0.4
2	联苯菊酯	0.2	0.8	27	马拉硫磷	0.3	1.2
3	胺菊酯	0.2	0.8	28	粉锈宁	0.1	0.4
4	甲氧菊酯	0.1	0.4	29	对硫磷	0.2	0.8
5	除虫菊酯	0.3	1.2	30	育畜磷	0.3	1.2
6	氯菊酯	0.2	0.8	31	甲拌磷砒	0.2	0.8
7	顺式氯氟氰菊酯	0.2	0.8	32	灭蚜磷	0.3	1.2
8	氯氰菊酯	0.3	1.2	33	丙硫磷	0.1	0.4
9	氰戊菊酯	0.2	0.8	34	脱叶亚磷	0.2	0.8
10	溴氰菊酯	0.3	1.2	35	乐本松	0.3	1.2
11	敌敌畏	0.2	0.8	36	地胺磷	0.3	1.2
12	速灭磷	0.2	0.8	37	三硫磷	0.1	0.4
13	内吸磷	0.2	0.8	38	增效醚	0.3	1.2
14	虫线磷	0.1	0.4	39	锐进特	0.5	2
15	灭克磷	0.1	0.4	40	丰索磷	0.3	1.2
16	甲拌磷	0.2	0.8	41	倍硫磷砒	0.3	1.2
17	治螟磷	0.2	0.8	42	硫丹硫酸酯	0.2	0.8
18	二嗪农	0.1	0.4	43	溴螨酯	0.1	0.4
19	乙拌磷	0.2	0.8	44	溴苯磷	0.1	0.4
20	乐果	0.2	0.8	45	苯硫磷	0.2	0.8
21	皮蝇磷	0.1	0.4	46	苯线磷亚砒	0.3	1.2
22	毒死蜱	0.1	0.4	47	苯线磷砒	0.7	2.8
23	甲基对硫磷	0.1	0.4	48	吡啶硫磷	0.2	0.8
24	毒壤磷	0.1	0.4	49	蝇毒磷	0.3	1.2
25	安硫磷	0.7	2.8	/	/	/	/

5.7.7 精密度和准确度

选用砂质土壤（粘土成分为 40%）和基质复杂的太湖沉积物作为精密度和准确度试验的样品。

精密度: 取 6 份 10.0g 空白土壤样品, 分别加入 50 μ g 标样, 经过前处理后, 定容至 1.0ml, 用仪器分析, 计算平均值和相对标准偏差 (表 5.5)。取 6 份 10.0g 空白沉积物样品, 分别加入 50 μ g 标样, 经过前处理后, 定容至 1.0ml, 用仪器分析, 计算平均值和相对标准偏差 (表 5.6)。

准确度: 取 6 份 10.0g 空白土壤样品, 分别加入 50 μ g 标样, 经过前处理后, 定容至 1.0ml, 用仪器分析, 计算回收率和相对标准偏差 (表 5.5)。取 6 份 10.0g 空白沉积物样品, 分别加入 50 μ g 标样, 经过前处理后, 定容至 1.0ml, 用仪器分析, 计算回收率和相对标准偏差 (表 5.6)。

表 5.5 土壤样品加标 5.0mg/kg 精密度与准确度结果

序号	化合物名称	测定结果 (mg/kg)						均值	RSD%	回收率%
		1	2	3	4	5	6			
1	反式丙烯菊酯	5.66	5.63	5.75	5.68	5.66	5.58	5.66	1.00	113
2	联苯菊酯	5.11	4.99	5.13	5.07	4.99	4.95	5.04	1.48	101
3	胺菊酯	5.61	5.47	5.61	5.54	5.52	5.41	5.53	1.44	111
4	甲氰菊酯	5.19	5.07	5.19	5.12	5.10	5.09	5.13	0.970	103
5	除虫菊酯	4.61	5.66	4.69	4.50	4.57	4.46	4.75	9.52	94.9
6	氯菊酯	5.06	4.93	5.02	4.98	4.94	4.86	4.97	1.43	99.3
7	顺式氯氟氰菊酯	5.35	5.21	5.29	5.24	5.35	5.24	5.28	1.15	106
8	氯氰菊酯	5.28	5.17	5.30	5.35	5.23	5.26	5.27	1.18	105
9	氰戊菊酯	4.86	4.56	4.65	4.61	4.56	4.61	4.64	2.41	92.9
10	溴氰菊酯	5.19	5.06	5.21	5.11	5.07	5.17	5.13	1.23	103
11	敌敌畏	3.40	3.51	2.87	4.06	4.16	4.04	3.67	13.7	73.5
12	速灭磷	4.41	4.65	4.28	4.91	4.87	5.10	4.70	6.72	94.0
13	内吸磷	4.25	4.44	4.67	4.70	4.71	4.72	4.58	4.25	91.6
14	虫线磷	4.94	4.94	5.07	5.03	4.95	5.01	4.99	1.11	99.9
15	灭克磷	4.89	4.94	5.08	5.06	4.96	5.02	4.99	1.48	99.9
16	甲拌磷	4.82	4.79	4.87	4.92	4.84	4.87	4.85	0.96	97.0
17	治螟磷	5.00	4.97	5.07	5.09	4.97	5.05	5.03	1.04	101
18	二嗪农	5.06	4.96	5.00	5.13	4.97	5.04	5.03	1.27	101
19	乙拌磷	4.87	4.76	4.85	4.93	4.80	4.77	4.83	1.36	96.6
20	乐果	5.51	5.73	5.77	5.93	5.75	5.82	5.75	2.39	115
21	皮蝇磷	5.09	5.07	5.13	4.93	5.04	5.14	5.07	1.50	101
22	毒死蜱	5.11	4.99	5.00	5.12	5.03	5.10	5.06	1.13	101
23	甲基对硫磷	5.09	4.98	5.04	5.11	5.00	5.06	5.05	0.987	101
24	毒壤磷	5.09	4.97	5.02	5.02	5.02	5.07	5.03	0.84	101
25	安硫磷	4.78	4.35	4.64	4.90	4.79	4.70	4.69	4.03	93.9
26	倍硫磷	5.07	4.96	4.98	5.09	4.97	5.02	5.02	1.08	100
27	马拉硫磷	4.99	5.05	5.13	5.33	5.23	5.34	5.18	2.89	104
28	粉锈宁	5.13	5.06	5.05	5.17	5.04	5.07	5.09	1.02	102
29	对硫磷	4.83	4.75	4.77	4.91	4.78	4.81	4.81	1.18	96.1
30	育畜磷	4.81	4.97	5.19	5.31	5.25	5.64	5.19	5.57	104
31	甲拌磷砒	5.29	5.34	5.41	5.55	5.44	5.53	5.43	1.90	109
32	灭蚜磷	5.27	5.28	5.37	5.53	5.37	5.46	5.38	1.91	108
33	丙硫磷	5.12	5.00	5.01	5.06	5.00	5.05	5.04	0.973	101
34	脱叶亚磷	5.50	5.50	5.60	5.69	5.61	5.72	5.60	1.67	112
35	乐本松	5.06	5.25	5.47	5.55	5.45	5.70	5.41	4.15	108
36	地胺磷	4.11	3.64	3.95	4.15	4.09	4.30	4.04	5.60	80.8
37	三硫磷	5.23	5.09	5.16	5.27	5.12	5.11	5.16	1.37	103
38	增效醚	5.20	5.06	5.07	5.22	5.04	5.02	5.10	1.70	102
39	锐进特	5.94	5.98	6.01	6.26	6.25	5.51	5.99	4.56	120
40	丰索磷	5.17	5.07	5.13	5.30	5.18	5.27	5.19	1.69	104
41	倍硫磷砒	5.44	5.50	5.59	5.72	5.53	5.64	5.57	1.80	111
42	硫丹硫酸酯	6.13	5.02	6.03	6.09	5.93	6.01	5.87	7.17	117
43	溴螨酯	5.33	5.18	5.23	5.36	5.22	5.31	5.27	1.36	105
44	溴苯磷	5.33	5.27	5.28	4.89	5.24	5.29	5.22	3.14	104

45	苯硫磷	5.19	5.03	5.07	5.21	5.06	5.05	5.10	1.49	102
46	苯线磷亚砷	0.698	0.337	0.501	0.555	0.400	0.849	0.557	34.2	11.1
47	苯线磷砷	4.18	4.09	4.46	4.53	4.52	5.02	4.47	7.32	89.4
48	吡唑硫磷	5.26	5.41	5.58	5.72	5.62	5.83	5.57	3.69	111
49	蝇毒磷	5.45	5.35	5.36	5.53	5.39	5.49	5.43	1.37	109

表 5.6 沉积物样品加标 5.0mg/kg 精密度与准确度结果

序号	化合物名称	测定结果 (mg/kg)						均值	RSD%	回收率%
		1	2	3	4	5	6			
1	反式丙烯菊酯	5.03	6.06	5.88	5.62	5.32	5.24	5.53	7.19	111
2	联苯菊酯	4.54	5.41	5.32	4.97	5.06	5.02	5.05	6.07	101
3	胺菊酯	4.94	5.93	5.73	5.33	5.38	5.31	5.44	6.41	109
4	甲氰菊酯	4.59	5.49	5.46	5.11	5.15	5.15	5.16	6.29	103
5	除虫菊酯	5.72	6.19	5.7	6.89	6.28	5.89	6.11	7.36	122
6	氯菊酯	4.49	5.35	5.23	4.82	5.06	5.02	5.00	6.15	99.9
7	顺式氯氟氰菊酯	4.76	5.74	5.63	6.17	5.61	5.36	5.55	8.42	111
8	氯氰菊酯	4.73	5.86	5.98	5.61	5.76	5.60	5.59	7.98	112
9	氰戊菊酯	4.85	4.74	5.56	5.20	5.73	5.45	5.26	7.56	105
10	溴氰菊酯	4.91	5.08	5.29	4.99	5.75	5.57	5.27	6.38	105
11	敌敌畏	3.84	3.88	4.02	3.95	4.70	4.21	4.10	7.84	82.0
12	速灭磷	4.28	5.06	4.56	4.70	4.45	5.39	4.74	8.72	94.8
13	内吸磷	4.00	5.06	4.46	4.35	4.48	5.04	4.57	9.06	91.3
14	虫线磷	4.28	5.29	5.42	4.97	4.99	4.94	4.98	7.94	99.6
15	灭克磷	4.33	5.32	5.40	4.99	4.95	4.98	5.00	7.57	99.9
16	甲拌磷	4.28	4.71	5.04	4.90	4.96	4.98	4.81	5.90	96.2
17	治螟磷	4.34	5.43	5.41	4.96	4.95	4.97	5.01	7.95	100
18	二嗪农	4.41	5.45	5.54	5.10	4.94	4.99	5.07	8.01	101
19	乙拌磷	4.27	5.23	4.80	4.53	4.92	4.99	4.79	7.16	95.8
20	乐果	5.44	5.32	5.61	5.93	4.72	5.17	5.37	7.64	107
21	皮蝇磷	4.40	5.55	5.53	5.10	4.91	4.99	5.08	8.46	102
22	毒死蜱	4.47	5.56	5.59	5.18	4.90	5.01	5.12	8.29	102
23	甲基对硫磷	4.44	5.54	5.56	5.08	4.87	5.02	5.09	8.34	102
24	毒壤磷	4.37	5.54	5.60	5.11	4.91	4.99	5.09	8.90	102
25	安硫磷	4.59	4.66	4.71	4.42	4.27	5.47	4.69	8.89	93.7
26	倍硫磷	4.44	5.51	5.48	5.06	4.91	4.99	5.07	7.85	101
27	马拉硫磷	4.57	5.83	5.87	5.58	4.94	5.32	5.35	9.64	107
28	粉锈宁	4.46	5.59	5.63	5.10	4.88	5.01	5.11	8.69	102
29	对硫磷	4.26	5.3	5.26	4.77	4.88	5.02	4.92	7.77	98.3
30	育畜磷	4.54	5.89	5.49	5.69	4.97	5.55	5.36	9.40	107
31	甲拌磷砷	4.66	5.96	5.32	5.81	4.81	5.25	5.30	9.79	106
32	灭蚜磷	4.75	5.98	5.46	5.77	4.72	5.28	5.33	9.73	107
33	丙硫磷	4.46	5.58	5.63	5.13	4.90	4.99	5.12	8.62	102
34	脱叶亚磷	4.97	6.01	4.83	4.85	4.96	5.22	5.14	8.72	103
35	乐本松	4.60	5.89	5.20	5.29	4.55	5.24	5.13	9.70	103
36	地胺磷	3.62	4.55	4.35	4.86	4.61	4.21	4.37	9.82	87.3
37	三硫磷	4.49	5.72	5.80	5.29	4.85	5.03	5.20	9.79	104
38	增效醚	4.51	5.70	5.69	5.18	4.78	5.09	5.16	9.28	103
39	锐进特	5.51	6.35	6.64	6.58	5.10	5.62	5.97	10.7	119
40	丰索磷	4.74	5.82	5.59	5.09	4.64	5.18	5.18	8.94	104
41	倍硫磷砷	4.95	5.25	5.76	5.61	4.73	5.12	5.24	7.47	105
42	硫丹硫酸酯	5.20	6.48	5.97	5.21	5.70	5.45	5.67	8.74	113
43	溴螨酯	4.64	5.95	6.11	5.48	5.63	5.19	5.50	9.72	110
44	溴苯磷	4.54	5.92	5.97	5.33	5.81	5.08	5.44	10.4	109
45	苯硫磷	4.48	5.67	5.51	4.85	4.83	5.06	5.07	8.86	101
46	苯线磷亚砷	0.40	0.615	0.93	1.17	1.05	1.26	0.904	36.9	18.1
47	苯线磷砷	3.88	4.91	4.00	4.47	4.06	4.55	4.31	9.20	86.2
48	吡唑硫磷	4.83	5.29	6.03	5.61	4.33	5.39	5.25	11.4	105
49	蝇毒磷	4.77	5.15	5.97	5.41	4.68	5.16	5.19	9.02	104

5.8 结果计算与表示

本标准按照 HJ168 的规定，给出结果的计算公式和结果表示内容。

5.8.1 定性分析

根据样品中目标物的保留时间、碎片离子质荷比及其丰度比定性。目标物出峰顺序见附录 C。

样品中目标化合物的保留时间与标准溶液保留时间的相对偏差应控制在±3%以内；样品中目标化合物的不同选择离子丰度比与标准溶液中不同选择离子丰度比的相对偏差应控制在±30%以内。

5.8.2 定量分析

5.8.2.1 提取液中目标物的浓度计算

5.8.2.1.1 用平均相对响应因子计算

$$C_{ex} = \frac{A_x \times C_{IS}}{A_{IS} \times \overline{RRF}} \quad (5)$$

式中：

C_{ex} ——提取液中目标物的浓度，mg/L；

A_x ——目标物的峰面积；

A_{IS} ——内标物的峰面积；

C_{IS} ——内标物的浓度，mg/L；

$\overline{RRF}$ ——目标物的平均相对响应因子。

5.8.2.1.2 用校准曲线计算

当目标物采用校准曲线进行校准时，提取液中目标物浓度 C_{ex} 通过校准曲线计算。

5.8.2.2 土壤样品中目标物的浓度计算

$$C_x = \frac{C_{ex} \times V}{m \times W_{dm}} \quad (6)$$

式中：

C_x ——样品浓度，mg/kg；

C_{ex} ——提取液中目标物浓度，mg/L；

V ——定容体积，ml；

m ——采样量（湿重），g；

W_{dm} ——样品干物质含量，%。

5.8.2.3 沉积物样品中目标物的浓度计算

$$C_x = \frac{C_{ex} \times V}{m \times (1 - w)} \quad (7)$$

式中：

C_x ——样品浓度，mg/kg；

C_{ex} ——提取液中目标物浓度，mg/L；

V ——定容体积，ml；

m ——采样量（湿重），g；

w ——样品含水率，%。

5.8.3 结果的表示

当测定结果小于 10.0mg/kg 时，数据保留至小数点后 1 位；当测定结果大于等于 10.0mg/kg 时，数据保留 3 位有效数字。

5.9 质量保证和质量控制

5.9.1 空白实验

每批样品（以 20 个样品为一批次）需要至少分析一个实验室空白。

空白实验分析结果应满足如下任一条件的最大者：

- (1) 目标物浓度小于方法检出限；
- (2) 目标物浓度小于相关环保标准限值的 5%；
- (3) 目标物浓度小于样品分析结果的 5%。

如不能满足上述条件，需重新更换试剂、清洗分析器具，重新调整分析仪器。

5.9.2 平行样和基体加标

每批次样品（最多 20 个）应至少选择一个样品进行平行样测试和基体加标测试，80% 以上目标物平行样分析结果相对偏差应在 25% 范围之内，绝大部分目标化合物的基体加标回收率应在 60%-130% 之间。

5.10 废物处理

5.9.1 实验室应遵守各级管理部门的废物管理法律规定，避免废物排放对周边环境的污染。

5.9.2 气相色谱分流及质谱机械泵废气应通过活性炭柱、含油或高沸点醇的吸收管后排出。

5.9.3 实验过程中产生的有机废液统一收集，属于危险废物的送交有资质单位进行处理。

5.9.4 实验室产生的废物属于危险废物时，按有关法律规定，送交有资质单位进行处理进行处置。

6 方法验证

按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》(HJ 168)和《国家环境污染物监测方法标准制修订工作暂行要求》(环科函[2009]10 号)的要求，组织 6 家有资质的实验室进行验证。根据影响方法的精密度和准确度的主要因素和数理统计学的要求，编制方法验证报告，验证数据主要包括检出限、测定下限、精密度以及加标回收率等。

6.1 方法验证方案

6.1.1 参与方法验证的实验室、验证人员的基本情况见表 6.1。

表 6.1 验证单位及验证人员概况

序号	单位	人员	职称	参加分析 工作年限
1	江苏省环境监测中心	章勇	工程师	2002 年
2		王荟	工程师	2003 年
3	湖北省环境监测中心站	李爱民	主任	2006 年
4		郭丽	高级工程师	2008 年
5		贺小敏	工程师	2008 年
6	杭州市环境监测中心站	唐仿良	教授级高工	1992 年
7		陈峰	工程师	2008 年
8	宁波市环境监测中心	钱飞中	高级工程师	1997 年
9		赵倩	工程师	2006 年
10		陈钟仨	工程师	2010 年
11	嘉兴市环境保护监测站	胡文凌	工程师	2007 年
12		李莉	工程师	2007 年
13	绍兴市环境监测中心站	徐峰	高级工程师	2001 年

6.1.2 验证方案

6.1.2.1 检出限及测定下限的确定

测定浓度为 1.0mg/kg 的实验室土壤加标样品，6 家实验室将各自的 7 次测定结果计算其标准偏差 S，此时检出限 MDL=S×3.143。本方法以 4 倍检出限为目标物的测定下限。

6.1.2.2 精密度的测定

分别测定浓度为 1.0mg/kg 和 5.0mg/kg 的实验室土壤加标样品，6 家实验室做 6 个平行样，计算平均值、标准偏差、相对标准偏差。

6.1.2.3 实际样品的测定及加标回收率测定

测定浓度为 1.0mg/kg 和 5.0mg/kg 的实验室土壤加标样品，6 家实验室分别做 6 个平行样，计算加标回收率、相对标准偏差。

6.2 方法验证过程

筛选有资质的验证单位，向验证单位提供方法草案、验证方案、标准溶液和验证报告格式。验证单位按照方法草案准备实验用品，在规定时间内完成验证实验并反馈验证结果报告。在方法验证前，参加验证的操作人员应熟悉和掌握方法原理、操作步骤及流程。提供。方法验证过程中所用的试剂和材料、仪器和设备及分析步骤应符合方法相关要求。

6.3 方法验证结论

检出限和测定下限：当样品量为 10.0 克时，目标物的方法检出限为 0.2~0.9mg/kg，测定下限为 0.8~3.6mg/kg。

精密度：6 家实验室分别对土壤样品中农药含量为 1.0mg/kg 和 5.0 mg/kg 的统一样品进行了测定：实验室内相对标准偏差分别为 1.8%~39%，0.068%~49%；实验室间相对标准偏差分别为 4.36%~64.5%，3.90%~116%；重复性限分别为 0.1mg/kg~0.6mg/kg，0.3mg/kg~2.2mg/kg；再现性限分别为 0.2mg/kg~1.2mg/kg，0.6mg/kg~6.6mg/kg。

准确度：6 家实验室对土壤基体加标样品进行了测定，样品加标量为别为 1.0mg/kg 和 5.0 mg/kg，加标回收率范围分别为 51.8%~121%，35.7%~89.2%。

方法的检出限、重复性限及再现性限、准确度等均满足国家标准制定相关质量控制要求。

方法各项特性指标达到预期要求。具体的《方法验证报告》，见附录一。

7 与开题报告的差异说明

方法开题时名称为《土壤、沉积物 杀虫剂 气相色谱法、气相色谱-质谱法或高效液相色谱法》。2011 年 11 月 17 日，环保部环境标准研究所在北京组织召开标准的开题论证会，根据专家意见，该标准拆分成 3 项标准，其中本方法所需要完成的标准名称为《土壤 沉积物 有机磷农药和菊酯类农药的测定 气相色谱-质谱法》。2015 年 5 月 14 日，环保部环境标准研究所在杭州组织召开该标准的专家审核会，把标准名称改为《土壤和沉积物 有机磷、菊酯类等 49 种农药的测定 气相色谱—质谱法》。

8 参考文献

- [1] 《水、土中有机磷农药测定气相色谱法》GB/T14552-2003。
- [2] 《土壤 质量六六六和滴滴涕的测定 气相色谱法》GB/T14550-93
- [3] 《水质 有机磷农药的测定 气相色谱法》GB/T13192-91
- [4] 《气相色谱法测定有机氯农药》EPA8081-2007
- [5] 《气相色谱法测定有机磷农药》EPA8141-2007
- [6] 《液相色谱法测定氨基甲酸酯农药》EPA8318-1994

- [7] 《气相色谱/质谱法测定挥发性有机物》EPA8270-2007
- [8] 《液相色谱/质谱法测定不挥发性有机物》EPA8325-1996
- [9] 《烟草及烟草制品拟除虫菊酯杀虫剂、有机磷杀虫剂、含氮农药残留量的测定》GB/T13595-2004
- [10] 《烟草及烟草制品有机氯农药残留量的测定气相色谱法》GB/T13596-2004
- [11] 《粮食、水果和蔬菜中有机磷农药测定气相色谱法》GB/T14553-2003
- [12] 《纺织品有机氯杀虫剂残留量的测定》GB/T18412-2006
- [13] 《蜂蜜、果汁和果酒中 497 种农药及相关化学品残留量的测定气相色谱-质谱法》GB/T19426-2006
- [14] 《水果和蔬菜中 500 种农药及相关化学品残留量的测定 气相色谱-质谱法》GB/T19648-2006
- [15] 《粮谷中 475 种农药及相关化学品残留量的测定气相色谱-质谱法》GB/T19649-2006
- [16] 《动物肌肉中 478 种农药及相关化学品残留量的测定 气相色谱-质谱法》GB/T19650-2006
- [17] 《水果和蔬菜中 450 种农药及相关化学品残留量的测定液相色谱-串联质谱法》GB/T20769-2008
- [18] 《粮谷中 486 种农药及相关化学品残留量的测定液相色谱-串联质谱法》GB/T20770-2008
- [19] 《蜂蜜中 486 种农药及相关化学品残留量的测定液相色谱-串联质谱法》GB/T20771-2008
- [20] 《动物肌肉中 461 种农药及相关化学品残留量的测定液相色谱-串联质谱法》GB/T20772-2008
- [21] 《桑枝、金银花、枸杞子和荷叶中 488 种农药及相关化学品残留量的测定气相色谱-质谱法》GB/T23200-2008
- [22] 《桑枝、金银花、枸杞子和荷叶中 413 种农药及相关化学品残留量的测定液相色谱-串联质谱法》GB/T23201-2008
- [23] 《食用菌中 440 种农药及相关化学品残留量的测定液相色谱-串联质谱法》GB/T23202-2008
- [24] 《茶叶中 519 种农药及相关化学品残留量的测定气相色谱-质谱法》GB/T23204-2008
- [25] 《茶叶中 448 种农药及相关化学品残留量的测定液相色谱-串联质谱法》GB/T23205-2008
- [26] 《果蔬汁、果酒中 512 种农药及相关化学品残留量的测定液相色谱-串联质谱法》GB/T23206-2008
- [27] 《河豚鱼、鳗鱼和对虾中 485 种农药及相关化学品残留量的测定气相色谱-质谱法》GB/T23207-2008
- [28] 《河豚鱼、鳗鱼和对虾中 450 种农药及相关化学品残留量的测定液相色谱-串联质谱法》GB/T23208-2008
- [29] 《牛奶和奶粉中 511 种农药及相关化学品残留量的测定气相色谱-质谱法》GB/T23210-2008
- [30] 《牛奶和奶粉中 493 种农药及相关化学品残留量的测定液相色谱-串联质谱法》GB/T23211-2008
- [31] 《饮用水中 450 种农药及相关化学品残留量的测定液相色谱-串联质谱法》

GB/T23214-2008

[32] 《食用菌中 503 种农药及相关化学品残留量的测定气相色谱-质谱法》

GB/T23216-2008

[33] 《冻兔肉中有机氯及拟除虫菊酯类农药残留的测定方法气相色谱/质谱法》

GB/T2795-2008

[34] 《茶叶中农药多残留测定气相色谱/质谱法》GB/T23376-2009

[35] 《饲料中 36 种农药多残留测定气相色谱-质谱法》GB/T23744-2009

[36] 《植物性食品中有机磷和农药多种残留测定》GB/T5009.145-2003

[37] 《植物性食品中有机氯和拟除虫菊酯类农药多种残留量的测定》

GB/T5009.146-2008

[38] 《动物性食品中有机磷农药多组分残留量测定》GB/T5009.161-2003

[39] 《动物性食品中有机氯农药和拟除虫菊酯农药多组分残留量的测定》

GB/T5009.162-2008

[40] 《动物性食品中氨基甲酸酯类农药多组分残留高效液相色谱测定》

GB/T5009.163-2003

[41] 《食品中有机氯农药多组分残留量的测定》GB/T5009.19-2008

[42] 《食品中有机磷农药残留量的测定》GB/T5009.20-2003

[43] 《糙米中 50 种有机磷农药残留量的测定》GB/T5009.207-2008

[44] 《水果和蔬菜中多种农药残留量的测定》GB/T5009.218-2008

[45] 《生活饮用水标准检验方法》GB/T5750.9-2006

[46] 《危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别》GB 5085.3-2007

[47] 《杂环类农药工业水污染物排放标准》GB21523-2008

[48] 《生活饮用水卫生标准》GB 5749-2006

[49] 《污水综合排放标准》GB8978-2002

[50] 《地表水环境质量标准》GB3838-2002

[51] 《农药工业水污染排放标准 菊酯类》(征求意见稿和编制说明), 沈阳化工研究院 2008 年

[52] 《有机磷类农药工业水污染排放标准》(征求意见稿和编制说明), 中国化工环保协会 2008 年

[53] 《危险废物鉴别标准 毒性物质含量鉴别》GB 5085.6-2007

[54] 《水质 百菌清和溴氰菊酯的测定 气相色谱法》HJ 698-2014

[55] 《水质 百菌清及拟除虫菊酯类农药的测定 气相色谱—质谱法》(征求意见稿和编制说明), 国家环境分析测试中心 2015 年

[56] 《气相色谱法测定多氯联苯》EPA8082-2007

[57] 《固相萃取—气相色谱法对河水与海水中 36 种农药残留的同时测定》, 分析测试学报, 2009, 12 (28): 1378-1383

方法验证报告

方法名称： 土壤和沉积物 有机磷、菊酯类等 49 种农药的测定
气相色谱-质谱法

项目承担单位： 浙江省环境监测中心

验证单位： 江苏省环境监测中心、湖北省环境监测中心站、杭州市环境监测中心
站、宁波市环境监测中心、嘉兴市环保监测站、绍兴市环境监测中心站

项目负责人及职称： 叶伟红 高工

通讯地址： 杭州市杭行路 208# 电话： 0571-89975350

报告编写人及职称： 叶伟红 高工

报告日期： 2013 年 6 月 6 日

1 原始测试数据

1.1 实验室基本情况

按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）的规定，组织 6 家有资质的实验室进行对《土壤和沉积物 有机磷、菊酯类等 49 种农药的测定 气相色谱-质谱法》进行方法验证，其中实验室 1 为江苏省环境监测中心、2 为湖北省环境监测中心站、3 为杭州市环境监测中心站、4 为宁波市环境监测中心、5 为嘉兴市环保监测站、6 为绍兴市环境监测中心站。

附表 1-1 参加验证的人员情况登记表

姓名	性别	年龄	职务或职称	所学专业	参加分析工作年份	方法验证单位名称
章勇	男	33	工程师	环境监测	2002 年	江苏省环境监测中心
王芸	女	35	工程师	环境化学	2003 年	
李爱民	男	34	主任	分析化学	2006 年	湖北省环境监测中心站
郭丽	女	32	高级工程师	环境科学	2008 年	
贺小敏	女	30	工程师	农药学	2008 年	
唐仿良	男	48	教授级高工	环境科学	1992 年	杭州市环境监测中心站
陈峰	男	29	工程师	环境科学	2008 年	
钱飞中	男	36	高级工程师	环境化学	1997 年	宁波市环境监测中心
赵倩	女	30	工程师	化学	2006 年	
陈钟铨	男	28	工程师	应用化学	2010 年	
胡文凌	女	31	工程师	分析化学	2007 年	嘉兴市环保监测站
李莉	女	32	工程师	分析化学	2007 年	
徐峰	男	34	高级工程师	环境科学	2001 年	绍兴市环境监测中心站

附表 1-2 使用仪器情况登记表

仪器名称	规格型号	性能状况	方法验证单位名称
气相色谱-质谱仪	Agilent 7890GC/5975MS	正常	江苏省环境监测中心
加速溶剂萃取仪	戴安 ASE300	正常	
净化设备	凝胶色谱仪	正常	
气相色谱-质谱仪	Agilent 7890A GC/5975C MS	正常	湖北省环境监测中心站
加速溶剂萃取仪	戴安 ASE300	正常	
净化设备	凝胶色谱仪	正常	
气相色谱-质谱仪	Agilent 7890A GC/5975C MS	正常	杭州市环境监测中心站
加速溶剂萃取仪	戴安 ASE300	正常	
净化设备	凝胶色谱仪	正常	
气相色谱-质谱仪	Agilent 7890A GC/5975C MS	正常	宁波市环境监测中心
加速溶剂萃取仪	戴安 ASE300	正常	
净化设备	凝胶色谱仪	正常	
气相色谱-质谱仪	Agilent 7890GC/5975MS	正常	嘉兴市环保监测站
加速溶剂萃取仪	戴安 ASE300	正常	
净化设备	凝胶色谱仪	正常	
气相色谱-质谱仪	Agilent 7890GC/5975MS	正常	绍兴市环境监测中心
加速溶剂萃取仪	戴安 ASE300	正常	
净化设备	凝胶色谱仪	正常	

附表 1-3 使用试剂及溶剂登记表

名称	厂家、规格	纯化处理方法	备注
甲苯	天地，农残级	/	/
二氯甲烷	天地，农残级	/	/
正己烷	JTBaker，农残级	/	/
丙酮	JTBaker，农残级	/	/
浓硫酸	JTBaker，农残级	/	/

硅胶	默克，色谱纯	/	/
无水硫酸钠	上海四有，分析纯	/	/
超纯水	Millipore 纯水机出水	/	/

1.2 检出限和测定下限测试数据

按照 HJ168 的检出限确定方法，对 6 家实验室测定《土壤和沉积物 有机磷、菊酯类等 49 种农药的测定 气相色谱-质谱法》中目标化合物（浓度 1.00mg/kg）的检出限和测定下限数据，剔除异常值汇总于附表 2-1。方法检出限测试结果汇总见表 2-2。

附表 2-1 方法检出限、测定下限测试数据表（mg/kg）—菊酯类农药

序号	化合物	测定结果（mg/kg）—江苏省环境监测中心							平均值 (mg/kg)	标准偏差 (mg/kg)	检出限 (mg/kg)	检测下限 (mg/kg)
		1	2	3	4	5	6	7				
1	反式丙烯菊酯	1.05	1.10	1.11	1.10	1.07	0.80	0.95	1.03	0.11	0.4	1.6
2	联苯菊酯	0.90	0.94	0.95	0.95	0.91	0.80	0.97	0.92	0.06	0.2	0.8
3	胺菊酯	1.03	1.08	1.09	1.10	1.07	0.85	0.85	1.01	0.11	0.4	1.6
4	甲氰菊酯	0.87	0.91	0.91	0.92	0.88	0.75	0.93	0.88	0.06	0.2	0.8
5	除虫菊酯	1.59	1.73	1.79	1.71	1.78	0.55	1.52	1.69	0.11	0.4	1.6
6	氯菊酯	0.91	0.95	0.95	0.96	0.92	0.88	0.88	0.92	0.03	0.1	0.4
7	顺式氯氟氰菊酯	0.98	1.01	1.02	1.01	0.98	0.54	1.00	0.93	0.17	0.6	2.4
8	氯氰菊酯	1.11	1.22	1.21	1.22	1.18	0.91	0.91	1.11	0.14	0.5	2.0
9	氰戊菊酯	1.00	1.08	1.08	1.08	1.05	0.85	0.85	1.00	0.11	0.4	1.6
10	溴氰菊酯	1.05	1.10	1.08	1.12	1.07	0.88	0.88	1.03	0.10	0.4	1.6
序号	化合物	测定结果（mg/kg）—湖北省环境监测中心站							平均值 (mg/kg)	标准偏差 (mg/kg)	检出限 (mg/kg)	检测下限 (mg/kg)
		1	2	3	4	5	6	7				
1	反式丙烯菊酯	0.990	1.00	1.03	1.05	1.05	1.03	1.00	1.02	0.023	0.1	0.4
2	联苯菊酯	0.948	0.935	0.981	0.992	0.976	1.00	0.940	0.967	0.026	0.1	0.4
3	胺菊酯	1.15	1.16	1.20	1.22	1.23	1.28	1.21	1.21	0.044	0.2	0.8
4	甲氰菊酯	0.937	0.940	0.984	1.00	0.990	1.01	0.954	0.974	0.030	0.1	0.4
5	除虫菊酯	1.24	1.38	1.38	1.44	1.44	1.48	1.43	1.40	0.077	0.3	1.2
6	氯菊酯	0.898	0.921	0.961	0.975	0.972	1.00	0.927	0.950	0.036	0.2	0.8
7	顺式氯氟氰菊酯	1.00	0.994	1.06	1.08	1.08	1.10	1.05	1.05	0.041	0.2	0.8
8	氯氰菊酯	1.11	1.13	1.20	1.26	1.25	1.28	1.29	1.22	0.072	0.3	1.2
9	氰戊菊酯	1.02	1.04	0.970	1.17	0.991	1.02	1.10	1.04	0.069	0.3	1.2
10	溴氰菊酯	1.09	1.13	1.21	1.27	1.27	1.34	1.31	1.23	0.094	0.3	1.2
序号	化合物	测定结果（mg/kg）—杭州市环境监测中心站							平均值 (mg/kg)	标准偏差 (mg/kg)	检出限 (mg/kg)	检测下限 (mg/kg)
		1	2	3	4	5	6	7				
1	反式丙烯菊酯	1.17	1.30	1.14	1.17	1.18	1.17	1.22	1.19	0.053	0.2	0.8
2	联苯菊酯	1.01	1.13	0.979	1.00	1.02	1.01	1.06	1.03	0.052	0.2	0.8
3	胺菊酯	1.57	1.70	1.50	1.52	1.52	1.52	1.52	1.55	0.071	0.3	1.2
4	甲氰菊酯	1.12	1.25	1.09	1.11	1.13	1.12	1.16	1.14	0.053	0.2	0.8

5	除虫菊酯	1.37	1.45	1.28	1.30	1.29	1.26	1.24	1.31	0.074	0.3	1.2
6	氯菊酯	1.31	1.42	1.26	1.29	1.29	1.28	1.31	1.31	0.053	0.2	0.8
7	顺式氯氟菊酯	1.04	1.16	1.01	1.03	1.05	1.04	1.03	1.05	0.05	0.2	0.8
8	氯氰菊酯	1.34	1.45	1.27	1.29	1.29	1.27	1.26	1.31	0.068	0.3	1.2
9	氰戊菊酯	1.18	1.28	1.11	1.12	1.12	1.10	1.08	1.14	0.066	0.3	1.2
10	溴氰菊酯	1.04	1.13	0.956	0.986	0.960	0.944	0.899	0.989	0.077	0.3	1.2
序号	化合物	测定结果 (mg/kg) —宁波市环境监测中心							平均值 (mg/kg)	标准偏差 (mg/kg)	检出限 (mg/kg)	检测下限 (mg/kg)
		1	2	3	4	5	6	7				
1	反式丙烯菊酯	1.12	1.11	1.18	1.2	1.18	1.22	1.15	1.16	0.0389	0.2	0.8
2	联苯菊酯	0.964	0.957	1.01	1.02	1.01	1.04	0.986	0.999	0.0314	0.1	0.4
3	胺菊酯	1.05	1.07	1.12	1.15	1.14	1.19	1.13	1.12	0.0478	0.2	0.8
4	甲氰菊酯	0.929	0.916	0.962	0.971	0.961	0.955	0.934	0.947	0.0205	0.1	0.4
5	除虫菊酯	1.34	1.51	1.6	1.64	1.64	1.69	1.67	1.58	0.123	0.4	1.6
6	氯菊酯	0.879	0.93	0.98	0.989	0.988	1.012	0.964	0.963	0.0449	0.2	0.8
7	顺式氯氟菊酯	0.982	0.976	1.02	1.04	1.03	1.04	0.997	1.01	0.0267	0.1	0.4
8	氯氰菊酯	1.22	1.21	1.29	1.32	1.31	1.36	1.3	1.29	0.054	0.2	0.8
9	氰戊菊酯	0.981	0.972	1.00	1.05	1.05	1.1	1.04	1.03	0.0454	0.2	0.8
10	溴氰菊酯	0.964	0.978	1.11	1.16	1.18	1.21	1.16	1.11	0.0989	0.4	1.6
序号	化合物	测定结果 (mg/kg) —嘉兴市环保监测站							平均值 (mg/kg)	标准偏差 (mg/kg)	检出限 (mg/kg)	检测下限 (mg/kg)
		1	2	3	4	5	6	7				
1	反式丙烯菊酯	0.979	0.951	0.989	0.999	0.987	1.01	0.92	0.976	0.0309	0.1	0.4
2	联苯菊酯	0.898	0.87	0.902	0.911	0.904	0.929	0.853	0.895	0.0256	0.1	0.4
3	胺菊酯	0.879	0.859	0.885	0.893	0.876	0.91	0.82	0.875	0.0287	0.1	0.4
4	甲氰菊酯	0.885	0.858	0.887	0.897	0.886	0.914	0.842	0.881	0.0241	0.1	0.4
5	除虫菊酯	0.998	1.04	1.07	1.08	1.02	1.09	0.99	1.041	0.0401	0.2	0.8
6	氯菊酯	0.847	0.891	0.914	0.924	0.908	0.951	0.879	0.902	0.0335	0.1	0.4
7	顺式氯氟菊酯	0.892	0.864	0.886	0.896	0.892	0.914	0.803	0.878	0.0363	0.2	0.8
8	氯氰菊酯	0.884	0.876	0.896	0.908	0.879	0.964	0.861	0.895	0.0337	0.2	0.8
9	氰戊菊酯	0.943	0.934	0.963	0.973	0.945	1.01	0.906	0.953	0.0329	0.1	0.4
10	溴氰菊酯	0.95	0.959	0.98	0.985	0.95	1.04	0.905	0.967	0.0414	0.2	0.8
序号	化合物	测定结果 (mg/kg) —绍兴市环境监测中心站							平均值 (mg/kg)	标准偏差 (mg/kg)	检出限 (mg/kg)	检测下限 (mg/kg)
		1	2	3	4	5	6	7				
1	反式丙烯菊酯	1.17	1.14	1.22	1.21	1.15	1.22	1.14	1.18	0.0364	0.2	0.8
2	联苯菊酯	1.04	1.00	1.08	1.06	1.03	1.08	1.02	1.05	0.0306	0.1	0.4
3	胺菊酯	1.08	1.06	1.14	1.11	1.08	1.13	1.07	1.10	0.0307	0.1	0.4
4	甲氰菊酯	0.947	0.924	0.998	0.973	0.948	0.981	0.928	0.957	0.0278	0.1	0.4
5	除虫菊酯	1.41	1.52	1.64	1.57	1.55	1.66	1.54	1.56	0.0811	0.3	1.2
6	氯菊酯	0.924	0.954	1.03	0.983	0.979	1.03	0.948	0.978	0.0403	0.2	0.8
7	顺式氯氟菊酯	1.14	1.00	1.21	1.05	1.04	1.08	1.02	1.08	0.0712	0.3	1.2

8	氯氰菊酯	1.05	1.07	1.15	1.11	1.11	1.17	1.08	1.11	0.0413	0.2	0.8
9	氰戊菊酯	1.05	1.07	1.14	1.12	1.10	1.15	1.07	1.10	0.0411	0.2	0.8
10	溴氰菊酯	1.26	1.31	1.39	1.33	1.34	1.44	1.31	1.34	0.0602	0.2	0.8

(续表 1) 附表 2-1—有机磷农药和杂环类农药

序号	化合物	测定结果 (mg/kg) —江苏省环境监测中心							(mg/kg) 平均值	(mg/kg) 标准偏差	(mg/kg) 检出限	(mg/kg) 检测下限
		1	2	3	4	5	6	7				
1	敌敌畏	0.77	0.71	0.76	0.68	0.74	0.74	0.75	0.73	0.03	0.1	0.4
2	速灭磷	0.90	0.95	1.01	0.99	0.96	0.93	0.96	0.96	0.04	0.2	0.8
3	虫线磷	0.83	0.92	0.97	0.95	0.89	0.91	0.95	0.92	0.05	0.2	0.8
4	内吸磷	0.73	0.82	0.88	0.82	0.80	0.83	0.82	0.82	0.05	0.2	0.8
5	灭克磷	0.90	1.01	1.04	1.03	0.96	0.98	1.01	0.99	0.05	0.2	0.8
6	治螟磷	0.91	1.01	1.02	1.01	0.95	0.91	0.95	0.97	0.05	0.2	0.8
7	甲拌磷	0.84	0.95	0.97	0.96	0.91	0.93	0.92	0.93	0.04	0.2	0.8
8	乐果	1.04	1.23	1.27	1.28	1.19	1.18	1.18	1.20	0.08	0.3	1.2
9	二嗪农	0.96	1.05	1.06	1.06	1.00	1.00	1.02	1.02	0.04	0.2	0.8
10	乙拌磷	0.79	0.84	0.90	0.87	0.84	0.83	0.88	0.85	0.04	0.2	0.8
11	安硫磷	0.84	0.37	0.49	0.50	0.62	0.54	0.42	0.54	0.15	0.5	2
12	甲基对硫磷	1.01	1.13	1.16	1.16	1.10	1.08	1.05	1.10	0.05	0.2	0.8
13	皮蝇磷	0.92	1.00	1.01	1.00	0.94	0.93	0.99	0.97	0.04	0.2	0.8
14	马拉硫磷	0.94	1.03	1.07	1.07	1.03	0.85	1.01	1.00	0.08	0.3	1.2
15	毒死蜱	0.95	0.95	1.02	1.03	0.99	0.94	1.01	0.99	0.04	0.2	0.8
16	甲拌磷砒	0.95	0.96	0.97	1.03	0.98	0.91	0.99	0.97	0.04	0.2	0.8
17	倍硫磷	0.90	0.96	0.97	0.99	0.97	0.91	0.92	0.95	0.03	0.2	0.8
18	对硫磷	0.96	1.04	1.05	1.06	1.02	0.98	1.04	1.02	0.04	0.2	0.8
19	粉锈宁	0.95	1.00	1.01	1.02	0.98	0.96	0.99	0.99	0.03	0.1	0.4
20	毒壤磷	0.89	0.96	0.97	0.96	0.89	0.91	0.91	0.93	0.04	0.2	0.8
21	育畜磷	1.07	1.16	1.19	1.20	1.15	1.15	1.11	1.15	0.05	0.2	0.8
22	锐进特	0.98	1.06	1.08	1.07	1.02	0.71	1.02	0.99	0.13	0.4	1.6
23	地胺磷	0.93	0.79	0.88	0.95	0.92	0.84	0.87	0.88	0.06	0.2	0.8
24	灭蚜磷	0.94	1.00	1.04	1.02	1.00	0.78	1.02	0.97	0.09	0.3	1.2
25	乐本松	0.95	1.01	1.03	1.01	0.97	0.98	1.01	0.99	0.03	0.1	0.4
26	丙硫磷	0.96	1.00	1.03	1.02	0.97	0.96	0.98	0.99	0.03	0.1	0.4
27	脱叶亚磷	0.87	0.97	0.98	0.98	0.90	0.92	0.96	0.94	0.05	0.2	0.8
28	丰索磷	0.69	0.61	0.57	0.54	0.50	0.43	0.61	0.56	0.09	0.3	1.2
29	倍硫磷砒	0.95	1.00	1.01	1.00	0.95	0.82	1.01	0.96	0.07	0.3	1.2
30	三硫磷	0.82	0.93	0.81	0.93	0.95	0.89	0.79	0.87	0.07	0.3	1.2
31	硫丹硫酸酯	0.93	0.99	0.98	0.98	0.92	0.92	0.94	0.95	0.03	0.1	0.4
32	增效醚	1.03	1.12	1.15	1.14	1.11	0.98	1.12	1.09	0.06	0.2	0.8
33	苯线磷亚砒	0.78	0.88	0.74	0.72	0.75	0.84	0.81	0.79	0.06	0.2	0.8
34	苯线磷砒	1.01	0.97	1.05	1.06	1.05	0.55	1.04	0.96	0.19	0.6	2.4
35	溴螨酯	0.98	1.03	1.05	1.04	0.99	0.98	0.98	1.01	0.03	0.1	0.4
36	溴苯磷	0.95	1.00	1.01	0.98	0.95	0.94	0.96	0.97	0.03	0.1	0.4
37	苯硫磷	0.82	0.95	0.93	0.79	0.95	0.89	0.81	0.87	0.07	0.3	1.2
38	吡啶硫磷	1.13	1.20	1.25	1.23	1.21	1.15	1.21	1.20	0.04	0.2	0.8
39	蝇毒磷	1.07	1.13	1.14	1.17	1.12	0.89	1.11	1.09	0.09	0.3	1.2

序号	化合物	测定结果 (mg/kg) —湖北省环境监测中心站							(mg/kg) 平均值	(mg/kg) 标准偏差	(mg/kg) 检出限	(mg/kg) 检测下限
		1	2	3	4	5	6	7				
1	敌敌畏	0.752	0.695	0.756	0.792	0.705	0.746	0.749	0.742	0.033	0.1	0.4
2	速灭磷	0.891	0.950	1.01	1.02	1.04	0.970	0.944	0.975	0.052	0.2	0.8
3	内吸磷	0.658	0.662	0.718	0.726	0.785	0.699	0.757	0.715	0.047	0.2	0.8
4	虫线磷	0.877	0.969	0.983	0.959	0.994	0.914	0.932	0.947	0.042	0.2	0.8
5	灭克磷	0.870	0.952	0.974	0.955	0.997	0.921	0.935	0.943	0.041	0.2	0.8
6	甲拌磷	0.808	0.855	0.885	0.873	0.906	0.826	0.865	0.860	0.034	0.2	0.8
7	治螟磷	0.875	0.950	0.969	0.946	0.980	0.904	0.881	0.929	0.042	0.2	0.8
8	二嗪农	0.907	0.981	1.00	0.983	1.01	0.943	0.940	0.967	0.038	0.2	0.8
9	乙拌磷	0.774	0.762	0.807	0.777	0.834	0.763	0.795	0.787	0.026	0.1	0.4
10	乐果	1.10	1.28	1.31	1.28	1.38	1.24	1.22	1.26	0.088	0.3	1.2
11	皮蝇磷	0.899	0.977	0.995	0.947	1.01	0.936	0.939	0.957	0.037	0.2	0.8
12	毒死蜱	0.905	0.985	1.00	0.994	1.03	0.959	0.958	0.976	0.039	0.2	0.8
13	甲基对硫磷	0.912	0.994	1.03	1.04	1.11	0.928	0.947	0.994	0.071	0.3	1.2
14	毒壤磷	0.904	0.970	0.973	0.941	0.993	0.923	0.931	0.948	0.032	0.1	0.4
15	安硫磷	0.872	0.367	0.535	0.745	0.550	0.672	0.581	0.617	0.163	0.6	2.4
16	倍硫磷	0.904	0.959	0.982	0.961	0.992	0.936	0.930	0.952	0.031	0.1	0.4
17	马拉硫磷	0.931	1.02	1.07	1.07	1.10	1.029	0.852	1.01	0.089	0.3	1.2
18	粉锈宁	0.948	1.00	1.01	0.988	1.02	0.958	0.950	0.983	0.030	0.1	0.4
19	对硫磷	0.898	0.973	0.986	0.975	1.02	0.946	0.928	0.960	0.039	0.2	0.8
20	育畜磷	0.978	1.07	1.15	1.15	1.22	1.13	1.11	1.12	0.077	0.3	1.2
21	甲拌磷砒	0.950	1.04	1.09	1.06	1.10	1.03	0.951	1.03	0.061	0.2	0.8
22	灭蚜磷	0.951	1.03	1.07	1.06	1.07	1.03	0.811	1.00	0.095	0.3	1.2
23	丙硫磷	0.922	0.985	0.997	0.977	1.019	0.947	0.942	0.970	0.034	0.2	0.8
24	脱叶亚磷	0.812	0.910	0.939	0.872	0.967	0.852	0.887	0.891	0.053	0.2	0.8
25	乐本松	0.966	1.04	1.11	1.13	1.21	1.11	1.10	1.10	0.076	0.3	1.2
26	地胺磷	0.889	0.718	0.820	0.900	0.955	0.900	0.785	0.852	0.082	0.3	1.2
27	三硫磷	0.948	1.01	1.04	1.02	1.05	0.986	0.972	1.00	0.035	0.2	0.8
28	增效醚	0.923	0.962	0.997	0.991	1.013	0.976	0.763	0.946	0.086	0.3	1.2
29	锐进特	0.986	1.07	1.11	1.08	1.12	1.06	0.748	1.02	0.130	0.5	2
30	丰索磷	1.00	1.06	1.12	1.12	1.16	1.10	0.883	1.06	0.094	0.3	1.2
31	倍硫磷砒	1.00	1.08	1.12	1.11	1.15	1.07	0.907	1.06	0.082	0.3	1.2
32	硫丹硫酸酯	0.990	1.05	1.08	1.04	1.10	1.01	1.04	1.04	0.037	0.2	0.8
33	溴螨酯	1.02	1.10	1.13	1.10	1.14	1.07	1.06	1.09	0.043	0.2	0.8
34	溴苯磷	0.923	0.987	1.018	0.961	1.016	0.968	0.957	0.976	0.034	0.2	0.8
35	苯硫磷	0.885	0.938	0.969	0.970	1.034	0.945	0.931	0.953	0.046	0.2	0.8
36	苯线磷亚砒	0.137	0.059	0.103	0.199	0.198	0.186	0.090	0.139	0.057	0.2	0.8
37	苯线磷砒	0.887	0.861	1.002	1.044	1.110	1.056	0.500	0.923	0.207	0.7	2.8
38	吡啉硫磷	1.04	1.13	1.25	1.27	1.34	1.24	1.13	1.20	0.103	0.4	1.6
39	蝇毒磷	1.04	1.13	1.19	1.19	1.23	1.15	0.881	1.12	0.120	0.4	1.6
序号	化合物	测定结果 (mg/kg) —杭州市环境监测中心站							(mg/kg) 平均值	(mg/kg) 标准偏差	(mg/kg) 检出限	(mg/kg) 检测下限
		1	2	3	4	5	6	7				
1	敌敌畏	0.873	0.742	0.834	0.916	0.878	0.887	0.867	0.857	0.056	0.2	0.8
2	速灭磷	0.734	0.743	0.833	0.900	1.04	0.907	1.03	0.883	0.122	0.4	1.6
3	内吸磷	0.585	0.671	0.697	0.736	1.03	0.868	1.02	0.800	0.174	0.6	2.4

4	虫线磷	0.785	0.828	0.860	0.896	1.02	0.862	1.01	0.894	0.089	0.3	1.2
5	灭克磷	0.793	0.824	0.870	0.901	1.03	0.873	1.02	0.902	0.093	0.3	1.2
6	甲拌磷	0.763	0.806	0.843	0.871	1.03	0.851	1.02	0.883	0.102	0.4	1.6
7	治螟磷	0.815	0.856	0.894	0.935	1.08	0.908	1.06	0.935	0.099	0.4	1.6
8	二嗪农	0.824	0.851	0.885	0.930	1.05	0.897	1.04	0.926	0.090	0.3	1.2
9	乙拌磷	0.905	0.896	0.918	0.850	1.03	0.820	1.02	0.919	0.078	0.3	1.2
10	乐果	0.760	0.806	0.869	0.911	1.07	0.901	1.06	0.911	0.118	0.4	1.6
11	皮蝇磷	0.865	0.877	0.905	0.919	1.05	0.894	1.04	0.935	0.077	0.3	1.2
12	毒死蜱	0.855	0.873	0.897	0.936	1.05	0.900	1.04	0.935	0.077	0.3	1.2
13	甲基对硫磷	0.797	0.822	0.865	0.923	1.08	0.896	1.07	0.921	0.111	0.4	1.6
14	毒壤磷	0.868	0.871	0.894	0.912	1.03	0.890	1.02	0.926	0.069	0.3	1.2
15	安硫磷	0.861	0.880	0.932	0.986	1.13	0.974	1.12	0.984	0.107	0.4	1.6
16	倍硫磷	0.869	0.880	0.903	0.929	1.05	0.905	1.04	0.940	0.076	0.3	1.2
17	马拉硫磷	0.905	0.940	1.00	1.09	1.27	1.09	1.26	1.08	0.143	0.5	2.0
18	粉锈宁	0.825	0.833	0.868	0.914	1.04	0.889	1.03	0.913	0.086	0.3	1.2
19	对硫磷	0.833	0.845	0.884	0.933	1.08	0.901	1.07	0.935	0.102	0.4	1.6
20	育畜磷	0.627	0.653	0.765	0.862	1.09	0.939	1.08	0.859	0.189	0.6	2.4
21	甲拌磷砒	0.808	0.824	0.874	0.848	1.05	0.868	1.04	0.900	0.098	0.4	1.6
22	灭蚜磷	1.03	1.04	1.10	1.17	1.33	1.16	1.32	1.16	0.123	0.4	1.6
23	丙硫磷	0.840	0.854	0.888	0.924	1.06	0.900	1.05	0.930	0.088	0.3	1.2
24	脱叶亚磷	0.775	0.815	0.872	0.856	1.06	0.859	1.05	0.899	0.114	0.4	1.6
25	乐本松	0.726	0.740	0.820	0.900	1.09	0.920	1.07	0.894	0.145	0.5	2.0
26	地胺磷	0.736	0.542	0.721	0.949	1.26	1.11	1.25	0.938	0.282	0.9	3.6
27	三硫磷	0.798	0.815	0.851	0.903	1.05	0.895	1.04	0.908	0.102	0.4	1.6
28	增效醚	0.933	0.799	0.709	1.12	0.914	1.08	0.903	0.923	0.145	0.5	2.0
29	锐进特	0.819	0.860	0.936	1.02	1.22	1.03	1.21	1.01	0.156	0.5	2.0
30	丰索磷	0.977	0.981	1.07	1.12	1.28	1.13	1.27	1.12	0.122	0.4	1.6
31	倍硫磷砒	0.91	0.941	1.01	1.07	1.25	1.08	1.24	1.07	0.134	0.5	2.0
32	硫丹硫酸酯	0.895	0.894	0.909	0.941	1.06	0.897	1.05	0.948	0.072	0.3	1.2
33	溴螨酯	0.830	0.834	0.882	0.926	1.06	0.910	1.05	0.928	0.095	0.3	1.2
34	溴苯磷	0.820	0.836	0.879	0.894	1.05	0.906	1.04	0.917	0.091	0.3	1.2
35	苯硫磷	0.797	0.817	0.869	0.933	1.11	0.916	1.10	0.934	0.125	0.4	1.6
36	苯线磷亚砒	0.665	0.771	0.922	1.07	1.32	1.20	1.31	1.04	0.261	0.9	3.6
37	苯线磷砒	0.600	0.569	0.660	0.832	1.14	1.00	1.13	0.848	0.246	0.8	3.2
38	吡啶硫磷	0.591	0.640	0.787	0.923	1.21	1.04	1.20	0.912	0.251	0.8	3.2
39	蝇毒磷	0.864	0.924	1.03	1.14	1.39	1.19	1.38	1.13	0.207	0.7	2.8
序号	化合物	测定结果 (mg/kg) — 宁波市环境监测中心							平均值 (mg/kg)	标准偏差 (mg/kg)	检出限 (mg/kg)	检测下限 (mg/kg)
		1	2	3	4	5	6	7				
1	敌敌畏	0.827	0.746	0.797	0.824	0.72	0.784	0.782	0.783	0.0391	0.2	0.8
2	速灭磷	1.03	1.08	1.13	1.11	1.13	1.07	1.05	1.08	0.0388	0.2	0.8
3	虫线磷	0.946	1.04	1.06	1.03	1.05	0.963	0.991	1.01	0.0441	0.2	0.8
4	灭克磷	0.954	1.04	1.07	1.04	1.08	1.00	1.02	1.03	0.0427	0.2	0.8
5	甲拌磷	0.914	1.01	1.04	0.996	1.06	0.978	0.998	1.00	0.0477	0.2	0.8
6	治螟磷	0.937	1.03	1.06	1.04	1.08	1.00	0.967	1.02	0.0505	0.2	0.8
7	二嗪农	0.962	1.05	1.07	1.05	1.08	1.01	0.999	1.03	0.0419	0.2	0.8
8	乙拌磷	0.867	0.918	0.964	0.875	0.986	0.904	0.904	0.917	0.0439	0.2	0.8
9	乐果	1.21	1.39	1.42	1.37	1.46	1.35	1.34	1.36	0.0807	0.3	1.2

10	皮蝇磷	0.938	1.02	1.03	0.991	1.04	0.973	0.974	0.995	0.0363	0.2	0.8
11	毒死蜱	0.972	1.06	1.07	1.05	1.08	1.02	1.01	1.04	0.0387	0.2	0.8
12	甲基对硫磷	0.973	1.07	1.09	1.06	1.10	1.03	1.03	1.05	0.0428	0.2	0.8
13	毒壤磷	0.92	0.991	1.00	0.976	1.01	0.946	0.949	0.971	0.0332	0.1	0.4
14	安硫磷	0.996	0.421	0.598	0.824	0.606	0.755	0.666	0.695	0.184	0.6	2.4
15	倍硫磷	0.96	1.03	1.05	1.03	1.06	1.01	0.996	1.02	0.0346	0.2	0.8
16	马拉硫磷	1.13	1.23	1.26	1.25	1.28	1.22	1.02	1.2	0.0918	0.3	1.2
17	粉锈宁	0.996	1.07	1.1	1.09	1.11	1.04	1.04	1.06	0.0401	0.2	0.8
18	对硫磷	1.04	1.14	1.17	1.15	1.2	1.13	1.10	1.13	0.0531	0.2	0.8
19	育畜磷	1.26	1.39	1.46	1.46	1.53	1.45	1.46	1.43	0.0841	0.3	1.2
20	甲拌磷砒	1.06	1.15	1.18	1.16	1.19	1.13	1.04	1.13	0.059	0.2	0.8
21	灭蚜磷	1.07	1.17	1.2	1.18	1.2	1.15	0.917	1.13	0.101	0.4	1.6
22	丙硫磷	0.947	1.02	1.03	1.01	1.04	0.977	0.971	1.00	0.0339	0.2	0.8
23	脱叶亚磷	1.06	1.20	1.24	1.15	1.27	1.13	1.17	1.17	0.0701	0.3	1.2
24	乐本松	1.11	1.18	1.22	1.2	1.24	1.18	1.18	1.19	0.0427	0.2	0.8
25	地胺磷	1.06	0.858	0.968	1.07	1.13	1.08	0.991	1.02	0.0909	0.3	1.2
26	三硫磷	1.05	1.15	1.17	1.15	1.2	1.12	1.12	1.14	0.0492	0.2	0.8
27	增效醚	1.08	1.18	1.22	1.2	1.25	1.2	0.948	1.15	0.105	0.4	1.6
28	锐进特	1.27	1.38	1.43	1.42	1.45	1.38	0.971	1.33	0.168	0.6	2.4
29	丰索磷	1.32	1.44	1.54	1.55	1.63	1.55	1.27	1.47	0.132	0.5	2.0
30	倍硫磷砒	1.08	1.17	1.20	1.18	1.21	1.14	0.981	1.14	0.0804	0.3	1.2
31	硫丹硫酸酯	0.972	1.04	1.06	1.03	1.07	1.00	0.99	1.02	0.0351	0.2	0.8
32	溴螨酯	1.09	1.18	1.20	1.19	1.22	1.15	1.15	1.17	0.0432	0.2	0.8
33	溴苯磷	0.978	1.05	1.07	1.02	1.07	1.02	1.02	1.03	0.0342	0.2	0.8
34	苯硫磷	1.12	1.22	1.27	1.25	1.31	1.23	1.20	1.23	0.0602	0.2	0.8
35	苯线磷亚砒	0.582	0.234	0.431	0.773	0.789	0.761	0.457	0.58	0.212	0.7	2.8
36	苯线磷砒	1.33	1.29	1.44	1.48	1.56	1.51	0.801	1.34	0.258	0.9	3.6
37	吡啉硫磷	1.33	1.43	1.5	1.52	1.56	1.49	1.43	1.46	0.0772	0.3	1.2
38	蝇毒磷	1.17	1.27	1.32	1.32	1.36	1.29	1.02	1.25	0.115	0.4	1.6
39	内吸磷	0.95	1.05	1.13	1.03	1.19	1.09	1.11	1.08	0.08	0.3	1.2
序号	化合物	测定结果 (mg/kg) — 嘉兴市环保监测站							平均值 (mg/kg)	标准偏差 (mg/kg)	检出限 (mg/kg)	检测下限 (mg/kg)
		1	2	3	4	5	6	7				
1	敌敌畏	0.639	0.607	0.626	0.697	0.712	0.779	0.782	0.692	0.0713	0.3	1.2
2	速灭磷	0.820	0.747	0.658	0.903	0.815	0.897	0.844	0.812	0.0862	0.3	1.2
3	内吸磷	0.700	0.599	0.559	0.775	0.711	0.752	0.639	0.676	0.0800	0.3	1.2
4	虫线磷	0.826	0.761	0.667	0.894	0.821	0.868	0.850	0.812	0.0766	0.3	1.2
5	灭克磷	0.828	0.759	0.665	0.893	0.816	0.875	0.831	0.810	0.0770	0.3	1.2
6	甲拌磷	0.793	0.729	0.636	0.865	0.795	0.846	0.790	0.779	0.0768	0.3	1.2
7	治螟磷	0.846	0.775	0.682	0.901	0.828	0.865	0.837	0.819	0.0715	0.3	1.2
8	二嗪农	0.882	0.804	0.719	0.930	0.864	0.901	0.854	0.851	0.0701	0.3	1.2
9	乙拌磷	0.693	0.586	0.569	0.736	0.676	0.688	0.599	0.650	0.0641	0.2	0.8
10	乐果	0.876	0.788	0.722	0.929	0.867	0.937	0.786	0.844	0.0804	0.3	1.2
11	皮蝇磷	0.860	0.784	0.699	0.909	0.847	0.883	0.803	0.826	0.0709	0.3	1.2
12	毒死蜱	0.935	0.852	0.766	0.988	0.920	0.962	0.877	0.900	0.0753	0.3	1.2
13	甲基对硫磷	0.860	0.775	0.697	0.902	0.838	0.884	0.780	0.819	0.0725	0.3	1.2
14	毒壤磷	0.914	0.835	0.752	0.959	0.899	0.922	0.870	0.879	0.0683	0.3	1.2
15	安硫磷	0.921	0.839	0.743	0.985	0.918	0.966	0.818	0.884	0.0873	0.3	1.2

16	倍硫磷	0.851	0.765	0.703	0.894	0.834	0.854	0.774	0.811	0.0658	0.3	1.2
17	马拉硫磷	0.905	0.824	0.738	0.951	0.887	0.922	0.824	0.864	0.0733	0.3	1.2
18	粉锈宁	0.891	0.804	0.735	0.927	0.863	0.896	0.833	0.850	0.0652	0.3	1.2
19	对硫磷	0.886	0.773	0.694	0.922	0.842	0.927	0.698	0.820	0.0997	0.4	1.6
20	育畜磷	0.891	0.776	0.700	0.923	0.845	0.928	0.690	0.822	0.101	0.4	1.6
21	甲拌磷砒	0.873	0.791	0.724	0.918	0.857	0.889	0.789	0.834	0.0684	0.3	1.2
22	灭蚜磷	0.880	0.800	0.731	0.925	0.866	0.902	0.800	0.843	0.0687	0.3	1.2
23	丙硫磷	0.892	0.809	0.735	0.928	0.869	0.891	0.827	0.850	0.0650	0.2	0.8
24	脱叶亚磷	0.792	0.645	0.651	0.809	0.751	0.756	0.680	0.726	0.0672	0.3	1.2
25	乐本松	0.881	0.792	0.723	0.930	0.864	0.915	0.756	0.837	0.0806	0.3	1.2
26	地胺磷	0.898	0.788	0.707	0.936	0.861	0.979	0.699	0.838	0.110	0.4	1.6
27	三硫磷	0.900	0.844	0.758	0.960	0.906	0.952	0.849	0.881	0.0705	0.3	1.2
28	增效醚	0.888	0.803	0.726	0.934	0.883	0.969	0.788	0.856	0.0865	0.3	1.2
29	锐进特	0.927	0.844	0.754	0.978	0.908	0.988	0.779	0.883	0.0927	0.3	1.2
30	丰索磷	0.919	0.814	0.710	0.966	0.871	1.030	0.669	0.854	0.132	0.5	2.0
31	倍硫磷砒	0.905	0.820	0.755	0.973	0.920	1.010	0.803	0.884	0.0938	0.3	1.2
32	硫丹硫酸酯	0.888	0.812	0.750	0.939	0.889	0.904	0.835	0.860	0.0643	0.2	0.8
33	溴螨酯	0.939	0.839	0.763	0.975	0.912	0.966	0.818	0.887	0.0814	0.3	1.2
34	溴苯磷	0.906	0.816	0.745	0.954	0.892	0.943	0.788	0.863	0.0808	0.3	1.2
35	苯硫磷	0.882	0.778	0.694	0.921	0.845	0.941	0.649	0.816	0.113	0.4	1.6
36	苯线磷亚砒	1.030	0.841	0.817	1.030	0.941	1.160	0.742	0.937	0.146	0.5	2.0
37	苯线磷砒	0.974	0.848	0.769	1.010	0.935	1.070	0.733	0.906	0.126	0.4	1.6
38	吡啶硫磷	0.967	0.862	0.781	1.010	0.958	1.090	0.760	0.918	0.122	0.4	1.6
39	蝇毒磷	1.010	0.899	0.818	1.090	1.010	1.100	0.791	0.960	0.125	0.4	1.6
序号	化合物	测定结果 (mg/kg) —绍兴市环境监测中心站							(mg/kg) 平均值	(mg/kg) 标准偏差	(mg/kg) 检出限	(mg/kg) 检测下限
		1	2	3	4	5	6	7				
1	敌敌畏	0.702	0.623	0.666	0.694	0.607	0.657	0.658	0.658	0.0344	0.2	0.8
2	速灭磷	0.838	0.861	0.901	0.902	0.923	0.865	0.852	0.877	0.0313	0.1	0.4
3	内吸磷	0.677	0.752	0.773	0.704	0.801	0.720	0.756	0.740	0.0425	0.2	0.8
4	虫线磷	0.831	0.914	0.919	0.898	0.930	0.848	0.875	0.888	0.0377	0.2	0.8
5	灭克磷	0.821	0.899	0.911	0.899	0.933	0.861	0.884	0.887	0.0367	0.2	0.8
6	甲拌磷	0.777	0.850	0.860	0.836	0.886	0.798	0.835	0.835	0.0369	0.2	0.8
7	治螟磷	0.810	0.883	0.890	0.880	0.911	0.836	0.809	0.860	0.0410	0.2	0.8
8	二嗪农	0.845	0.921	0.932	0.916	0.943	0.874	0.867	0.900	0.0372	0.2	0.8
9	乙拌磷	0.748	0.805	0.828	0.758	0.855	0.769	0.783	0.792	0.0391	0.2	0.8
10	乐果	0.973	1.14	1.14	1.11	1.19	1.08	1.09	1.10	0.0678	0.3	1.2
11	皮蝇磷	0.824	0.896	0.901	0.856	0.901	0.838	0.834	0.864	0.0341	0.2	0.8
12	毒死蜱	0.848	0.935	0.935	0.919	0.947	0.883	0.879	0.907	0.0368	0.2	0.8
13	甲基对硫磷	0.849	0.933	0.937	0.926	0.963	0.894	0.903	0.915	0.0368	0.2	0.8
14	毒壤磷	0.823	0.903	0.898	0.879	0.906	0.849	0.851	0.873	0.0322	0.1	0.4
15	安硫磷	0.721	0.287	0.411	0.582	0.420	0.526	0.462	0.487	0.139	0.5	2.0
16	倍硫磷	0.847	0.905	0.913	0.889	0.923	0.863	0.859	0.886	0.0295	0.1	0.4
17	马拉硫磷	0.864	0.938	0.959	0.955	0.976	0.913	0.767	0.910	0.0732	0.3	1.2
18	粉锈宁	0.875	0.951	0.968	0.954	0.977	0.917	0.920	0.937	0.0355	0.2	0.8
19	对硫磷	0.910	0.995	1.026	1.013	1.066	0.973	0.962	0.992	0.0499	0.2	0.8
20	育畜磷	0.958	1.04	1.11	1.12	1.18	1.11	1.13	1.09	0.0716	0.3	1.2
21	甲拌磷砒	0.856	0.926	0.942	0.929	0.955	0.899	0.828	0.905	0.0470	0.2	0.8

22	灭蚜磷	0.868	0.929	0.953	0.960	0.972	0.907	0.724	0.902	0.0862	0.3	1.2
23	丙硫磷	0.848	0.919	0.923	0.902	0.937	0.870	0.865	0.895	0.0340	0.2	0.8
24	脱叶亚磷	0.794	0.899	0.922	0.853	0.946	0.843	0.866	0.875	0.0516	0.2	0.8
25	乐本松	0.862	0.941	0.960	0.952	0.983	0.912	0.929	0.934	0.0390	0.2	0.8
26	地胺磷	0.872	0.684	0.787	0.883	0.943	0.892	0.818	0.840	0.0853	0.3	1.2
27	三硫磷	0.886	0.980	0.979	0.987	1.01	0.937	0.937	0.960	0.0424	0.2	0.8
28	增效醚	0.912	0.998	1.01	0.998	1.03	0.976	0.762	0.956	0.0937	0.3	1.2
29	锐进特	0.936	1.01	1.04	1.04	1.07	1.01	0.686	0.970	0.132	0.5	2.0
30	丰索磷	1.09	1.19	1.25	1.28	1.35	1.28	1.03	1.21	0.115	0.4	1.6
31	倍硫磷砒	0.864	0.957	0.959	0.941	0.972	0.908	0.777	0.911	0.0699	0.3	1.2
32	硫丹硫酸酯	0.847	0.924	0.922	0.903	0.931	0.868	0.863	0.894	0.0342	0.2	0.8
33	溴螨酯	0.899	0.991	0.997	0.987	1.02	0.958	0.938	0.970	0.0408	0.2	0.8
34	溴苯磷	0.866	0.959	0.961	0.904	0.961	0.904	0.903	0.922	0.0379	0.2	0.8
35	苯硫磷	0.973	1.02	1.07	1.07	1.12	1.02	1.02	1.04	0.0483	0.2	0.8
36	苯线磷亚砒	0.130	0.0539	0.0861	0.162	0.162	0.162	0.091	0.121	0.0443	0.2	0.8
37	苯线磷砒	0.890	0.843	0.950	0.989	1.06	1.02	0.489	0.891	0.191	0.6	2.4
38	吡啶硫磷	0.926	0.991	1.03	1.04	1.08	1.01	0.954	1.00	0.0518	0.2	0.8
39	蝇毒磷	0.941	1.04	1.06	1.04	1.09	1.00	0.795	0.994	0.0991	0.4	1.6

附表 2-2 方法检测限和测定下限汇总表 (mg/kg)

实验 室号	反式丙烯菊酯		联苯菊酯		胺菊酯		甲氧菊酯		除虫菊酯	
	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限
1	0.4	1.6	0.2	0.8	0.4	1.6	0.2	0.8	0.4	1.6
2	0.1	0.4	0.1	0.4	0.2	0.8	0.1	0.4	0.3	1.2
3	0.2	0.8	0.2	0.8	0.3	1.2	0.2	0.8	0.3	1.2
4	0.2	0.8	0.1	0.4	0.2	0.8	0.1	0.4	0.4	1.6
5	0.1	0.4	0.1	0.4	0.1	0.4	0.1	0.4	0.2	0.8
6	0.2	0.8	0.1	0.4	0.1	0.4	0.1	0.4	0.3	1.2
实验 室号	氯菊酯		顺式氯氟菊酯		氯氰菊酯		氰戊菊酯		溴氰菊酯	
	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限
1	0.1	0.4	0.6	2.4	0.5	2.0	0.4	1.6	0.4	1.6
2	0.2	0.8	0.2	0.8	0.3	1.2	0.3	1.2	0.3	1.2
3	0.2	0.8	0.2	0.8	0.3	1.2	0.3	1.2	0.3	1.2
4	0.2	0.8	0.1	0.4	0.2	0.8	0.2	0.8	0.4	1.6
5	0.1	0.4	0.2	0.8	0.2	0.8	0.1	0.4	0.2	0.8
6	0.2	0.8	0.3	1.2	0.2	0.8	0.2	0.8	0.2	0.8
实验 室号	敌敌畏		速灭磷		虫线磷		内吸磷		灭克磷	
	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限
1	0.1	0.4	0.2	0.8	0.2	0.8	0.2	0.8	0.2	0.8
2	0.1	0.4	0.2	0.8	0.2	0.8	0.2	0.8	0.2	0.8
3	0.2	0.8	0.4	1.6	0.3	1.2	0.6	2.4	0.3	1.2
4	0.2	0.8	0.2	0.8	0.2	0.8	0.3	1.2	0.2	0.8
5	0.3	1.2	0.3	1.2	0.3	1.2	0.3	1.2	0.3	1.2
6	0.2	0.8	0.1	0.4	0.2	0.8	0.2	0.8	0.2	0.8
实验 室号	治螟磷		甲拌磷		二嗪农		乙拌磷		乐果	
	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限
1	0.2	0.8	0.2	0.8	0.3	1.2	0.2	0.8	0.2	0.8
2	0.2	0.8	0.2	0.8	0.2	0.8	0.1	0.4	0.3	1.2
3	0.4	1.6	0.4	1.6	0.3	1.2	0.3	1.2	0.4	1.6
4	0.2	0.8	0.2	0.8	0.2	0.8	0.2	0.8	0.3	1.2
5	0.3	1.2	0.3	1.2	0.3	1.2	0.2	0.8	0.3	1.2
6	0.2	0.8	0.2	0.8	0.2	0.8	0.2	0.8	0.3	1.2
实验 室号	安硫磷		甲基对硫磷		皮蝇磷		马拉硫磷		毒死蜱	
	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限

1	0.5	2	0.2	0.8	0.2	0.8	0.3	1.2	0.2	0.8
2	0.6	2.4	0.3	1.2	0.2	0.8	0.3	1.2	0.2	0.8
3	0.4	1.6	0.4	1.6	0.3	1.2	0.5	2.0	0.3	1.2
4	0.6	2.4	0.2	0.8	0.2	0.8	0.3	1.2	0.2	0.8
5	0.3	1.2	0.3	1.2	0.3	1.2	0.3	1.2	0.3	1.2
6	0.5	2.0	0.2	0.8	0.2	0.8	0.3	1.2	0.2	0.8
实验 室号	甲拌磷砒		倍硫磷		对硫磷		粉锈宁		毒壤磷	
	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限
1	0.2	0.8	0.2	0.8	0.2	0.8	0.1	0.4	0.2	0.8
2	0.2	0.8	0.1	0.4	0.2	0.8	0.1	0.4	0.1	0.4
3	0.4	1.6	0.3	1.2	0.4	1.6	0.3	1.2	0.3	1.2
4	0.2	0.8	0.2	0.8	0.2	0.8	0.2	0.8	0.1	0.4
5	0.3	1.2	0.3	1.2	0.4	1.6	0.3	1.2	0.3	1.2
6	0.2	0.8	0.1	0.4	0.2	0.8	0.2	0.8	0.1	0.4
实验 室号	育苗磷		锐进特		地胺磷		灭蚜磷		乐本松	
	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限
1	0.2	0.8	0.4	1.6	0.2	0.8	0.3	1.2	0.1	0.4
2	0.3	1.2	0.5	2	0.3	1.2	0.3	1.2	0.3	1.2
3	0.6	2.4	0.5	2.0	0.9	3.6	0.4	1.6	0.5	2.0
4	0.3	1.2	0.6	2.4	0.3	1.2	0.4	1.6	0.2	0.8
5	0.4	1.6	0.3	1.2	0.4	1.6	0.3	1.2	0.3	1.2
6	0.3	1.2	0.5	2.0	0.3	1.2	0.3	1.2	0.2	0.8
实验 室号	丙硫磷		脱叶亚磷		丰索磷		倍硫磷砒		三硫磷	
	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限
1	0.1	0.4	0.2	0.8	0.3	1.2	0.3	1.2	0.3	1.2
2	0.2	0.8	0.2	0.8	0.3	1.2	0.3	1.2	0.2	0.8
3	0.3	1.2	0.4	1.6	0.4	1.6	0.5	2.0	0.4	1.6
4	0.2	0.8	0.3	1.2	0.5	2.0	0.3	1.2	0.2	0.8
5	0.2	0.8	0.3	1.2	0.5	2.0	0.3	1.2	0.3	1.2
6	0.2	0.8	0.2	0.8	0.4	1.6	0.3	1.2	0.2	0.8
实验 室号	硫丹硫酸酯		增效醚		苯线磷亚砒		苯线磷砒		溴螨酯	
	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限
1	0.1	0.4	0.2	0.8	0.2	0.8	0.6	2.4	0.1	0.4
2	0.2	0.8	0.3	1.2	0.2	0.8	0.7	2.8	0.2	0.8
3	0.3	1.2	0.5	2.0	0.9	3.6	0.8	3.2	0.3	1.2
4	0.2	0.8	0.4	1.6	0.7	2.8	0.9	3.6	0.2	0.8
5	0.2	0.8	0.3	1.2	0.5	2.0	0.4	1.6	0.3	1.2
6	0.2	0.8	0.3	1.2	0.2	0.8	0.6	2.4	0.2	0.8
实验 室号	溴苯磷		苯硫磷		吡啶硫磷		蝇毒磷			
	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限	检测限	测定下限
1	0.1	0.4	0.3	1.2	0.2	0.8	0.3	1.2		
2	0.2	0.8	0.2	0.8	0.4	1.6	0.4	1.6		
3	0.3	1.2	0.4	1.6	0.8	3.2	0.7	2.8		
4	0.2	0.8	0.2	0.8	0.3	1.2	0.4	1.6		
5	0.3	1.2	0.4	1.6	0.4	1.6	0.4	1.6		
6	0.2	0.8	0.2	0.8	0.2	0.8	0.4	1.6		

1.3 精密度测试数据

在土壤样品（10.0g）中加标有机磷农药和菊酯类农药标准作为精密度测定的样品，加标为 1.00mg/kg 和 5.00mg/kg，平行测定 6 次，计算平均值、标准偏差和相对标准偏差。6 家实验室测试原始数据和精密度数据汇总，分别见附表 3-1。

附表 3-1 基体加标的精密度测试原始数据（mg/kg）—菊酯类农药

化合物名称	浓度值 (mg/kg)	实验室号	测定值						平均值	标准偏差	相对标准偏差%
			平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
反式丙烯	5.0	1	4.90	4.87	5.01	4.88	4.87	4.90	4.91	0.053	1.1

菊酯		2	4.54	4.66	4.72	4.68	4.61	4.65	4.64	0.062	1.3
		3	4.95	4.76	4.91	4.99	5.40	5.17	5.03	0.23	4.5
		4	5.2	5.16	5.34	5.22	5.17	5.12	5.20	0.076	1.5
		5	4.79	4.74	4.89	4.77	4.86	4.72	4.80	0.067	1.4
		6	4.86	4.88	4.93	4.94	4.89	4.84	4.89	0.039	0.80
		1	1.05	1.10	1.11	1.10	1.07	0.80	1.04	0.12	12
	1.0	2	0.990	1.00	1.03	1.05	1.05	1.03	1.03	0.025	2.5
		3	1.17	1.30	1.14	1.17	1.18	1.17	1.19	0.056	4.7
		4	1.12	1.11	1.18	1.20	1.18	1.22	1.17	0.044	3.8
		5	0.979	0.951	0.989	0.999	0.987	1.01	0.99	0.020	2.0
		6	1.17	1.14	1.22	1.21	1.15	1.22	1.19	0.036	3.1
联苯菊酯	5.0	1	4.33	4.31	4.45	4.31	4.31	4.25	4.33	0.066	1.5
		2	4.70	4.70	4.84	4.73	4.73	4.64	4.72	0.065	1.4
		3	4.93	4.76	4.90	4.93	5.35	5.13	5.00	0.21	4.1
		4	4.98	4.91	5.09	4.98	4.92	4.9	4.96	0.073	1.5
		5	4.67	4.64	4.78	4.65	4.71	4.59	4.67	0.065	1.4
		6	4.50	4.59	4.46	4.62	4.54	4.49	4.54	0.060	1.3
	1.0	1	0.90	0.94	0.95	0.95	0.91	0.80	0.908	0.057	6.3
		2	0.948	0.935	0.981	0.992	0.976	1.00	0.972	0.025	2.6
		3	1.01	1.13	0.979	1.00	1.02	1.01	1.02	0.053	5.2
		4	0.964	0.957	1.01	1.02	1.01	1.04	1.00	0.033	3.3
		5	0.898	0.87	0.902	0.911	0.904	0.929	0.902	0.019	2.1
		6	1.04	1.00	1.08	1.06	1.03	1.08	1.05	0.031	3.0
胺菊酯	5.0	1	4.52	4.52	4.66	4.52	4.53	4.44	4.53	0.071	1.6
		2	5.14	5.20	5.30	5.17	5.22	4.92	5.16	0.13	2.5
		3	6.18	7.10	7.16	6.99	7.36	6.37	6.86	0.47	6.9
		4	4.93	5	5.01	4.92	4.83	5.1	4.96	0.095	1.9
		5	4.69	4.64	4.76	4.66	4.71	4.59	4.68	0.059	1.3
		6	4.43	4.50	4.53	4.62	4.56	4.49	4.52	0.064	1.4
	1.0	1	1.03	1.08	1.09	1.10	1.07	0.85	1.04	0.095	9.1
		2	1.15	1.16	1.20	1.22	1.23	1.28	1.21	0.048	4.0
		3	1.57	1.70	1.50	1.52	1.52	1.52	1.56	0.075	4.8
		4	1.05	1.07	1.12	1.15	1.14	1.19	1.12	0.052	4.7
		5	0.879	0.859	0.885	0.893	0.876	0.91	0.884	0.017	1.9
		6	1.08	1.06	1.14	1.11	1.08	1.13	1.10	0.032	2.9

(续表 1) 附表 3-1—菊酯类农药

化合物名称	浓度值 (mg/kg)	实验 室号	测定值						平均值	标准偏 差	相对标准 偏差%
			平行 样-1	平行 样-2	平行 样-3	平行 样-4	平行 样-5	平行 样-6			
甲氰菊酯	5.0	1	4.46	4.49	4.61	4.48	4.56	4.51	4.52	0.056	1.3
		2	4.76	4.72	4.90	4.77	4.75	4.65	4.76	0.081	1.7
		3	4.92	4.75	4.89	4.95	5.38	5.15	5.01	0.22	4.4
		4	4.86	4.76	4.91	4.79	4.73	4.72	4.8	0.073	1.5
		5	4.48	4.45	4.57	4.46	4.52	4.41	4.48	0.056	1.2
		6	4.46	4.48	4.45	4.59	4.56	4.45	4.50	0.063	1.4
	1.0	1	0.87	0.91	0.91	0.92	0.88	0.75	0.873	0.064	7.3
		2	0.937	0.940	0.984	1.00	0.990	1.01	0.977	0.031	3.2
		3	1.12	1.25	1.09	1.11	1.13	1.12	1.14	0.057	5.0
		4	0.929	0.916	0.962	0.971	0.961	0.955	0.949	0.022	2.3
		5	0.885	0.858	0.887	0.897	0.886	0.914	0.888	0.018	2.1

		6	0.947	0.924	0.998	0.973	0.948	0.981	0.962	0.027	2.8
除虫菊酯	5.0	1	5.40	5.46	5.58	5.52	5.45	5.45	5.48	0.063	1.2
		2	5.12	5.22	5.33	5.07	5.00	5.39	5.19	0.15	3.0
		3	6.67	7.08	7.10	6.88	7.16	7.54	7.07	0.29	4.2
		4	5.03	5.16	5.37	5.26	5.19	5.23	5.21	0.11	2.2
		5	4.92	4.92	5.06	4.95	5.01	4.93	4.97	0.058	1.2
		6	4.91	5.09	5.05	5.14	5.18	5.14	5.08	0.10	2.0
	1.0	1	1.59	1.73	1.79	1.71	1.78	0.55	1.53	0.48	32
		2	1.24	1.38	1.38	1.44	1.44	1.48	1.39	0.084	6.1
		3	1.37	1.45	1.28	1.30	1.29	1.26	1.33	0.072	5.4
		4	1.34	1.51	1.60	1.64	1.64	1.69	1.57	0.13	8.1
		5	0.998	1.04	1.07	1.08	1.02	1.09	1.05	0.036	3.5
		6	1.41	1.52	1.64	1.57	1.55	1.66	1.56	0.090	5.8
氯菊酯	5.0	1	4.50	4.53	4.69	4.52	4.57	4.53	4.56	0.069	1.5
		2	4.63	4.60	4.68	4.62	4.62	4.55	4.62	0.041	0.89
		3	4.64	5.22	5.29	5.25	5.58	5.14	5.19	0.31	5.9
		4	4.92	4.86	5.01	4.88	4.86	4.84	4.89	0.062	1.3
		5	4.43	4.25	4.38	4.26	4.27	4.21	4.30	0.085	2.0
		6	4.52	4.52	4.50	4.66	4.61	4.54	4.56	0.063	1.4
	1.0	1	0.91	0.95	0.95	0.96	0.92	0.88	0.928	0.031	3.3
		2	0.898	0.921	0.961	0.975	0.972	1.00	0.955	0.038	4.0
		3	1.31	1.42	1.26	1.29	1.29	1.28	1.31	0.057	4.4
		4	0.879	0.930	0.980	0.989	0.988	1.012	0.963	0.049	5.1
		5	0.847	0.891	0.914	0.924	0.908	0.951	0.906	0.035	3.9
		6	0.924	0.954	1.03	0.983	0.979	1.03	0.983	0.042	4.3

(续表 2) 附表 3-1—菊酯类农药

化合物名称	浓度值 (mg/kg)	实验室号	测定值						平均值	标准偏差	相对标准偏差%
			平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
顺式氯氟氰菊酯	5.0	1	4.43	4.45	4.55	4.44	4.48	4.44	4.47	0.045	1.0
		2	4.42	4.49	4.70	4.68	4.67	4.53	4.58	0.12	2.5
		3	4.86	4.72	4.82	4.87	5.35	5.10	4.95	0.23	4.6
		4	4.99	4.94	5.07	4.95	4.85	4.83	4.94	0.089	1.8
		5	4.56	4.26	4.44	4.31	4.56	4.46	4.43	0.12	2.8
		6	4.76	4.78	4.75	4.93	4.89	4.84	4.83	0.074	1.5
	1.0	1	0.98	1.01	1.02	1.01	0.98	0.54	0.923	0.19	20
		2	1.00	0.994	1.06	1.08	1.08	1.10	1.05	0.045	4.3
		3	1.04	1.16	1.01	1.03	1.05	1.04	1.06	0.053	5.0
		4	0.982	0.976	1.02	1.04	1.03	1.04	1.01	0.029	2.8
		5	0.892	0.864	0.886	0.896	0.892	0.914	0.891	0.016	1.8
		6	1.14	1.00	1.21	1.05	1.04	1.08	1.09	0.076	7.0
氯氰菊酯	5.0	1	4.54	4.61	4.83	4.67	4.66	4.74	4.68	0.10	2.2
		2	4.93	4.82	4.82	4.83	4.65	4.91	4.83	0.098	2.0
		3	4.43	5.42	5.46	5.35	5.68	5.07	5.23	0.44	8.5
		4	4.52	4.55	4.25	4.59	4.59	4.61	4.52	0.14	3.0
		5	4.84	4.77	4.93	4.81	4.91	4.80	4.84	0.064	1.3

	1.0	6	4.70	4.56	4.53	4.73	4.88	4.62	4.67	0.13	2.8
		1	1.11	1.22	1.21	1.22	1.18	0.91	1.14	0.12	11
		2	1.11	1.13	1.20	1.26	1.25	1.28	1.21	0.071	5.9
		3	1.34	1.45	1.27	1.29	1.29	1.27	1.32	0.069	5.3
		4	1.22	1.21	1.29	1.32	1.31	1.36	1.29	0.059	4.6
		5	0.884	0.876	0.896	0.908	0.879	0.964	0.901	0.033	3.7
		6	1.05	1.07	1.15	1.11	1.11	1.17	1.11	0.046	4.1
氰戊菊酯	5.0	1	4.45	4.54	4.60	4.52	4.52	4.53	4.53	0.048	1.1
		2	4.74	4.92	4.76	4.67	4.71	4.79	4.77	0.084	1.8
		3	4.51	5.09	5.24	5.13	5.57	5.04	5.09	0.34	6.7
		4	4.53	4.12	4.04	4.08	4.02	4.19	4.16	0.19	4.5
		5	4.55	4.58	4.73	4.61	4.76	4.59	4.64	0.087	1.9
		6	4.36	4.42	4.28	4.58	4.50	4.44	4.43	0.10	2.4
	1.0	1	1.00	1.08	1.08	1.08	1.05	0.85	1.02	0.090	8.8
		2	1.02	1.04	0.970	1.17	0.991	1.02	1.04	0.070	6.8
		3	1.18	1.28	1.11	1.12	1.12	1.10	1.15	0.069	6.0
		4	0.981	0.972	1.00	1.05	1.05	1.10	1.03	0.050	4.8
		5	0.943	0.934	0.963	0.973	0.945	1.01	0.961	0.028	2.9
		6	1.05	1.07	1.14	1.12	1.10	1.15	1.11	0.039	3.6

(续表 3) 附表 3-1—菊酯类农药

化合物名称	浓度值 (mg/kg)	实验 室号	测定值						平均值	标准偏 差	相对标准 偏差%
			平行 样-1	平行 样-2	平行 样-3	平行 样-4	平行 样-5	平行 样-6			
溴氰菊酯	5.0	1	4.51	4.55	4.67	4.49	4.59	4.55	4.56	0.064	1.4
		2	4.82	4.91	5.02	4.90	4.74	4.83	4.87	0.096	2.0
		3	4.09	5.88	5.75	5.55	5.76	4.96	5.33	0.69	13
		4	4.55	4.49	4.72	4.58	4.68	4.78	4.63	0.11	2.4
		5	4.61	4.54	4.78	4.60	4.84	4.63	4.67	0.12	2.5
		6	4.61	4.53	4.49	4.65	4.67	4.67	4.60	0.076	1.6
	1.0	1	1.05	1.10	1.08	1.12	1.07	0.88	1.05	0.087	8.3
		2	1.09	1.13	1.21	1.27	1.27	1.34	1.22	0.094	7.7
		3	1.04	1.13	0.956	0.986	0.960	0.944	1.00	0.071	7.1
		4	0.964	0.978	1.11	1.16	1.18	1.21	1.10	0.10	9.6
		5	0.95	0.959	0.98	0.985	0.95	1.04	0.977	0.034	3.5
		6	1.26	1.31	1.39	1.33	1.34	1.44	1.35	0.063	4.7

注：“*” 溴氰菊酯稳定性差，因此它的精密度会差一些。

(续表 4) 附表 3-2 基体加标的精密度测试原始数据 (mg/kg) —有机磷农药

化合物名称	浓度值 (mg/kg)	实验 室号	测定值						平均值	标准偏 差	相对标准 偏差%
			平行 样-1	平行 样-2	平行 样-3	平行 样-4	平行 样-5	平行 样-6			
敌敌畏	5.0	1	3.46	3.31	3.73	3.72	3.80	3.57	3.60	0.19	5.2
		2	3.63	4.00	4.06	4.08	3.85	3.84	3.91	0.17	4.3
		3	3.56	3.68	3.97	3.75	4.28	3.86	3.85	0.25	6.6
		4	3.42	3.38	3.86	3.84	3.93	3.76	3.7	0.24	6.4
		5	2.89	3.08	3.21	3.22	3.24	3.43	3.18	0.18	5.7
		6	3.08	3.04	3.48	3.45	3.57	3.36	3.33	0.22	6.6
	1.0	1	0.77	0.71	0.76	0.68	0.74	0.74	0.733	0.033	4.5
		2	0.752	0.695	0.756	0.792	0.705	0.746	0.741	0.036	4.8
		3	0.873	0.742	0.834	0.916	0.878	0.887	0.855	0.061	7.2
		4	0.827	0.746	0.797	0.824	0.720	0.784	0.783	0.043	5.5
		5	0.639	0.607	0.626	0.697	0.712	0.779	0.677	0.065	9.6
		6	0.702	0.623	0.666	0.694	0.607	0.657	0.658	0.038	5.7
速灭磷	5.0	1	4.49	4.39	4.59	4.46	4.34	4.49	4.46	0.087	2.0
		2	4.54	4.73	4.66	4.54	4.62	4.58	4.61	0.074	1.6

		3	4.45	4.79	4.80	4.43	4.88	4.81	4.69	0.20	4.2
		4	4.42	4.47	4.7	4.61	4.55	4.65	4.57	0.11	2.3
		5	3.96	4.15	4.07	3.98	4.09	3.95	4.03	0.082	2.0
		6	4.12	4.14	4.34	4.22	4.20	4.23	4.21	0.078	1.9
	1.0	1	0.90	0.95	1.01	0.99	0.96	0.93	0.957	0.040	4.2
		2	0.891	0.950	1.01	1.02	1.04	0.970	0.980	0.055	5.6
		3	0.734	0.743	0.833	0.900	1.04	0.907	0.860	0.12	13
		4	1.03	1.08	1.13	1.11	1.13	1.07	1.09	0.039	3.6
		5	0.820	0.747	0.658	0.903	0.815	0.897	0.807	0.093	12
		6	0.838	0.861	0.901	0.902	0.923	0.865	0.882	0.032	3.6
内吸磷	5.0	1	4.05	4.13	4.24	4.12	4.17	3.97	4.11	0.094	2.3
		2	3.66	4.07	3.95	3.95	3.81	3.78	3.87	0.14	3.7
		3	4.35	4.97	5.02	4.67	5.37	4.97	4.89	0.34	7.0
		4	3.78	3.9	4.2	4.15	4.06	4.1	4.03	0.16	4.0
		5	4.33	4.50	4.52	4.46	4.45	4.25	4.42	0.11	2.4
		6	3.73	3.76	3.89	3.84	3.87	3.73	3.80	0.072	1.9
	1.0	1	0.73	0.82	0.88	0.82	0.80	0.83	0.813	0.049	6.0
		2	0.658	0.662	0.718	0.726	0.785	0.699	0.708	0.047	6.6
		3	0.585	0.671	0.697	0.736	1.03	0.868	0.765	0.16	21
		4	0.95	1.05	1.13	1.03	1.19	1.09	1.07	0.083	7.8
		5	0.700	0.599	0.559	0.775	0.711	0.752	0.683	0.086	13
		6	0.677	0.752	0.773	0.704	0.801	0.720	0.738	0.046	6.2

(续表 5) 附表 3-2—有机磷农药

化合物名称	浓度值 (mg/kg)	实验室号	测定值						平均值	标准偏差	相对标准偏差%
			平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
虫线磷	5.0	1	4.68	4.79	5.08	4.74	4.74	4.85	4.81	0.14	3.0
		2	4.74	4.93	4.77	4.73	4.73	4.68	4.76	0.087	1.8
		3	4.53	4.90	4.81	4.44	4.86	4.75	4.72	0.19	4.0
		4	4.59	4.68	4.85	4.74	4.73	4.81	4.73	0.092	1.9
		5	3.97	4.34	4.13	4.06	4.03	3.89	4.07	0.16	3.8
		6	4.32	4.35	4.46	4.31	4.34	4.35	4.35	0.055	1.3
	1.0	1	0.83	0.92	0.97	0.95	0.89	0.91	0.912	0.049	5.4
		2	0.877	0.969	0.983	0.959	0.994	0.914	0.949	0.045	4.7
		3	0.785	0.828	0.860	0.896	1.02	0.862	0.875	0.080	9.2
		4	0.946	1.04	1.06	1.03	1.05	0.963	1.01	0.048	4.7
		5	0.826	0.761	0.667	0.894	0.821	0.868	0.806	0.082	10
		6	0.831	0.914	0.919	0.898	0.930	0.848	0.890	0.041	4.6
灭克磷	5.0	1	4.74	4.78	4.92	4.78	4.76	4.82	4.80	0.064	1.3
		2	4.63	4.85	4.72	4.68	4.69	4.68	4.71	0.075	1.6
		3	4.58	4.91	4.82	4.44	4.80	4.75	4.72	0.18	3.7
		4	4.62	4.68	4.84	4.73	4.74	4.79	4.73	0.077	1.6
		5	4.01	4.35	4.16	4.07	4.06	4.01	4.11	0.13	3.2
		6	4.31	4.32	4.47	4.34	4.34	4.36	4.36	0.057	1.3
	1.0	1	0.90	1.01	1.04	1.03	0.96	0.98	0.987	0.052	5.3
		2	0.870	0.952	0.974	0.955	0.997	0.921	0.945	0.044	4.7
		3	0.793	0.824	0.870	0.901	1.03	0.873	0.882	0.082	9.3
		4	0.954	1.04	1.07	1.04	1.08	1.00	1.03	0.047	4.6
		5	0.828	0.759	0.665	0.893	0.816	0.875	0.806	0.084	10
		6	0.821	0.899	0.911	0.899	0.933	0.861	0.887	0.040	4.5
甲拌磷	5.0	1	4.49	4.51	4.58	4.48	4.48	4.49	4.51	0.038	0.85
		2	4.38	4.56	4.46	4.41	4.40	4.37	4.43	0.070	1.6
		3	4.58	4.91	4.82	4.44	4.80	4.75	4.72	0.18	3.7
		4	4.27	4.31	4.52	4.48	4.44	4.54	4.43	0.11	2.5

		5	3.97	4.28	4.15	3.91	4.19	4.04	4.09	0.14	3.5
		6	4.04	4.10	4.20	4.12	4.12	4.16	4.12	0.054	1.3
	1.0	1	0.84	0.95	0.97	0.96	0.91	0.93	0.927	0.048	5.1
		2	0.808	0.855	0.885	0.873	0.906	0.826	0.859	0.037	4.3
		3	0.763	0.806	0.843	0.871	1.03	0.851	0.861	0.091	11
		4	0.914	1.01	1.04	0.996	1.06	0.978	1.00	0.051	5.1
		5	0.793	0.729	0.636	0.865	0.795	0.846	0.777	0.084	11
		6	0.777	0.850	0.860	0.836	0.886	0.798	0.835	0.040	4.9

(续表 6) 附表 3-2—有机磷农药

化合物名称	浓度值 (mg/kg)	实验室号	测定值						平均值	标准偏差	相对标准偏差%
			平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
治螟磷	5.0	1	4.70	4.74	4.86	4.72	4.72	4.74	4.75	0.058	1.2
		2	4.72	4.80	4.70	4.63	4.63	4.60	4.68	0.075	1.6
		3	4.50	4.90	4.86	4.49	5.01	4.87	4.77	0.22	4.6
		4	4.6	4.64	4.78	4.67	4.65	4.71	4.67	0.065	1.4
		5	4.18	4.38	4.01	4.13	3.95	4.00	4.11	0.16	3.9
		6	4.26	4.31	4.41	4.28	4.29	4.32	4.31	0.053	1.2
	1.0	1	0.91	1.01	1.02	1.01	0.95	0.91	0.968	0.052	5.3
		2	0.875	0.950	0.969	0.946	0.980	0.904	0.937	0.040	4.3
		3	0.815	0.856	0.894	0.935	1.08	0.908	0.915	0.091	9.5
		4	0.937	1.03	1.06	1.04	1.08	1.00	1.02	0.051	5.0
		5	0.846	0.775	0.682	0.901	0.828	0.865	0.816	0.078	9.5
		6	0.810	0.883	0.890	0.880	0.911	0.836	0.868	0.038	4.3
二嗪农	5.0	1	4.76	4.75	4.84	4.74	4.71	4.77	4.76	0.044	0.91
		2	4.80	4.86	4.77	4.70	4.68	4.63	4.74	0.083	1.8
		3	4.44	4.71	4.61	4.30	4.52	4.56	4.53	0.14	3.1
		4	4.64	4.64	4.76	4.7	4.7	4.75	4.7	0.051	1.1
		5	4.20	4.23	3.95	3.93	3.96	4.32	4.10	0.17	4.2
		6	4.26	4.23	4.32	4.24	4.28	4.27	4.27	0.034	0.79
	1.0	1	0.96	1.05	1.06	1.06	1.00	1.00	1.02	0.041	4.0
		2	0.907	0.981	1.00	0.983	1.01	0.943	0.971	0.039	4.0
		3	0.824	0.851	0.885	0.930	1.05	0.897	0.906	0.080	8.8
		4	0.962	1.05	1.07	1.05	1.08	1.01	1.04	0.044	4.2
		5	0.882	0.804	0.719	0.930	0.864	0.901	0.850	0.077	9.0
		6	0.845	0.921	0.932	0.916	0.943	0.874	0.905	0.038	4.2
乙拌磷	5.0	1	4.38	4.37	4.45	4.35	4.37	4.07	4.33	0.13	3.1
		2	4.32	4.52	4.42	4.33	4.12	4.07	4.30	0.17	4.1
		3	3.62	3.87	3.76	3.55	3.55	3.44	3.63	0.16	4.4
		4	4.2	4.2	4.42	4.39	4.31	4.24	4.29	0.094	2.2
		5	4.10	4.37	4.18	4.13	4.13	4.00	4.15	0.12	3.0
		6	4.01	3.98	4.08	4.02	4.02	3.87	3.99	0.071	1.8
	1.0	1	0.79	0.84	0.90	0.87	0.84	0.83	0.845	0.037	4.4
		2	0.774	0.762	0.807	0.777	0.834	0.763	0.786	0.028	3.6
		3	0.905	0.896	0.918	0.850	1.03	0.820	0.903	0.072	8.0
		4	0.867	0.918	0.964	0.875	0.986	0.904	0.919	0.048	5.2
		5	0.693	0.586	0.569	0.736	0.676	0.688	0.658	0.066	10
		6	0.748	0.805	0.828	0.758	0.855	0.769	0.794	0.042	5.4

(续表 7) 附表 3-2—有机磷农药

化合物名称	浓度值 (mg/kg)	实验室号	测定值						平均值	标准偏差	相对标准偏差%
			平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
乐果	5.0	1	5.23	5.33	5.43	5.32	5.25	5.21	5.30	0.082	1.6
		2	5.22	5.43	5.36	5.32	5.28	5.27	5.31	0.076	1.4
		3	4.42	4.82	4.70	4.37	4.63	4.58	4.59	0.17	3.6
		4	4.96	5.12	5.27	5.24	5.23	5.21	5.17	0.12	5.0
		5	4.50	4.86	4.65	4.58	4.57	4.93	4.68	0.17	3.7
		6	4.61	4.76	4.81	4.18	4.73	4.69	4.63	0.23	5.0
	1.0	1	1.04	1.23	1.27	1.28	1.19	1.18	1.20	0.088	7.3
		2	1.10	1.28	1.31	1.28	1.38	1.24	1.27	0.093	7.4
		3	0.760	0.806	0.869	0.911	1.07	0.901	0.886	0.11	12
		4	1.21	1.39	1.42	1.37	1.46	1.35	1.37	0.086	6.3
		5	0.876	0.788	0.722	0.929	0.867	0.937	0.853	0.084	9.8
		6	0.973	1.14	1.14	1.11	1.19	1.08	1.11	0.074	6.7
皮蝇磷	5.0	1	4.63	4.63	4.74	4.33	4.58	4.58	4.58	0.14	3.0
		2	4.65	4.79	4.45	4.66	4.66	4.69	4.65	0.11	2.4
		3	4.42	4.71	4.65	4.06	4.60	4.58	4.50	0.24	5.3
		4	4.67	4.65	4.8	4.43	4.67	4.72	4.65	0.12	2.6
		5	3.92	4.30	4.03	4.01	3.97	4.35	4.10	0.18	4.4
		6	4.33	4.25	4.36	3.99	4.26	4.28	4.25	0.13	3.1
	1.0	1	0.92	1.00	1.01	1.00	0.94	0.93	0.967	0.041	4.2
		2	0.899	0.977	0.995	0.947	1.01	0.936	0.961	0.041	4.3
		3	0.865	0.877	0.905	0.919	1.05	0.894	0.918	0.067	7.3
		4	0.938	1.02	1.03	0.991	1.04	0.973	1.00	0.039	3.9
		5	0.860	0.784	0.699	0.909	0.847	0.883	0.830	0.077	9.3
		6	0.824	0.896	0.901	0.856	0.901	0.838	0.869	0.034	4.0
毒死蜱	5.0	1	4.58	4.89	4.74	4.86	4.93	4.76	4.79	0.13	2.7
		2	4.67	4.73	4.62	4.62	4.65	4.61	4.65	0.045	1.0
		3	4.45	4.71	4.61	4.22	4.53	4.55	4.51	0.17	3.7
		4	5.04	4.99	5.11	5.00	5.02	5.07	5.04	0.045	0.89
		5	3.92	4.30	4.03	4.01	3.97	4.35	4.10	0.18	4.4
		6	4.30	4.27	4.32	4.23	4.26	4.28	4.28	0.034	0.80
	1.0	1	0.95	0.95	1.02	1.03	0.99	0.94	0.980	0.039	4.0
		2	0.905	0.985	1.00	0.994	1.03	0.959	0.979	0.043	4.4
		3	0.855	0.873	0.897	0.936	1.05	0.900	0.919	0.070	7.6
		4	0.972	1.06	1.07	1.05	1.08	1.02	1.04	0.040	3.8
		5	0.935	0.852	0.766	0.988	0.920	0.962	0.904	0.082	9.0
		6	0.848	0.935	0.935	0.919	0.947	0.883	0.911	0.038	4.2

(续表 8) 附表 3-2—有机磷农药

化合物名称	浓度值 (mg/kg)	实验室号	测定值						平均值	标准偏差	相对标准偏差%
			平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
甲基对硫磷	5.0	1	4.78	4.67	4.83	4.71	4.72	4.69	4.73	0.060	1.3
		2	4.81	4.97	4.95	4.87	4.81	4.83	4.87	0.071	1.5
		3	4.43	4.74	4.68	4.32	4.62	4.57	4.56	0.16	3.4
		4	4.7	4.7	4.85	4.72	4.79	4.81	4.76	0.065	1.4
		5	4.04	4.39	4.04	4.22	4.11	4.34	4.19	0.15	3.6
		6	4.32	4.33	4.43	4.23	4.36	4.40	4.34	0.068	1.6
	1.0	1	1.01	1.13	1.16	1.16	1.10	1.08	1.11	0.057	5.2
		2	0.912	0.994	1.03	1.04	1.11	0.928	1.00	0.074	7.4

		3	0.797	0.822	0.865	0.923	1.08	0.896	0.897	0.10	11
		4	0.973	1.07	1.09	1.06	1.10	1.03	1.05	0.047	4.4
		5	0.860	0.775	0.697	0.902	0.838	0.884	0.826	0.077	9.3
		6	0.849	0.933	0.937	0.926	0.963	0.894	0.917	0.040	4.4
毒壤磷	5.0	1	4.79	4.80	4.70	4.60	4.67	4.74	4.72	0.076	1.6
		2	4.78	4.86	4.55	4.68	4.68	4.63	4.70	0.11	2.3
		3	4.84	5.15	5.07	4.57	4.95	4.96	4.92	0.20	4.1
		4	4.71	4.66	4.82	4.57	4.69	4.72	4.69	0.082	1.7
		5	4.25	4.43	3.99	4.16	3.93	4.32	4.18	0.19	4.6
		6	4.37	4.32	4.41	4.14	4.30	4.36	4.32	0.095	2.2
	1.0	1	0.89	0.96	0.97	0.96	0.89	0.91	0.930	0.037	4.0
		2	0.904	0.970	0.973	0.941	0.993	0.923	0.951	0.034	3.6
		3	0.797	0.822	0.865	0.923	1.08	0.896	0.897	0.10	11
		4	0.920	0.991	1.00	0.976	1.01	0.946	0.974	0.034	3.6
		5	0.914	0.835	0.752	0.959	0.899	0.922	0.880	0.075	8.5
		6	0.823	0.903	0.898	0.879	0.906	0.849	0.876	0.034	3.8
安硫磷	5.0	1	4.19	3.55	3.73	3.79	3.73	3.49	3.75	0.25	6.6
		2	4.23	3.85	3.93	3.87	3.67	3.66	3.87	0.21	5.4
		3	4.40	4.72	4.67	4.33	4.63	4.60	4.56	0.16	3.4
		4	4.15	3.67	3.97	4.69	3.96	3.78	4.04	0.36	8.9
		5	3.55	3.61	3.30	3.24	3.24	3.34	3.38	0.16	4.8
		6	3.67	3.12	3.30	3.33	3.31	3.14	3.31	0.20	6.0
	1.0	1	0.84	0.37	0.49	0.50	0.62	0.54	0.560	0.16	28
		2	0.872	0.367	0.535	0.745	0.550	0.672	0.624	0.18	28
		3	0.861	0.880	0.932	0.986	1.13	0.974	0.961	0.10	10
		4	0.996	0.421	0.598	0.824	0.606	0.755	0.700	0.20	29
		5	0.921	0.839	0.743	0.985	0.918	0.966	0.895	0.090	10
		6	0.721	0.287	0.411	0.582	0.420	0.526	0.491	0.15	31

(续表 9) 附表 3-2—有机磷农药

化合物名称	浓度值 (mg/kg)	实验室号	测定值						平均值	标准偏差	相对标准偏差%
			平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
倍硫磷	5.0	1	4.72	4.68	0.00	4.61	4.69	4.55	3.88	1.9	49
		2	4.81	4.79	4.63	4.64	4.56	4.49	4.65	0.13	2.7
		3	4.86	5.15	5.08	4.65	5.00	4.94	4.95	0.18	3.6
		4	4.61	4.55	4.68	4.55	4.63	4.58	4.60	0.049	1.1
		5	3.98	4.29	4.04	3.93	3.93	4.12	4.05	0.14	3.4
		6	4.31	4.22	4.29	4.16	4.21	4.22	4.23	0.055	1.3
	1.0	1	0.90	0.96	0.97	0.99	0.97	0.91	0.950	0.036	3.8
		2	0.904	0.959	0.982	0.961	0.992	0.936	0.956	0.032	3.3
		3	0.869	0.880	0.903	0.929	1.05	0.905	0.923	0.066	7.1
		4	0.960	1.03	1.05	1.03	1.06	1.01	1.02	0.036	3.5
		5	0.851	0.765	0.703	0.894	0.834	0.854	0.817	0.070	8.6
		6	0.847	0.905	0.913	0.889	0.923	0.863	0.890	0.030	3.3
马拉硫磷	5.0	1	4.77	4.71	4.83	4.76	4.74	4.62	4.74	0.070	1.5
		2	4.74	4.88	4.79	4.79	4.76	4.71	4.78	0.060	1.3
		3	4.31	4.72	4.70	4.40	4.86	4.69	4.61	0.21	4.6
		4	4.68	4.65	4.8	4.75	4.74	4.75	4.73	0.054	1.1
		5	4.25	4.38	4.02	4.18	4.01	4.34	4.20	0.16	3.7
		6	4.35	4.27	4.33	4.28	4.28	4.33	4.31	0.034	0.78
	1.0	1	0.94	1.03	1.07	1.07	1.03	0.85	0.998	0.087	8.7
		2	0.931	1.02	1.07	1.07	1.10	1.029	1.04	0.060	5.8
		3	0.905	0.940	1.00	1.09	1.27	1.09	1.05	0.13	13
		4	1.13	1.23	1.26	1.25	1.28	1.22	1.23	0.053	4.3

粉锈宁		5	0.905	0.824	0.738	0.951	0.887	0.905	0.868	0.076	8.7
		6	0.864	0.938	0.959	0.955	0.976	0.913	0.934	0.040	4.3
	5.0	1	4.85	4.85	4.98	4.83	4.84	4.81	4.86	0.061	1.3
		2	4.89	4.90	4.76	4.68	4.65	4.59	4.74	0.13	2.7
		3	4.80	5.15	5.07	4.69	5.02	5.00	4.96	0.17	3.5
		4	4.71	4.7	4.84	4.74	4.72	4.74	4.74	0.051	1.1
		5	4.17	4.27	4.12	3.98	4.01	4.39	4.16	0.16	3.8
		6	4.41	4.41	4.49	4.40	4.39	4.42	4.42	0.036	0.82
	1.0	1	0.95	1.00	1.01	1.02	0.98	0.96	0.987	0.028	2.8
		2	0.948	1.00	1.01	0.988	1.02	0.958	0.987	0.029	2.9
		3	0.825	0.833	0.868	0.914	1.04	0.889	0.895	0.079	8.8
		4	0.996	1.07	1.10	1.09	1.11	1.04	1.07	0.043	4.0
		5	0.891	0.804	0.735	0.927	0.863	0.896	0.853	0.071	8.3
		6	0.875	0.951	0.968	0.954	0.977	0.917	0.940	0.038	4.0

(续表 10) 附表 3-2—有机磷农药

化合物名称	浓度值 (mg/kg)	实验室号	测定值						平均值	标准偏差	相对标准偏差%
			平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
对硫磷	5.0	1	4.63	4.62	4.70	4.62	4.64	4.59	4.63	0.037	0.79
		2	4.63	4.62	4.52	4.46	4.40	4.36	4.50	0.11	2.5
		3	4.78	5.13	5.01	4.68	5.09	5.02	4.95	0.18	3.7
		4	4.51	4.49	4.63	4.57	4.56	4.56	4.55	0.047	1.0
		5	4.16	4.43	4.31	4.16	4.22	4.61	4.32	0.18	4.1
		6	4.38	4.32	4.45	4.38	4.40	4.40	4.39	0.041	0.93
	1.0	1	0.96	1.04	1.05	1.06	1.02	0.98	1.02	0.040	4.0
		2	0.898	0.973	0.986	0.975	1.02	0.946	0.966	0.041	4.3
		3	0.833	0.845	0.884	0.933	1.08	0.901	0.913	0.090	9.8
		4	1.04	1.14	1.17	1.15	1.20	1.13	1.14	0.054	4.8
		5	0.886	0.773	0.694	0.922	0.842	0.927	0.841	0.092	11
		6	0.910	0.995	1.026	1.013	1.066	0.973	0.997	0.053	5.3
育富磷	5.0	1	4.99	4.93	5.12	4.98	4.99	4.99	5.00	0.063	1.3
		2	4.73	4.96	4.78	4.77	4.83	4.81	4.81	0.078	1.6
		3	3.37	3.70	3.77	3.46	3.89	3.78	3.66	0.20	5.6
		4	4.79	4.76	4.97	4.87	4.85	4.92	4.86	0.078	1.6
		5	4.08	4.32	4.21	4.07	4.12	4.52	4.22	0.17	4.1
		6	4.44	4.47	4.81	4.49	4.53	4.59	4.55	0.14	3.0
	1.0	1	1.07	1.16	1.19	1.20	1.15	1.15	1.15	0.046	4.0
		2	0.978	1.07	1.15	1.15	1.22	1.13	1.12	0.083	7.4
		3	0.627	0.653	0.765	0.862	1.09	0.939	0.823	0.18	22
		4	1.26	1.39	1.46	1.46	1.53	1.45	1.43	0.092	6.5
		5	0.891	0.776	0.700	0.923	0.845	0.928	0.844	0.090	11
		6	0.958	1.04	1.11	1.12	1.18	1.11	1.09	0.077	7.1
甲拌磷砒	5.0	1	4.69	4.72	4.65	4.61	4.72	4.71	4.68	0.045	1.0
		2	4.93	5.02	4.95	4.88	4.88	4.83	4.91	0.068	1.4
		3	3.47	3.63	3.57	3.34	3.41	3.37	3.46	0.11	3.3
		4	4.69	4.71	4.87	4.82	4.8	4.82	4.79	0.069	1.5
		5	4.29	4.57	4.20	4.07	4.11	4.47	4.29	0.20	4.7
		6	4.36	4.40	4.50	4.35	4.37	4.40	4.40	0.054	1.2
	1.0	1	0.95	0.96	0.97	1.03	0.98	0.91	0.967	0.039	4.1
		2	0.950	1.04	1.09	1.06	1.10	1.03	1.05	0.054	5.2
		3	0.808	0.824	0.874	0.848	1.05	0.868	0.879	0.088	10
		4	1.06	1.15	1.18	1.16	1.19	1.13	1.15	0.047	4.1
		5	0.873	0.791	0.724	0.918	0.857	0.889	0.842	0.072	8.5
		6	0.856	0.926	0.942	0.929	0.955	0.899	0.918	0.036	3.9

(续表 11) 附表 3-2—有机磷农药

化合物名称	浓度值 (mg/kg)	实验室号	测定值						平均值	标准偏差	相对标准偏差%
			平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
灭蚜磷	5.0	1	5.00	4.99	5.12	5.01	4.98	4.91	5.00	0.068	1.4
		2	4.91	5.03	4.92	4.82	4.81	4.75	4.87	0.10	2.1
		3	4.77	5.10	5.11	4.78	5.08	5.03	4.98	0.16	3.2
		4	4.77	4.73	4.91	4.85	4.81	4.79	4.81	0.064	1.3
		5	4.20	4.45	4.24	4.31	4.13	4.48	4.30	0.14	3.3
		6	4.31	4.42	4.58	4.48	4.44	4.46	4.45	0.090	2.0
	1.0	1	0.94	1.00	1.04	1.02	1.00	0.78	0.963	0.096	10
		2	0.951	1.03	1.07	1.06	1.07	1.03	1.04	0.045	4.4
		3	1.03	1.04	1.10	1.17	1.33	1.16	1.14	0.11	9.7
		4	1.07	1.17	1.20	1.18	1.20	1.15	1.16	0.049	4.2
		5	0.880	0.800	0.731	0.925	0.866	0.902	0.851	0.072	8.5
		6	0.868	0.929	0.953	0.960	0.972	0.907	0.932	0.039	4.2
丙硫磷	5.0	1	4.63	4.63	4.74	4.57	4.67	4.66	4.65	0.056	1.2
		2	4.80	4.76	4.59	4.65	4.59	4.54	4.65	0.10	2.2
		3	4.47	4.78	4.68	4.30	4.69	4.66	4.60	0.18	3.8
		4	4.66	4.59	4.7	4.58	4.61	4.67	4.64	0.048	1.0
		5	4.27	4.49	3.95	4.20	4.23	4.30	4.24	0.18	4.1
		6	4.30	4.19	4.27	4.14	4.22	4.29	4.24	0.062	1.5
	1.0	1	0.96	1.00	1.03	1.02	0.97	0.96	0.990	0.031	3.1
		2	0.922	0.985	0.997	0.977	1.019	0.947	0.975	0.035	3.6
		3	0.840	0.854	0.888	0.924	1.06	0.900	0.911	0.079	8.7
		4	0.947	1.02	1.03	1.01	1.04	0.977	1.00	0.035	3.5
		5	0.892	0.809	0.735	0.928	0.869	0.891	0.854	0.070	8.2
		6	0.848	0.919	0.923	0.902	0.937	0.870	0.900	0.034	3.8
脱叶亚磷	5.0	1	4.58	4.63	4.77	4.64	4.70	4.49	4.64	0.096	2.1
		2	4.83	4.94	4.80	4.77	4.58	4.54	4.75	0.15	3.2
		3	4.48	4.87	4.85	4.49	4.88	4.65	4.70	0.19	4.0
		4	5.5	5.53	5.73	5.59	5.61	5.47	5.57	0.094	1.7
		5	4.36	4.55	4.12	4.29	4.19	4.26	4.30	0.15	3.5
		6	4.30	4.19	4.27	4.14	4.22	4.29	4.24	0.062	1.5
	1.0	1	0.87	0.97	0.98	0.98	0.90	0.92	0.937	0.047	5.0
		2	0.812	0.910	0.939	0.872	0.967	0.852	0.892	0.058	6.5
		3	0.775	0.815	0.872	0.856	1.06	0.859	0.873	0.098	11
		4	1.06	1.20	1.24	1.15	1.27	1.13	1.18	0.077	6.6
		5	0.792	0.645	0.651	0.809	0.751	0.756	0.734	0.070	9.6
		6	0.794	0.899	0.922	0.853	0.946	0.843	0.876	0.056	6.4

(续表 12) 附表 3-2—有机磷农药

化合物名称	浓度值 (mg/kg)	实验室号	测定值						平均值	标准偏差	相对标准偏差%
			平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
乐本松	5.0	1	4.61	4.64	4.79	4.67	4.71	4.52	4.66	0.092	2.0
		2	4.57	4.79	4.69	4.70	4.74	4.71	4.70	0.074	1.6
		3	3.27	3.64	3.68	3.36	3.74	3.62	3.55	0.19	5.3
		4	4.72	4.72	4.82	4.74	4.7	4.69	4.73	0.048	1.0
		5	4.29	4.51	4.10	4.27	4.06	4.36	4.27	0.17	3.9
		6	4.31	4.32	4.43	4.27	4.30	4.32	4.33	0.053	1.2
	1.0	1	0.95	1.01	1.03	1.01	0.97	0.98	0.992	0.030	3.0
		2	0.966	1.04	1.11	1.13	1.21	1.11	1.09	0.083	7.6

		3	0.726	0.740	0.820	0.900	1.09	0.920	0.866	0.14	16
		4	1.11	1.18	1.22	1.20	1.24	1.18	1.19	0.045	3.8
		5	0.881	0.792	0.723	0.930	0.864	0.915	0.851	0.079	9.3
		6	0.862	0.941	0.960	0.952	0.983	0.912	0.935	0.043	4.6
地胺磷	5.0	1	4.03	3.60	3.97	3.97	3.93	4.09	3.93	0.17	4.4
		2	3.85	3.80	3.77	3.81	3.91	3.86	3.83	0.052	1.4
		3	4.48	4.35	4.80	4.56	5.47	5.32	4.83	0.46	9.6
		4	3.83	3.42	3.77	3.84	3.84	3.96	3.78	0.19	4.9
		5	3.45	3.64	3.38	3.45	3.43	3.81	3.53	0.16	4.7
		6	3.49	3.11	3.47	3.46	3.57	3.70	3.47	0.20	5.6
	1.0	1	0.93	0.79	0.88	0.95	0.92	0.84	0.885	0.061	6.9
		2	0.889	0.718	0.820	0.900	0.955	0.900	0.864	0.083	9.7
		3	0.736	0.542	0.721	0.949	1.26	1.11	0.886	0.27	30
		4	1.06	0.858	0.968	1.07	1.13	1.08	1.03	0.098	9.6
		5	0.898	0.788	0.707	0.936	0.861	0.979	0.862	0.10	12
		6	0.872	0.684	0.787	0.883	0.943	0.892	0.844	0.093	11
三硫磷	5.0	1	4.68	4.79	5.08	4.74	4.74	4.85	4.81	0.14	3.0
		2	4.95	5.02	4.85	4.79	4.73	4.69	4.84	0.13	2.7
		3	4.42	4.77	4.82	4.42	4.83	4.72	4.66	0.19	4.1
		4	4.78	4.74	4.93	4.84	4.82	4.79	4.81	0.066	1.4
		5	4.15	4.62	4.29	4.13	4.19	4.51	4.32	0.20	4.7
		6	4.35	4.40	4.51	4.34	4.41	4.41	4.40	0.059	1.3
	1.0	1	0.82	0.93	0.81	0.93	0.95	0.89	0.888	0.060	6.8
		2	0.948	1.01	1.04	1.02	1.05	0.986	1.01	0.038	3.7
		3	0.798	0.815	0.851	0.903	1.05	0.895	0.885	0.091	10
		4	1.05	1.15	1.17	1.15	1.20	1.12	1.14	0.051	4.5
		5	0.900	0.844	0.758	0.960	0.906	0.952	0.887	0.076	8.5
		6	0.886	0.980	0.979	0.987	1.01	0.937	0.963	0.045	4.6

(续表 13) 附表 3-2—有机磷农药

化合物名称	浓度值 (mg/kg)	实验室号	测定值						平均值	标准偏差	相对标准偏差%
			平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
增效醚	5.0	1	5.03	5.09	5.22	5.07	5.08	4.94	5.07	0.091	1.8
		2	4.88	4.92	4.82	4.73	4.64	4.57	4.76	0.14	2.9
		3	4.69	4.35	4.48	4.28	4.25	4.27	4.39	0.17	3.9
		4	4.73	4.75	4.89	4.86	4.79	4.75	4.79	0.065	1.4
		5	4.25	4.65	4.22	4.08	4.15	4.42	4.30	0.21	4.8
		6	4.44	4.52	4.60	4.45	4.47	4.49	4.49	0.058	1.3
	1.0	1	1.03	1.12	1.15	1.14	1.11	0.98	1.09	0.068	6.2
		2	0.923	0.962	0.997	0.991	1.013	0.976	0.977	0.032	3.3
		3	0.933	0.799	0.709	1.12	0.914	1.08	0.926	0.16	17
		4	1.08	1.18	1.22	1.20	1.25	1.20	1.19	0.058	4.9
		5	0.888	0.803	0.726	0.934	0.883	0.969	0.867	0.089	10
		6	0.912	0.998	1.01	0.998	1.03	0.976	0.987	0.041	4.1
锐劲特	5.0	1	4.68	4.71	4.88	4.75	4.76	4.77	4.76	0.069	1.4
		2	4.74	5.01	4.86	4.82	4.99	4.89	4.88	0.10	2.1
		3	4.50	5.11	5.20	4.86	5.58	5.30	5.09	0.37	7.3
		4	4.79	4.76	4.91	4.85	4.78	4.84	4.82	0.057	1.2
		5	4.25	4.51	4.15	4.04	4.12	4.50	4.26	0.20	4.7
		6	4.32	4.38	4.57	4.43	4.42	4.47	4.43	0.082	1.8
	1.0	1	0.98	1.06	1.08	1.07	1.02	0.71	0.987	0.14	14
		2	0.986	1.07	1.11	1.08	1.12	1.06	1.07	0.048	4.5
		3	0.819	0.860	0.936	1.02	1.22	1.03	0.981	0.14	15
		4	1.27	1.38	1.43	1.42	1.45	1.38	1.39	0.064	4.6

丰索磷		5	0.927	0.844	0.754	0.978	0.908	0.988	0.900	0.088	9.8
		6	0.936	1.01	1.04	1.04	1.07	1.01	1.02	0.046	4.5
	5.0	1	2.46	2.26	2.24	2.10	2.09	2.02	2.20	0.16	7.3
		2	4.85	4.92	4.81	4.80	4.83	4.79	4.83	0.048	1.0
		3	4.82	4.79	4.65	4.28	4.12	4.32	4.50	0.30	6.6
		4	4.81	4.79	4.97	4.93	4.92	5.01	4.91	0.088	1.8
		5	4.32	4.74	4.47	4.33	4.44	4.85	4.53	0.22	4.9
		6	4.51	4.62	4.74	4.65	4.75	4.86	4.69	0.12	2.6
	1.0	1	0.69	0.61	0.57	0.54	0.50	0.43	0.557	0.090	16
		2	1.00	1.06	1.12	1.12	1.16	1.10	1.09	0.056	5.1
		3	0.977	0.981	1.07	1.12	1.28	1.13	1.09	0.11	10
		4	1.32	1.44	1.54	1.55	1.63	1.55	1.51	0.11	7.2
		5	0.919	0.814	0.710	0.966	0.871	1.030	0.885	0.11	13
		6	1.09	1.19	1.25	1.28	1.35	1.28	1.24	0.090	7.3

(续表 14) 附表 3-2—有机磷农药

化合物名称	浓度值 (mg/kg)	实验室号	测定值						平均值	标准偏差	相对标准偏差%
			平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
倍硫磷砒	5.0	1	4.96	5.06	5.21	5.08	5.08	4.94	5.06	0.098	1.9
		2	5.01	5.14	4.96	4.92	4.96	4.91	4.98	0.085	1.7
		3	4.40	4.80	4.78	4.43	4.80	4.74	4.66	0.19	4.1
		4	4.85	4.9	5.03	4.96	4.92	4.94	4.93	0.062	1.3
		5	4.47	4.98	4.71	4.57	4.64	5.05	4.74	0.23	4.9
		6	4.29	4.35	4.44	4.30	4.30	4.43	4.35	0.068	1.6
	1.0	1	0.95	1.00	1.01	1.00	0.95	0.82	0.955	0.071	7.5
		2	1.00	1.08	1.12	1.11	1.15	1.07	1.09	0.052	4.8
		3	0.91	0.941	1.01	1.07	1.25	1.08	1.04	0.12	12
		4	1.08	1.17	1.20	1.18	1.21	1.14	1.16	0.048	4.1
		5	0.905	0.820	0.755	0.973	0.920	1.010	0.897	0.095	11
		6	0.864	0.957	0.959	0.941	0.972	0.908	0.934	0.040	4.3
硫丹硫酸酯	5.0	1	4.55	4.56	4.64	4.53	4.59	4.56	4.57	0.039	0.85
		2	4.75	4.79	4.59	4.67	4.67	4.58	4.68	0.081	1.7
		3	4.46	4.69	4.61	4.21	4.43	4.51	4.48	0.17	3.7
		4	4.64	4.61	4.67	4.54	4.57	4.6	4.6	0.046	1.0
		5	4.04	4.47	4.12	4.28	4.11	4.46	4.25	0.19	4.4
		6	4.24	4.19	4.27	4.14	4.17	4.22	4.21	0.050	1.2
	1.0	1	0.93	0.99	0.98	0.98	0.92	0.92	0.953	0.033	3.5
		2	0.990	1.05	1.08	1.04	1.10	1.01	1.05	0.041	4.0
		3	0.895	0.894	0.909	0.941	1.06	0.897	0.933	0.065	7.0
		4	0.972	1.04	1.06	1.03	1.07	1.00	1.03	0.037	3.6
		5	0.888	0.812	0.750	0.939	0.889	0.904	0.864	0.070	8.0
		6	0.847	0.924	0.922	0.903	0.931	0.868	0.899	0.034	3.8
溴螨酯	5.0	1	4.79	4.83	4.92	4.83	4.85	4.89	4.85	0.047	1.0
		2	5.04	5.02	4.97	4.92	4.96	4.89	4.97	0.057	1.2
		3	3.90	4.17	4.15	3.86	4.20	4.13	4.07	0.15	3.6
		4	4.78	4.72	4.82	4.8	4.77	4.83	4.79	0.040	0.83
		5	4.05	4.35	4.19	4.07	4.19	4.53	4.23	0.18	4.3
		6	4.33	4.35	4.45	4.28	4.35	4.41	4.36	0.060	1.4
	1.0	1	0.98	1.03	1.05	1.04	0.99	0.98	1.01	0.032	3.2
		2	1.02	1.10	1.13	1.10	1.14	1.07	1.09	0.044	4.0
		3	0.830	0.834	0.882	0.926	1.06	0.910	0.907	0.084	9.3
		4	1.09	1.18	1.20	1.19	1.22	1.15	1.17	0.046	4.0
		5	0.939	0.839	0.763	0.975	0.912	0.966	0.899	0.083	9.2
		6	0.899	0.991	0.997	0.987	1.02	0.958	0.975	0.042	4.3

(续表 15) 附表 3-2—有机磷农药

化合物名称	浓度值 (mg/kg)	实验室号	测定值						平均值	标准偏差	相对标准偏差%
			平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
溴苯磷	5.0	1	4.66	4.74	4.85	4.21	4.72	4.69	4.65	0.22	4.8
		2	4.79	4.86	4.21	4.75	4.69	4.68	4.66	0.23	5.0
		3	5.02	5.42	5.40	4.44	5.34	5.28	5.15	0.38	7.3
		4	4.76	4.73	4.85	4.29	4.71	4.73	4.68	0.20	4.2
		5	4.40	4.68	4.42	4.21	4.36	4.72	4.47	0.20	4.4
		6	4.36	4.38	4.40	3.83	4.28	4.42	4.28	0.23	5.3
	1.0	1	0.95	1.00	1.01	0.98	0.95	0.94	0.972	0.029	3.0
		2	0.923	0.987	1.018	0.961	1.016	0.968	0.979	0.036	3.7
		3	0.820	0.836	0.879	0.894	1.05	0.906	0.898	0.082	9.1
		4	0.978	1.05	1.07	1.02	1.07	1.02	1.03	0.036	3.5
		5	0.906	0.816	0.745	0.954	0.892	0.943	0.876	0.081	9.2
		6	0.866	0.959	0.961	0.904	0.961	0.904	0.926	0.040	4.4
苯硫磷	5.0	1	4.53	4.68	4.96	4.64	4.82	4.89	4.75	0.16	3.4
		2	4.84	4.88	4.80	4.68	4.62	4.62	4.74	0.12	2.5
		3	5.02	5.39	5.41	4.97	5.34	5.28	5.24	0.19	3.7
		4	4.75	4.79	4.92	4.83	4.81	4.76	4.81	0.062	1.3
		5	4.41	4.68	4.44	4.24	4.35	4.66	4.46	0.17	3.9
		6	4.38	4.52	4.62	4.44	4.53	4.58	4.51	0.089	2.0
	1.0	1	0.82	0.95	0.93	0.79	0.95	0.89	0.888	0.069	7.8
		2	0.885	0.938	0.969	0.970	1.034	0.945	0.957	0.049	5.1
		3	0.797	0.817	0.869	0.933	1.11	0.916	0.907	0.11	12
		4	1.12	1.22	1.27	1.25	1.31	1.23	1.23	0.064	5.2
		5	0.882	0.778	0.694	0.921	0.845	0.941	0.844	0.093	11
		6	0.973	1.02	1.07	1.07	1.12	1.02	1.046	0.052	4.9
苯线磷亚砷	5.0	1	1.01	0.41	0.60	0.64	0.44	0.90	0.67	0.24	36
		2	0.66	0.41	0.42	0.30	0.59	0.59	0.49	0.14	28
		3	5.14	5.67	5.68	5.26	5.85	5.62	5.54	0.28	5.0
		4	4.85	4.37	4.53	4.57	4.4	4.76	4.58	0.19	33
		5	0.86	0.42	0.51	0.51	0.36	0.77	0.57	0.20	35
		6	0.551	0.225	0.354	0.377	0.267	0.552	0.388	0.14	36
	1.0	1	0.78	0.88	0.74	0.72	0.75	0.84	0.785	0.062	8.0
		2	0.137	0.059	0.103	0.199	0.198	0.186	0.147	0.058	39
		3	0.665	0.771	0.922	1.07	1.32	1.20	0.991	0.25	25
		4	0.582	0.234	0.431	0.773	0.789	0.761	0.595	0.23	38
		5	1.030	0.841	0.817	1.030	0.941	1.160	0.970	0.13	13
		6	0.130	0.0539	0.0861	0.162	0.162	0.162	0.126	0.046	37

(续表 16) 附表 3-2—有机磷农药

化合物名称	浓度值 (mg/kg)	实验室号	测定值						平均值	标准偏差	相对标准偏差%
			平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
苯线磷砷	5.0	1	4.64	4.32	4.78	4.54	4.50	4.77	4.59	0.18	3.8
		2	4.22	4.32	4.13	4.15	4.41	4.37	4.27	0.12	2.7
		3	3.50	3.70	4.04	3.70	4.56	4.44	3.99	0.44	11
		4	4.7	4.57	4.83	4.77	4.7	4.82	4.73	0.19	4.2
		5	4.31	4.54	4.26	4.24	4.16	4.48	4.33	0.15	3.4
		6	4.07	3.91	4.24	4.07	4.12	4.44	4.14	0.18	4.4
	1.0	1	1.01	0.97	1.05	1.06	1.05	0.55	0.948	0.20	21
		2	0.887	0.861	1.002	1.044	1.110	1.056	0.993	0.099	10

		3	0.600	0.569	0.660	0.832	1.14	1.00	0.800	0.23	29
		4	1.33	1.29	1.44	1.48	1.56	1.51	1.44	0.10	7.3
		5	0.974	0.848	0.769	1.010	0.935	1.070	0.934	0.11	12
		6	0.890	0.843	0.950	0.989	1.06	1.02	0.959	0.081	8.5
吡啶硫磷	5.0	1	4.98	5.08	5.26	5.14	5.18	4.98	5.10	0.11	2.2
		2	4.76	5.08	4.86	4.87	4.99	4.94	4.92	0.11	2.3
		3	4.64	5.35	5.48	5.06	6.06	5.66	5.38	0.49	9.1
		4	4.79	4.85	4.92	4.86	4.83	4.85	4.85	0.040	0.83
		5	4.75	5.08	4.80	4.80	4.72	5.11	4.88	0.17	3.5
		6	4.42	4.53	4.64	4.44	4.49	4.64	4.53	0.095	2.1
	1.0	1	1.13	1.20	1.25	1.23	1.21	1.15	1.20	0.046	3.9
		2	1.04	1.13	1.25	1.27	1.34	1.24	1.21	0.11	8.9
		3	0.591	0.640	0.787	0.923	1.21	1.04	0.865	0.24	28
		4	1.33	1.43	1.50	1.52	1.56	1.49	1.47	0.081	5.5
		5	0.967	0.862	0.781	1.010	0.958	1.090	0.945	0.11	12
		6	0.926	0.991	1.03	1.04	1.08	1.01	1.01	0.052	5.1
蝇毒磷	5.0	1	4.91	4.94	5.01	4.96	4.99	4.98	4.97	0.036	0.73
		2	4.88	5.03	4.87	4.90	4.97	4.92	4.93	0.060	1.2
		3	5.71	6.10	6.07	5.65	6.14	6.05	5.95	0.22	3.6
		4	4.81	4.79	4.86	4.83	4.8	4.84	4.82	0.023	0.48
		5	4.92	5.35	5.16	4.97	5.11	5.25	5.13	0.16	3.2
		6	4.44	4.51	4.57	4.49	4.51	4.66	4.53	0.078	1.7
	1.0	1	1.07	1.13	1.14	1.17	1.12	0.89	1.09	0.10	9.4
		2	1.04	1.13	1.19	1.19	1.23	1.15	1.16	0.066	5.7
		3	0.864	0.924	1.03	1.14	1.39	1.19	1.09	0.19	18
		4	1.17	1.27	1.32	1.32	1.36	1.29	1.29	0.066	5.1
		5	1.010	0.899	0.818	1.090	1.010	1.100	0.988	0.11	11.2
		6	0.941	1.04	1.06	1.04	1.09	1.00	1.03	0.052	5.1

附表 3-2 6 家实验室空白基体加标的重复性限和再现性限统计原始数据 (mg/kg)

化合物名称	浓度值 (mg/kg)		实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6	$\bar{x}$	S'	RSD	重复性限 r	再现性限 R
反式丙烯菊酯	5.00	$\bar{x}_i$	4.91	4.64	5.03	5.2	4.80	4.89	4.91	0.192	3.90	0.302	0.603
		S_i	0.053	0.062	0.226	0.0763	0.0672	0.0392					
		RSD_i	1.08	1.34	4.48	1.47	1.40	0.80					
	1.00	$\bar{x}_i$	1.04	1.03	1.19	1.17	0.99	1.19	1.10	0.091	8.29	0.168	0.298
		S_i	0.119	0.0251	0.0564	0.0440	0.0201	0.0362					
		RSD_i	11.5	2.45	4.74	3.77	2.04	3.05					
联苯菊酯	5.00	$\bar{x}_i$	4.33	4.72	5.00	4.96	4.67	4.54	4.70	0.254	5.39	0.290	0.758
		S_i	0.066	0.065	0.206	0.0734	0.0653	0.060					
		RSD_i	1.53	1.37	4.13	1.48	1.40	1.32					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.908	0.972	1.02	1.00	0.902	1.05	0.975	0.060	6.17	0.109	0.196
		S_i	0.057	0.0254	0.0534	0.0327	0.0193	0.0313					
		RSD_i	6.28	2.61	5.21	3.27	2.13	2.98					
胺菊酯	5.00	$\bar{x}_i$	4.53	5.16	6.86	4.96	4.68	4.52	5.12	0.890	17.4	0.585	2.55
		S_i	0.071	0.130	0.473	0.0946	0.0589	0.0635					
		RSD_i	1.57	2.52	6.90	1.91	1.26	1.40					
	1.00	$\bar{x}_i$	1.04	1.21	1.56	1.12	0.884	1.10	1.15	0.227	19.7	0.165	0.654
		S_i	0.0946	0.0480	0.0748	0.0522	0.0172	0.0316					

		RSD_i	9.12	3.98	4.81	4.66	1.94	2.87					
--	--	---------	------	------	------	------	------	------	--	--	--	--	--

接上表

化合物名称	浓度值 (mg/kg)		实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6	$\bar{x}$	S'	RSD	重复性限 r	再现性限 R
甲氰菊酯	5.00	$\bar{x}_i$	4.52	4.76	5.01	4.8	4.48	4.50	4.68	0.213	4.56	0.306	0.659
		S_i	0.056	0.081	0.222	0.0734	0.0564	0.0632					
		RSD_i	1.25	1.70	4.43	1.53	1.21	1.41					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.873	0.977	1.14	0.949	0.888	0.962	0.965	0.095	9.88	0.113	0.286
		S_i	0.0635	0.0310	0.0572	0.0215	0.0183	0.0270					
		RSD_i	7.27	3.17	5.03	2.27	2.06	2.81					
除虫菊酯	5.00	$\bar{x}_i$	5.48	5.19	7.07	5.21	4.97	5.08	5.50	0.788	14.3	0.427	2.24
		S_i	0.063	0.153	0.293	0.113	0.0575	0.0999					
		RSD_i	1.16	2.95	4.15	2.16	1.16	1.96					
	1.00	$\bar{x}_i$	1.53	1.39	1.33	1.57	1.05	1.56	1.41	0.199	14.2	0.596	0.779
		S_i	0.483	0.0845	0.0718	0.128	0.0363	0.0902					
		RSD_i	31.7	6.07	5.42	8.14	3.46	5.79					
氯菊酯	5.00	$\bar{x}_i$	4.56	4.62	5.19	4.89	4.30	4.56	4.69	0.310	6.62	0.388	0.938
		S_i	0.069	0.041	0.306	0.0622	0.0853	0.0634					
		RSD_i	1.52	0.89	5.90	1.27	1.98	1.39					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.928	0.955	1.31	0.963	0.906	0.983	1.01	0.151	15.0	0.120	0.436
		S_i	0.0306	0.0378	0.0571	0.0493	0.0350	0.0418					
		RSD_i	3.30	3.96	4.36	5.12	3.86	4.26					

接上表

化合物名称	浓度值 (mg/kg)		实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6	$\bar{x}$	S'	RSD	重复性限 r	再现性限 R
顺式氯氟氰菊酯	5.00	$\bar{x}_i$	4.47	4.58	4.95	4.94	4.43	4.83	4.70	0.235	5.01	0.356	0.735
		S_i	0.045	0.116	0.229	0.0891	0.1250	0.0741					
		RSD_i	1.01	2.54	4.62	1.8	2.82	1.54					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.923	1.05	1.06	1.01	0.891	1.09	1.00	0.080	7.97	0.249	0.319
		S_i	0.189	0.0447	0.0532	0.0287	0.0162	0.0763					
		RSD_i	20.4	4.25	5.04	2.83	1.82	7.02					
氯氰菊酯	5.00	$\bar{x}_i$	4.68	4.83	5.23	4.52	4.84	4.67	4.80	0.244	5.08	0.577	0.862
		S_i	0.101	0.098	0.443	0.135	0.0638	0.129					
		RSD_i	2.16	2.03	8.46	2.99	1.32	2.76					
	1.00	$\bar{x}_i$	1.14	1.21	1.32	1.29	0.901	1.11	1.16	0.152	13.1	0.202	0.463
		S_i	0.121	0.0712	0.0694	0.0589	0.0330	0.0456					
		RSD_i	10.6	5.91	5.26	4.58	3.66	4.11					
氰戊菊酯	5.00	$\bar{x}_i$	4.53	4.77	5.09	4.16	4.64	4.43	4.60	0.316	6.86	0.485	0.988
		S_i	0.048	0.084	0.342	0.188	0.0866	0.104					
		RSD_i	1.06	1.77	6.71	4.51	1.87	2.35					
	1.00	$\bar{x}_i$	1.02	1.04	1.15	1.03	0.961	1.11	1.05	0.068	6.43	0.172	0.246
		S_i	0.0905	0.0705	0.0688	0.0495	0.0278	0.0394					

		RSD_i	8.84	6.81	5.98	4.83	2.89	3.56					
--	--	---------	------	------	------	------	------	------	--	--	--	--	--

接上表

化合物名称	浓度值 (mg/kg)		实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6	$\bar{x}$	S'	RSD	重复性限 r	再现性限 R
溴氰菊酯	5.00	$\bar{x}_i$	4.56	4.87	5.33	4.63	4.67	4.60	4.78	0.292	6.11	0.825	1.11
		S_i	0.064	0.096	0.69	0.11	0.1166	0.0757					
		RSD_i	1.41	1.97	12.9	2.38	2.51	1.64					
	1.00	$\bar{x}_i$	1.05	1.22	1.00	1.10	0.977	1.35	1.12	0.143	12.9	0.222	0.450
		S_i	0.0867	0.0943	0.0712	0.105	0.0341	0.0628					
		RSD_i	8.26	7.74	7.10	9.58	3.49	4.67					

接上表

化合物名称	浓度值 (mg/kg)		实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6	$\bar{x}$	S'	RSD	重复性限 r	再现性限 R
敌敌畏	5.00	$\bar{x}_i$	3.60	3.91	3.85	3.7	3.18	3.33	3.60	0.289	8.04	0.588	0.971
		S_i	0.188	0.169	0.254	0.236	0.180	0.219					
		RSD_i	5.21	4.33	6.61	6.38	5.66	6.58					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.733	0.741	0.855	0.783	0.677	0.658	0.741	0.072	9.69	0.133	0.235
		S_i	0.0333	0.0357	0.0613	0.0428	0.0648	0.0377					
		RSD_i	4.54	4.82	7.17	5.46	9.57	5.73					
速灭磷	5.00	$\bar{x}_i$	4.46	4.61	4.69	4.57	4.03	4.21	4.43	0.256	5.79	0.316	0.774
		S_i	0.087	0.074	0.198	0.107	0.0816	0.0778					
		RSD_i	1.95	1.61	4.23	2.33	2.02	1.85					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.957	0.980	0.860	1.09	0.807	0.882	0.929	0.101	10.9	0.195	0.334
		S_i	0.0398	0.0548	0.115	0.0392	0.0931	0.0320					
		RSD_i	4.16	5.59	13.4	3.59	11.5	3.62					
内吸磷	5.00	$\bar{x}_i$	4.11	3.87	4.89	4.03	4.42	3.80	4.19	0.407	9.73	0.499	1.23
		S_i	0.094	0.145	0.344	0.161	0.106	0.0723					
		RSD_i	2.28	3.74	7.04	3.99	2.40	1.90					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.813	0.708	0.765	1.07	0.683	0.738	0.796	0.142	17.8	0.247	0.456
		S_i	0.0489	0.0470	0.160	0.0833	0.0857	0.0460					
		RSD_i	6.01	6.64	20.9	7.77	12.6	6.24					

接上表

化合物名称	浓度值 (mg/kg)		实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6	$\bar{x}$	S'	RSD	重复性限 r	再现性限 R
虫线磷	5.00	$\bar{x}_i$	4.81	4.76	4.72	4.73	4.07	4.35	4.57	0.297	6.49	0.359	0.893
		S_i	0.143	0.087	0.188	0.0919	0.155	0.0551					
		RSD_i	2.96	1.82	3.98	1.94	3.81	1.26					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.912	0.949	0.875	1.01	0.806	0.890	0.907	0.069	7.62	0.168	0.247
		S_i	0.0492	0.0449	0.0802	0.0481	0.0819	0.0408					
		RSD_i	5.39	4.73	9.17	4.74	10.2	4.59					
灭克磷	5.00	$\bar{x}_i$	4.80	4.71	4.72	4.73	4.11	4.36	4.57	0.274	6.00	0.295	0.814

		S_i	0.064	0.075	0.175	0.0771	0.130	0.0568					
		RSD_i	1.34	1.59	3.71	1.63	3.16	1.30					
		$\bar{x}_i$	0.987	0.945	0.882	1.03	0.806	0.887					
	1.00	S_i	0.0520	0.0445	0.0822	0.0468	0.0837	0.0400	0.923	0.081	8.76	0.170	0.275
		RSD_i	5.27	4.71	9.32	4.55	10.4	4.51					
甲拌磷	5.00	$\bar{x}_i$	4.51	4.43	4.72	4.43	4.09	4.12	4.38	0.240	5.49	0.307	0.729
		S_i	0.038	0.070	0.175	0.112	0.141	0.0544					
		RSD_i	0.85	1.58	3.71	2.54	3.45	1.32					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.927	0.859	0.861	1.00	0.777	0.835	0.877	0.077	8.83	0.174	0.269
		S_i	0.0476	0.0368	0.0913	0.0514	0.0840	0.0405					
		RSD_i	5.14	4.29	10.6	5.14	10.8	4.85					

接上表

化合物名称	浓度值 (mg/kg)		实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6	$\bar{x}$	S'	RSD	重复性限 r	再现性限 R
治螟磷	5.00	$\bar{x}_i$	4.75	4.68	4.77	4.67	4.11	4.31	4.55	0.272	5.99	0.343	0.824
		S_i	0.058	0.075	0.220	0.0653	0.159	0.0534					
		RSD_i	1.21	1.59	4.62	1.4	3.87	1.24					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.968	0.937	0.915	1.02	0.816	0.868	0.921	0.072	7.85	0.172	0.256
		S_i	0.0515	0.0401	0.0912	0.0507	0.0779	0.0377					
		RSD_i	5.32	4.28	10.0	4.95	9.54	4.34					
二嗪农	5.00	$\bar{x}_i$	4.76	4.74	4.53	4.7	4.10	4.27	4.52	0.275	6.08	0.283	0.811
		S_i	0.044	0.083	0.140	0.051	0.171	0.0336					
		RSD_i	0.91	1.75	3.10	1.09	4.17	0.79					
	1.00	$\bar{x}_i$	1.02	0.971	0.906	1.04	0.850	0.905	0.949	0.074	7.80	0.157	0.252
		S_i	0.0412	0.0387	0.0795	0.0439	0.0768	0.0377					
		RSD_i	4.03	3.99	8.77	4.23	9.04	4.17					
乙拌磷	5.00	$\bar{x}_i$	4.33	4.30	3.63	4.29	4.15	3.99	4.12	0.269	6.55	0.365	0.825
		S_i	0.133	0.174	0.158	0.0944	0.123	0.0709					
		RSD_i	3.06	4.06	4.36	2.2	2.96	1.77					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.845	0.786	0.903	0.919	0.658	0.794	0.818	0.095	11.7	0.144	0.297
		S_i	0.0373	0.0285	0.0723	0.0477	0.0658	0.0425					
		RSD_i	4.41	3.63	8.00	5.19	10.0	5.35					

接上表

化合物名称	浓度值 (mg/kg)		实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6	$\bar{x}$	S'	RSD	重复性限 r	再现性限 R
乐果	5.00	$\bar{x}_i$	5.30	5.31	4.59	5.17	4.68	4.63	4.95	0.348	7.03	0.423	1.05
		S_i	0.082	0.076	0.167	0.116	0.173	0.230					
		RSD_i	1.55	1.44	3.63	4.96	3.70	4.98					
	1.00	$\bar{x}_i$	1.20	1.27	0.886	1.37	0.853	1.11	1.11	0.209	18.7	0.250	0.627
		S_i	0.0875	0.0933	0.107	0.0859	0.0836	0.0745					
		RSD_i	7.30	7.38	12.1	6.29	9.80	6.74					
皮蝇磷	5.00	$\bar{x}_i$	4.58	4.65	4.50	4.65	4.10	4.25	4.46	0.229	5.14	0.448	0.760

		S_i	0.136	0.110	0.240	0.123	0.182	0.131					
		RSD_i	2.98	2.38	5.33	2.64	4.44	3.09					
		$\bar{x}_i$	0.967	0.961	0.918	1.00	0.830	0.869					
	1.00	S_i	0.0408	0.0412	0.0673	0.0388	0.0768	0.0344	0.924	0.065	6.99	0.147	0.225
		RSD_i	4.22	4.29	7.33	3.89	9.25	3.96					
毒死蜱	5.00	$\bar{x}_i$	4.79	4.65	4.51	5.04	4.10	4.28	4.56	0.342	7.49	0.328	1.00
		S_i	0.128	0.045	0.166	0.045	0.182	0.0340					
		RSD_i	2.67	0.98	3.67	0.89	4.44	0.80					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.980	0.979	0.919	1.04	0.904	0.911	0.956	0.053	5.59	0.153	0.205
		S_i	0.0390	0.0428	0.0700	0.0400	0.0817	0.0381					
		RSD_i	3.98	4.38	7.62	3.84	9.04	4.18					

接上表

化合物名称	浓度值 (mg/kg)		实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6	$\bar{x}$	S'	RSD	重复性限 r	再现性限 R
甲基对硫磷	5.00	$\bar{x}_i$	4.73	4.87	4.56	4.76	4.19	4.34	4.58	0.264	5.77	0.291	0.786
		S_i	0.060	0.071	0.155	0.0654	0.152	0.0679					
		RSD_i	1.27	1.46	3.41	1.37	3.63	1.56					
	1.00	$\bar{x}_i$	1.11	1.00	0.897	1.05	0.826	0.917	0.967	0.106	10.9	0.194	0.344
		S_i	0.0572	0.0742	0.101	0.0466	0.0770	0.0400					
		RSD_i	5.16	7.40	11.2	4.42	9.33	4.36					
毒壤磷	5.00	$\bar{x}_i$	4.72	4.70	4.92	4.69	4.18	4.32	4.59	0.279	6.08	0.382	0.855
		S_i	0.076	0.108	0.203	0.0818	0.193	0.0950					
		RSD_i	1.61	2.30	4.12	1.74	4.62	2.20					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.930	0.951	0.897	0.974	0.880	0.876	0.918	0.040	4.36	0.164	0.187
		S_i	0.0374	0.0338	0.101	0.0345	0.0747	0.0336					
		RSD_i	4.02	3.55	11.2	3.55	8.49	3.84					
安硫磷	5.00	$\bar{x}_i$	3.75	3.87	4.56	4.04	3.38	3.31	3.82	0.460	12.0	0.651	1.42
		S_i	0.246	0.207	0.157	0.361	0.161	0.199					
		RSD_i	6.58	5.36	3.43	8.94	4.76	6.00					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.560	0.624	0.961	0.700	0.895	0.491	0.705	0.187	26.5	0.425	0.652
		S_i	0.159	0.178	0.097	0.202	0.0901	0.152					
		RSD_i	28.5	28.5	10.1	28.8	10.1	30.9					

接上表

化合物名称	浓度值 (mg/kg)		实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6	$\bar{x}$	S'	RSD	重复性限 r	再现性限 R
倍硫磷	5.00	$\bar{x}_i$	3.88	4.65	4.95	4.6	4.05	4.23	4.39	0.407	9.25	2.19	2.30
		S_i	1.899	0.126	0.176	0.0486	0.139	0.0552					
		RSD_i	49.02	2.72	3.57	1.06	3.43	1.30					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.950	0.956	0.923	1.02	0.817	0.890	0.926	0.069	7.40	0.134	0.228
		S_i	0.0363	0.0320	0.0658	0.0356	0.0699	0.0297					
		RSD_i	3.82	3.34	7.13	3.48	8.56	3.34					
马拉硫	5.00	$\bar{x}_i$	4.74	4.78	4.61	4.73	4.20	4.31	4.56	0.247	5.41	0.328	0.753

磷		S_i	0.070	0.060	0.212	0.0538	0.157	0.0335					
		RSD_i	1.48	1.25	4.60	1.14	3.74	0.78					
		$\bar{x}_i$	0.998	1.04	1.05	1.23	0.868	0.934					
	1.00	S_i	0.0868	0.0596	0.132	0.0527	0.0759	0.0405	1.02	0.124	12.1	0.225	0.402
		RSD_i	8.70	5.75	12.6	4.29	8.74	4.33					
粉锈宁	5.00	$\bar{x}_i$	4.86	4.74	4.96	4.74	4.16	4.42	4.65	0.300	6.45	0.320	0.889
		S_i	0.061	0.129	0.173	0.0507	0.156	0.0364					
		RSD_i	1.25	2.72	3.49	1.07	3.75	0.82					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.987	0.987	0.895	1.07	0.853	0.940	0.955	0.077	8.04	0.145	0.253
		S_i	0.0280	0.0288	0.0786	0.0430	0.0710	0.0380					
		RSD_i	2.84	2.92	8.78	4.03	8.32	4.04					

接上表

化合物名称	浓度值 (mg/kg)		实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6	$\bar{x}$	S'	RSD	重复性限 r	再现性限 R
对硫磷	5.00	$\bar{x}_i$	4.63	4.50	4.95	4.55	4.32	4.39	4.56	0.222	4.88	0.328	0.691
		S_i	0.037	0.113	0.182	0.0471	0.177	0.0408					
		RSD_i	0.79	2.52	3.68	1.03	4.10	0.93					
	1.00	$\bar{x}_i$	1.02	0.966	0.913	1.14	0.841	0.997	0.980	0.101	10.4	0.183	0.330
		S_i	0.0402	0.0412	0.0898	0.0542	0.0919	0.0529					
		RSD_i	3.95	4.26	9.84	4.76	10.9	5.31					
育畜磷	5.00	$\bar{x}_i$	5.00	4.81	3.66	4.86	4.22	4.55	4.52	0.502	11.1	0.373	1.45
		S_i	0.063	0.078	0.204	0.0782	0.174	0.136					
		RSD_i	1.26	1.62	5.56	1.61	4.12	2.99					
	1.00	$\bar{x}_i$	1.15	1.12	0.823	1.43	0.844	1.09	1.08	0.224	20.8	0.287	0.679
		S_i	0.0459	0.0830	0.177	0.0922	0.0904	0.0770					
		RSD_i	3.98	7.44	21.5	6.47	10.7	7.09					
甲拌磷 砒	5.00	$\bar{x}_i$	4.68	4.91	3.46	4.79	4.29	4.40	4.42	0.526	11.9	0.296	1.50
		S_i	0.045	0.068	0.113	0.0693	0.200	0.0539					
		RSD_i	0.95	0.068	3.25	1.45	4.66	1.22					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.967	1.05	0.879	1.15	0.842	0.918	0.968	0.115	11.9	0.165	0.355
		S_i	0.0393	0.0539	0.0877	0.0468	0.0717	0.0356					
		RSD_i	4.07	5.16	10.0	4.09	8.51	3.88					

接上表

化合物名称	浓度值 (mg/kg)		实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6	$\bar{x}$	S'	RSD	重复性限 r	再现性限 R
灭蚜磷	5.00	$\bar{x}_i$	5.00	4.87	4.98	4.81	4.30	4.45	4.74	0.291	6.15	0.306	0.862
		S_i	0.068	0.101	0.158	0.0637	0.140	0.0896					
		RSD_i	1.36	2.08	3.18	1.33	3.26	2.01					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.963	1.04	1.14	1.16	0.851	0.932	1.01	0.121	12.0	0.207	0.389
		S_i	0.0958	0.0451	0.111	0.0488	0.0723	0.0389					
		RSD_i	9.95	4.36	9.71	4.20	8.50	4.17					
丙硫磷	5.00	$\bar{x}_i$	4.65	4.65	4.60	4.64	4.24	4.24	4.50	0.205	4.55	0.326	0.646

		S_i	0.056	0.102	0.176	0.0476	0.175	0.0625					
		RSD_i	1.21	2.20	3.84	1.03	4.13	1.48					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.990	0.975	0.911	1.00	0.854	0.900	0.938	0.059	6.24	0.144	0.210
		S_i	0.0310	0.0350	0.0791	0.0353	0.0703	0.0343					
		RSD_i	3.13	3.59	8.69	3.52	8.23	3.81					
脱叶亚 磷	5.00	$\bar{x}_i$	4.64	4.75	4.70	5.57	4.30	4.24	4.70	0.476	10.1	0.368	1.38
		S_i	0.096	0.153	0.189	0.0943	0.150	0.0625					
		RSD_i	2.08	3.23	4.01	1.69	3.49	1.48					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.937	0.892	0.873	1.18	0.734	0.876	0.915	0.146	16.0	0.195	0.447
		S_i	0.0468	0.0575	0.0984	0.0771	0.0701	0.0564					
		RSD_i	4.99	6.45	11.3	6.56	9.55	6.43					

接上表

化合物 名称	浓度 值 (mg/ kg)		实验 室 1	实验 室 2	实验 室 3	实验 室 4	实验 室 5	实验 室 6	$\bar{x}$	S'	RSD	重复 性限 r	再现性 限 R
乐本松	5.00	$\bar{x}_i$	4.66	4.70	3.55	4.73	4.27	4.33	4.37	0.449	10.3	0.329	1.29
		S_i	0.092	0.074	0.189	0.0481	0.167	0.0531					
		RSD_i	1.97	1.58	5.34	1.02	3.91	1.23					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.992	1.09	0.866	1.19	0.851	0.935	0.987	0.132	13.4	0.218	0.421
		S_i	0.0299	0.0831	0.136	0.0449	0.0791	0.0427					
		RSD_i	3.02	7.60	15.6	3.78	9.29	4.57					
地胺磷	5.00	$\bar{x}_i$	3.93	3.83	4.83	3.78	3.53	3.47	3.90	0.491	12.6	0.674	1.51
		S_i	0.172	0.052	0.464	0.186	0.165	0.195					
		RSD_i	4.37	1.37	9.61	4.93	4.67	5.62					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.885	0.864	0.886	1.03	0.862	0.844	0.895	0.068	7.59	0.381	0.397
		S_i	0.0609	0.0834	0.269	0.0984	0.100	0.0930					
		RSD_i	6.88	9.65	30.4	9.57	11.6	11.0					
三硫磷	5.00	$\bar{x}_i$	4.81	4.84	4.66	4.81	4.32	4.40	4.64	0.227	4.90	0.401	0.734
		S_i	0.143	0.129	0.191	0.066	0.204	0.0586					
		RSD_i	2.96	2.67	4.10	1.37	4.72	1.33					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.888	1.01	0.885	1.14	0.887	0.963	0.962	0.101	10.5	0.176	0.325
		S_i	0.0601	0.0375	0.0909	0.0514	0.0756	0.0446					
		RSD_i	6.77	3.71	10.3	4.51	8.53	4.63					

接上表

化合物 名称	浓度 值 (mg/ kg)		实验 室 1	实验 室 2	实验 室 3	实验 室 4	实验 室 5	实验 室 6	$\bar{x}$	S'	RSD	重复 性限 r	再现性 限 R
增效醚	5.00	$\bar{x}_i$	5.07	4.76	4.39	4.79	4.30	4.49	4.63	0.291	6.27	0.375	0.883
		S_i	0.091	0.136	0.173	0.0647	0.208	0.0578					
		RSD_i	1.80	2.87	3.94	1.35	4.84	1.29					
	1.00	$\bar{x}_i$	1.09	0.977	0.926	1.19	0.867	0.987	1.01	0.116	11.6	0.239	0.392
		S_i	0.0679	0.0317	0.158	0.0581	0.0890	0.0409					
		RSD_i	6.24	3.25	17.1	4.89	10.3	4.14					

锐劲特	5.00	$\bar{x}_i$	4.76	4.88	5.09	4.82	4.26	4.43	4.71	0.306	6.51	0.514	0.977
		S_i	0.069	0.102	0.370	0.0572	0.200	0.0817					
		RSD_i	1.44	2.08	7.27	1.19	4.69	1.84					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.987	1.07	0.981	1.39	0.900	1.02	1.06	0.172	16.2	0.273	0.542
		S_i	0.141	0.0476	0.144	0.0643	0.0884	0.0459					
		RSD_i	14.2	4.45	14.7	4.63	9.82	4.51					
丰索磷	5.00	$\bar{x}_i$	2.20	4.83	4.50	4.91	4.53	4.69	4.28	1.03	24.1	0.493	2.92
		S_i	0.159	0.048	0.297	0.0881	0.220	0.120					
		RSD_i	7.27	0.99	6.60	1.8	4.86	2.56					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.557	1.09	1.09	1.51	0.885	1.24	1.06	0.323	30.4	0.273	0.937
		S_i	0.0898	0.0561	0.113	0.109	0.114	0.0899					
		RSD_i	16.1	5.13	10.3	7.24	12.8	7.25					

接上表

化合物名称	浓度值 (mg/kg)		实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6	$\bar{x}$	S'	RSD	重复性限 r	再现性限 R
倍硫磷 砒	5.00	$\bar{x}_i$	5.06	4.98	4.66	4.93	4.74	4.35	4.79	0.261	5.46	0.389	0.813
		S_i	0.098	0.085	0.192	0.0621	0.231	0.0685					
		RSD_i	1.93	1.70	4.12	1.26	4.87	1.57					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.955	1.09	1.04	1.16	0.897	0.934	1.01	0.101	10.0	0.216	0.345
		S_i	0.0712	0.0519	0.122	0.0476	0.0951	0.0405					
		RSD_i	7.46	4.77	11.7	4.09	10.6	4.34					
硫丹硫酸酯	5.00	$\bar{x}_i$	4.57	4.68	4.48	4.6	4.25	4.21	4.47	0.193	4.33	0.314	0.613
		S_i	0.039	0.081	0.167	0.0459	0.187	0.0502					
		RSD_i	0.85	1.73	3.72	1	4.40	1.19					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.953	1.05	0.933	1.03	0.864	0.899	0.955	0.073	7.63	0.137	0.239
		S_i	0.0333	0.0414	0.0649	0.0370	0.0695	0.0342					
		RSD_i	3.49	3.96	6.95	3.60	8.04	3.81					
溴螨酯	5.00	$\bar{x}_i$	4.85	4.97	4.07	4.79	4.23	4.36	4.55	0.372	8.19	0.292	1.08
		S_i	0.047	0.057	0.147	0.0398	0.182	0.0598					
		RSD_i	0.96	1.15	3.63	0.83	4.30	1.37					
	1.00	$\bar{x}_i$	1.01	1.09	0.907	1.17	0.899	0.975	1.01	0.106	10.5	0.165	0.333
		S_i	0.0319	0.0437	0.0845	0.0462	0.0826	0.0424					
		RSD_i	3.15	3.99	9.31	3.95	9.19	4.34					

接上表

化合物名称	浓度值 (mg/kg)		实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6	$\bar{x}$	S'	RSD	重复性限 r	再现性限 R
溴苯磷	5.00	$\bar{x}_i$	4.65	4.66	5.15	4.68	4.47	4.28	4.65	0.290	6.24	0.700	1.03
		S_i	0.223	0.232	0.378	0.198	0.197	0.226					
		RSD_i	4.80	4.97	7.34	4.24	4.41	5.29					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.972	0.979	0.898	1.03	0.876	0.926	0.947	0.057	6.05	0.154	0.214
		S_i	0.0293	0.0362	0.0818	0.0357	0.0806	0.0403					
		RSD_i	3.01	3.69	9.12	3.45	9.20	4.35					

苯硫磷	5.00	$\bar{x}_i$	4.75	4.74	5.24	4.81	4.46	4.51	4.75	0.278	5.84	0.395	0.857
		S_i	0.164	0.116	0.193	0.0617	0.174	0.0889					
		RSD_i	3.44	2.45	3.68	1.28	3.90	1.97					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.888	0.957	0.907	1.23	0.844	1.046	0.979	0.141	14.4	0.215	0.441
		S_i	0.0688	0.0488	0.113	0.0641	0.0934	0.0516					
		RSD_i	7.75	5.11	12.4	5.20	11.1	4.93					
苯线磷 亚砷	5.00	$\bar{x}_i$	0.67	0.49	5.54	4.58	0.57	0.388	2.04	2.36	116	0.573	6.63
		S_i	0.243	0.140	0.277	0.192	0.199	0.139					
		RSD_i	36.42	28.3	5.00	33.16	34.9	35.8					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.785	0.147	0.991	0.595	0.970	0.126	0.602	0.388	64.5	0.429	1.16
		S_i	0.0625	0.0576	0.252	0.226	0.130	0.0462					
		RSD_i	7.97	39.2	25.4	37.9	13.4	36.7					

接上表

化合物名称	浓度值 (mg/kg)		实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6	$\bar{x}$	S'	RSD	重复性限 r	再现性限 R
苯线磷 砷	5.00	$\bar{x}_i$	4.59	4.27	3.99	4.73	4.33	4.14	4.34	0.276	6.37	0.652	0.976
		S_i	0.176	0.117	0.435	0.192	0.148	0.181					
		RSD_i	3.83	2.74	10.9	4.19	3.42	4.37					
	1.00	$\bar{x}_i$	0.948	0.993	0.800	1.44	0.934	0.959	1.01	0.220	21.7	0.416	0.723
		S_i	0.198	0.0990	0.232	0.105	0.110	0.0814					
		RSD_i	20.9	10.0	29.0	7.33	11.8	8.49					
吡啶硫 磷	5.00	$\bar{x}_i$	5.10	4.92	5.38	4.85	4.88	4.53	4.94	0.283	5.72	0.630	0.978
		S_i	0.112	0.110	0.489	0.0402	0.172	0.0953					
		RSD_i	2.19	2.25	9.10	0.83	3.52	2.11					
	1.00	$\bar{x}_i$	1.20	1.21	0.865	1.47	0.945	1.01	1.12	0.221	19.8	0.347	0.696
		S_i	0.0464	0.108	0.239	0.0813	0.109	0.0521					
		RSD_i	3.88	8.91	27.6	5.53	11.6	5.14					
蝇毒磷	5.00	$\bar{x}_i$	4.97	4.93	5.95	4.82	5.13	4.53	5.06	0.482	9.53	0.333	1.38
		S_i	0.036	0.060	0.216	0.0231	0.164	0.0781					
		RSD_i	0.73	1.21	3.63	0.48	3.20	1.72					
	1.00	$\bar{x}_i$	1.09	1.16	1.09	1.29	0.988	1.03	1.11	0.107	9.63	0.304	0.408
		S_i	0.102	0.066	0.192	0.0655	0.110	0.0520					
		RSD_i	9.36	5.74	17.6	5.09	11.2	5.05					

1.4 准确度测试原始结果

准备目标化合物含量为 5.00mg/kg 和 1.00mg/kg 加标样品进行准确度测试。其结果见附表 4-1~附表 4-2

附表 4-1 基体加标的准确度测试原始数据 (mg/kg) — 菊酯类农药

化合物名称	实验室号	测定值						平均值	加标量	加标回收率%
		平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
反式丙烯菊酯	1	4.90	4.87	5.01	4.88	4.87	4.90	4.91	5.00	98.1
	2	4.54	4.66	4.72	4.68	4.61	4.65	4.64	5.00	92.9
	3	4.95	4.76	4.91	4.99	5.40	5.17	5.03	5.00	101

	4	5.2	5.16	5.34	5.22	5.17	5.12	5.2	5.00	104
	5	4.79	4.74	4.89	4.77	4.86	4.72	4.80	5.00	96.0
	6	4.86	4.88	4.93	4.94	4.89	4.84	4.89	5.00	97.8
	1	1.05	1.10	1.11	1.10	1.07	0.80	1.04	1.00	104
	2	0.990	1.00	1.03	1.05	1.05	1.03	1.03	1.00	103
	3	1.17	1.30	1.14	1.17	1.18	1.17	1.19	1.00	119
	4	1.12	1.11	1.18	1.20	1.18	1.22	1.17	1.00	117
	5	0.979	0.951	0.989	0.999	0.987	1.01	0.99	1.00	99.0
	6	1.17	1.14	1.22	1.21	1.15	1.22	1.19	1.00	119
联苯菊酯	1	4.33	4.31	4.45	4.31	4.31	4.25	4.33	5.00	86.5
	2	4.70	4.70	4.84	4.73	4.73	4.64	4.72	5.00	94.5
	3	4.93	4.76	4.90	4.93	5.35	5.13	5.00	5.00	100
	4	4.98	4.91	5.09	4.98	4.92	4.9	4.96	5.00	99.3
	5	4.67	4.64	4.78	4.65	4.71	4.59	4.67	5.00	93.4
	6	4.50	4.59	4.46	4.62	4.54	4.49	4.54	5.00	90.7
	1	0.90	0.94	0.95	0.95	0.91	0.80	0.908	1.00	90.8
	2	0.948	0.935	0.981	0.992	0.976	1.00	0.972	1.00	97.2
	3	1.01	1.13	0.979	1.00	1.02	1.01	1.02	1.00	102
	4	0.964	0.957	1.01	1.02	1.01	1.04	1.00	1.00	100
	5	0.898	0.87	0.902	0.911	0.904	0.929	0.902	1.00	90.2
	6	1.04	1.00	1.08	1.06	1.03	1.08	1.05	1.00	105
胺菊酯	1	4.52	4.52	4.66	4.52	4.53	4.44	4.53	5.00	90.6
	2	5.14	5.20	5.30	5.17	5.22	4.92	5.16	5.00	103
	3	6.18	7.10	7.16	6.99	7.36	6.37	6.86	5.00	137
	4	4.93	5.00	5.01	4.92	4.83	5.10	4.96	5.00	99.3
	5	4.69	4.64	4.76	4.66	4.71	4.59	4.68	5.00	93.6
	6	4.43	4.50	4.53	4.62	4.56	4.49	4.52	5.00	90.5
	1	1.03	1.08	1.09	1.10	1.07	0.85	1.04	1.00	104
	2	1.15	1.16	1.20	1.22	1.23	1.28	1.21	1.00	121
	3	1.57	1.70	1.50	1.52	1.52	1.52	1.56	1.00	156
	4	1.05	1.07	1.12	1.15	1.14	1.19	1.12	1.00	112
	5	0.879	0.859	0.885	0.893	0.876	0.91	0.884	1.00	88.4
	6	1.08	1.06	1.14	1.11	1.08	1.13	1.10	1.00	110

(续表 1) 附表 4-1—菊酯类农药

化合物名称	实验 室号	测定值						平均 值	加标量	加标 回收率%
		平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
甲氰菊酯	1	4.46	4.49	4.61	4.48	4.56	4.51	4.52	5.00	90.4
	2	4.76	4.72	4.90	4.77	4.75	4.65	4.76	5.00	95.2
	3	4.92	4.75	4.89	4.95	5.38	5.15	5.01	5.00	100
	4	4.86	4.76	4.91	4.79	4.73	4.72	4.8	5.00	95.9
	5	4.48	4.45	4.57	4.46	4.52	4.41	4.48	5.00	93.0
	6	4.46	4.48	4.45	4.59	4.56	4.45	4.50	5.00	90.0
	1	0.87	0.91	0.91	0.92	0.88	0.75	0.873	1.00	87.3
	2	0.937	0.940	0.984	1.00	0.990	1.01	0.977	1.00	97.7
	3	1.12	1.25	1.09	1.11	1.13	1.12	1.14	1.00	114
	4	0.929	0.916	0.962	0.971	0.961	0.955	0.949	1.00	94.9
	5	0.885	0.858	0.887	0.897	0.886	0.914	0.888	1.00	88.8
	6	0.947	0.924	0.998	0.973	0.948	0.981	0.962	1.00	96.2
除虫菊酯	1	5.40	5.46	5.58	5.52	5.45	5.45	5.48	5.00	110
	2	5.12	5.22	5.33	5.07	5.00	5.39	5.19	5.00	104
	3	4.92	4.75	4.89	4.95	5.38	5.15	5.01	5.00	100
	4	5.03	5.16	5.37	5.26	5.19	5.23	5.21	5.00	104
	5	4.92	4.92	5.06	4.95	5.01	4.93	4.97	5.00	99.4
	6	4.91	5.09	5.05	5.14	5.18	5.14	5.08	5.00	102
	1	1.59	1.73	1.79	1.71	1.78	0.55	1.53	1.00	153

	2	1.24	1.38	1.38	1.44	1.44	1.48	1.39	1.00	139
	3	1.37	1.45	1.28	1.30	1.29	1.26	1.33	1.00	133
	4	1.34	1.51	1.60	1.64	1.64	1.69	1.57	1.00	157
	5	0.998	1.04	1.07	1.08	1.02	1.09	1.05	1.00	105
	6	1.41	1.52	1.64	1.57	1.55	1.66	1.56	1.00	156
氯菊酯	1	4.50	4.53	4.69	4.52	4.57	4.53	4.56	5.00	91.1
	2	4.63	4.60	4.68	4.62	4.62	4.55	4.62	5.00	92.4
	3	4.64	5.22	5.29	5.25	5.58	5.14	5.19	5.00	104
	4	4.92	4.86	5.01	4.88	4.86	4.84	4.89	5.00	97.9
	5	4.43	4.25	4.38	4.26	4.27	4.21	4.30	5.00	86.0
	6	4.52	4.52	4.50	4.66	4.61	4.54	4.56	5.00	91.2
	1	0.91	0.95	0.95	0.96	0.92	0.88	0.928	1.00	92.8
	2	0.898	0.921	0.961	0.975	0.972	1.00	0.955	1.00	95.5
	3	1.31	1.42	1.26	1.29	1.29	1.28	1.31	1.00	131
	4	0.879	0.930	0.980	0.989	0.988	1.012	0.963	1.00	96.3
	5	0.847	0.891	0.914	0.924	0.908	0.951	0.906	1.00	90.6
	6	0.924	0.954	1.03	0.983	0.979	1.03	0.983	1.00	98.3

(续表 2) 附表 4-1—菊酯类农药

化合物名称	实验 室号	测定值						平均 值	加标量	加标 回收 率%
		平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
顺式氯氟 氰菊酯	1	4.43	4.45	4.55	4.44	4.48	4.44	4.47	5.00	89.3
	2	4.42	4.49	4.70	4.68	4.67	4.53	4.58	5.00	91.6
	3	4.86	4.72	4.82	4.87	5.35	5.10	4.95	5.00	99.0
	4	4.99	4.94	5.07	4.95	4.85	4.83	4.94	5.00	98.8
	5	4.56	4.26	4.44	4.31	4.56	4.46	4.43	5.00	88.6
	6	4.76	4.78	4.75	4.93	4.89	4.84	4.83	5.00	96.5
	1	0.98	1.01	1.02	1.01	0.98	0.54	0.923	1.00	92.3
	2	1.00	0.994	1.06	1.08	1.08	1.10	1.05	1.00	105
	3	1.04	1.16	1.01	1.03	1.05	1.04	1.06	1.00	106
	4	0.982	0.976	1.02	1.04	1.03	1.04	1.01	1.00	101
	5	0.892	0.864	0.886	0.896	0.892	0.914	0.891	1.00	89.1
	6	1.14	1.00	1.21	1.05	1.04	1.08	1.09	1.00	109
氯氰菊酯	1	4.54	4.61	4.83	4.67	4.66	4.74	4.68	5.00	93.5
	2	4.93	4.82	4.82	4.83	4.65	4.91	4.83	5.00	96.5
	3	4.43	5.42	5.46	5.35	5.68	5.07	5.23	5.00	105
	4	4.52	4.55	4.25	4.59	4.59	4.61	4.52	5.00	90.4
	5	4.84	4.77	4.93	4.81	4.91	4.80	4.84	5.00	96.8
	6	4.70	4.56	4.53	4.73	4.88	4.62	4.67	5.00	93.4
	1	1.11	1.22	1.21	1.22	1.18	0.91	1.14	1.00	114
	2	1.11	1.13	1.20	1.26	1.25	1.28	1.21	1.00	121
	3	1.34	1.45	1.27	1.29	1.29	1.27	1.32	1.00	132
	4	1.22	1.21	1.29	1.32	1.31	1.36	1.29	1.00	129
	5	0.884	0.876	0.896	0.908	0.879	0.964	0.901	1.00	90.1
	6	1.05	1.07	1.15	1.11	1.11	1.17	1.11	1.00	111
氰戊菊酯	1	4.45	4.54	4.60	4.52	4.52	4.53	4.53	5.00	90.5
	2	4.74	4.92	4.76	4.67	4.71	4.79	4.77	5.00	95.3
	3	4.51	5.09	5.24	5.13	5.57	5.04	5.09	5.00	102
	4	4.53	4.12	4.04	4.08	4.02	4.19	4.16	5.00	83.3
	5	4.55	4.58	4.73	4.61	4.76	4.59	4.64	5.00	92.8
	6	4.36	4.42	4.28	4.58	4.50	4.44	4.43	5.00	88.6
	1	1.00	1.08	1.08	1.08	1.05	0.85	1.02	1.00	102
	2	1.02	1.04	0.970	1.17	0.991	1.02	1.04	1.00	104
	3	1.18	1.28	1.11	1.12	1.12	1.10	1.15	1.00	115
	4	0.981	0.972	1.00	1.05	1.05	1.10	1.03	1.00	103
	5	0.943	0.934	0.963	0.973	0.945	1.01	0.961	1.00	96.1

	6	1.05	1.07	1.14	1.12	1.10	1.15	1.11	1.00	111
--	---	------	------	------	------	------	------	------	------	-----

(续表 3) 附表 4-1—菊酯类农药

化合物名称	实验室号	测定值						平均值	加标量	加标回收率%
		平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
溴氰菊酯	1	4.51	4.55	4.67	4.49	4.59	4.55	4.56	5.00	91.2
	2	4.82	4.91	5.02	4.90	4.74	4.83	4.87	5.00	97.4
	3	4.09	5.88	5.75	5.55	5.76	4.96	5.33	5.00	107
	4	4.55	4.49	4.72	4.58	4.68	4.78	4.63	5.00	92.7
	5	4.61	4.54	4.78	4.60	4.84	4.63	4.67	5.00	93.4
	6	4.61	4.53	4.49	4.65	4.67	4.67	4.60	5.00	92.1
	1	1.05	1.10	1.08	1.12	1.07	0.88	1.05	1.00	105
	2	1.09	1.13	1.21	1.27	1.27	1.34	1.22	1.00	122
	3	1.04	1.13	0.956	0.986	0.960	0.944	1.00	1.00	100
	4	0.964	0.978	1.11	1.16	1.18	1.21	1.10	1.00	110
	5	0.95	0.959	0.98	0.985	0.95	1.04	0.977	1.00	97.7
	6	1.26	1.31	1.39	1.33	1.34	1.44	1.35	1.00	135

(续表 4) 附表 4-1—有机磷农药

化合物名称	实验室号	测定值						平均值	加标量	加标回收率%
		平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
敌敌畏	1	3.46	3.31	3.73	3.72	3.80	3.57	3.60	5.00	72.0
	2	3.63	4.00	4.06	4.08	3.85	3.84	3.91	5.00	78.2
	3	3.56	3.68	3.97	3.75	4.28	3.86	3.85	5.00	77.0
	4	3.42	3.38	3.86	3.84	3.93	3.76	3.7	5.00	73.9
	5	2.89	3.08	3.21	3.22	3.24	3.43	3.18	5.00	63.6
	6	3.08	3.04	3.48	3.45	3.57	3.36	3.33	5.00	66.6
	1	0.77	0.71	0.76	0.68	0.74	0.74	0.733	1.00	73.3
	2	0.752	0.695	0.756	0.792	0.705	0.746	0.741	1.00	74.1
	3	0.873	0.742	0.834	0.916	0.878	0.887	0.855	1.00	85.5
	4	0.827	0.746	0.797	0.824	0.720	0.784	0.783	1.00	78.3
	5	0.639	0.607	0.626	0.697	0.712	0.779	0.677	1.00	67.7
	6	0.702	0.623	0.666	0.694	0.607	0.657	0.658	1.00	65.8
速灭磷	1	4.49	4.39	4.59	4.46	4.34	4.49	4.46	5.00	89.2
	2	4.54	4.73	4.66	4.54	4.62	4.58	4.61	5.00	92.2
	3	4.45	4.79	4.80	4.43	4.88	4.81	4.69	5.00	93.8
	4	4.42	4.47	4.7	4.61	4.55	4.65	4.57	5.00	91.3
	5	3.96	4.15	4.07	3.98	4.09	3.95	4.03	5.00	80.6
	6	4.12	4.14	4.34	4.22	4.20	4.23	4.21	5.00	84.1
	1	0.90	0.95	1.01	0.99	0.96	0.93	0.957	1.00	95.7
	2	0.891	0.950	1.01	1.02	1.04	0.970	0.980	1.00	98.0
	3	0.734	0.743	0.833	0.900	1.04	0.907	0.860	1.00	86.0
	4	1.03	1.08	1.13	1.11	1.13	1.07	1.09	1.00	109
	5	0.820	0.747	0.658	0.903	0.815	0.897	0.807	1.00	80.7
	6	0.838	0.861	0.901	0.902	0.923	0.865	0.882	1.00	88.2
内吸磷	1	4.05	4.13	4.24	4.12	4.17	3.97	4.11	5.00	82.3
	2	3.66	4.07	3.95	3.95	3.81	3.78	3.87	5.00	77.4
	3	4.45	4.79	4.80	4.43	4.88	4.81	4.69	5.00	93.8
	4	3.78	3.9	4.2	4.15	4.06	4.1	4.03	5.00	80.7
	5	4.33	4.50	4.52	4.46	4.45	4.25	4.42	5.00	88.4
	6	3.73	3.76	3.89	3.84	3.87	3.73	3.80	5.00	76.1
	1	0.73	0.82	0.88	0.82	0.80	0.83	0.813	1.00	81.3
	2	0.658	0.662	0.718	0.726	0.785	0.699	0.708	1.00	70.8
	3	0.585	0.671	0.697	0.736	1.03	0.868	0.765	1.00	76.5

	4	0.95	1.05	1.13	1.03	1.19	1.09	1.07	1.00	107
	5	0.700	0.599	0.559	0.775	0.711	0.752	0.683	1.00	68.3
	6	0.677	0.752	0.773	0.704	0.801	0.720	0.738	1.00	73.8

(续表 5) 附表 4-1—有机磷农药

化合物名称	实验 室号	测定值						平均值	加标量	加标 回收率%
		平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
虫线磷	1	4.68	4.79	5.08	4.74	4.74	4.85	4.81	5.00	96.3
	2	4.74	4.93	4.77	4.73	4.73	4.68	4.76	5.00	95.3
	3	4.53	4.90	4.81	4.44	4.86	4.75	4.72	5.00	94.4
	4	4.59	4.68	4.85	4.74	4.73	4.81	4.73	5.00	94.7
	5	3.97	4.34	4.13	4.06	4.03	3.89	4.07	5.00	81.4
	6	4.32	4.35	4.46	4.31	4.34	4.35	4.35	5.00	87.1
	1	0.83	0.92	0.97	0.95	0.89	0.91	0.912	1.00	91.2
	2	0.877	0.969	0.983	0.959	0.994	0.914	0.949	1.00	94.9
	3	0.785	0.828	0.860	0.896	1.02	0.862	0.875	1.00	87.5
	4	0.946	1.04	1.06	1.03	1.05	0.963	1.01	1.00	101
	5	0.826	0.761	0.667	0.894	0.821	0.868	0.806	1.00	80.6
	6	0.831	0.914	0.919	0.898	0.930	0.848	0.890	1.00	89.0
灭克磷	1	4.74	4.78	4.92	4.78	4.76	4.82	4.80	5.00	96.0
	2	4.63	4.85	4.72	4.68	4.69	4.68	4.71	5.00	94.2
	3	4.58	4.91	4.82	4.44	4.80	4.75	4.72	5.00	94.4
	4	4.62	4.68	4.84	4.73	4.74	4.79	4.73	5.00	94.7
	5	4.01	4.35	4.16	4.07	4.06	4.01	4.11	5.00	82.2
	6	4.31	4.32	4.47	4.34	4.34	4.36	4.36	5.00	87.1
	1	0.90	1.01	1.04	1.03	0.96	0.98	0.987	1.00	98.7
	2	0.870	0.952	0.974	0.955	0.997	0.921	0.945	1.00	94.5
	3	0.793	0.824	0.870	0.901	1.03	0.873	0.882	1.00	88.2
	4	0.954	1.04	1.07	1.04	1.08	1.00	1.03	1.00	103
	5	0.828	0.759	0.665	0.893	0.816	0.875	0.806	1.00	80.6
	6	0.821	0.899	0.911	0.899	0.933	0.861	0.887	1.00	88.7
甲拌磷	1	4.49	4.51	4.58	4.48	4.48	4.49	4.51	5.00	90.1
	2	4.38	4.56	4.46	4.41	4.40	4.37	4.43	5.00	88.6
	3	4.58	4.91	4.82	4.44	4.80	4.75	4.72	5.00	94.4
	4	4.27	4.31	4.52	4.48	4.44	4.54	4.43	5.00	88.5
	5	3.97	4.28	4.15	3.91	4.19	4.04	4.09	5.00	81.8
	6	4.04	4.10	4.20	4.12	4.12	4.16	4.12	5.00	82.5
	1	0.84	0.95	0.97	0.96	0.91	0.93	0.927	1.00	92.7
	2	0.808	0.855	0.885	0.873	0.906	0.826	0.859	1.00	85.9
	3	0.763	0.806	0.843	0.871	1.03	0.851	0.861	1.00	86.1
	4	0.914	1.01	1.04	0.996	1.06	0.978	1.00	1.00	100
	5	0.793	0.729	0.636	0.865	0.795	0.846	0.777	1.00	77.7
	6	0.777	0.850	0.860	0.836	0.886	0.798	0.835	1.00	83.5

(续表 6) 附表 4-1—有机磷农药

化合物名称	实验 室号	测定值						平均值	加标量	加标 回收率%
		平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
治螟磷	1	4.70	4.74	4.86	4.72	4.72	4.74	4.75	5.00	94.9
	2	4.72	4.80	4.70	4.63	4.63	4.60	4.68	5.00	93.6
	3	4.50	4.90	4.86	4.49	5.01	4.87	4.77	5.00	95.4
	4	4.6	4.64	4.78	4.67	4.65	4.71	4.67	5.00	93.5
	5	4.18	4.38	4.01	4.13	3.95	4.00	4.11	5.00	82.2
	6	4.26	4.31	4.41	4.28	4.29	4.32	4.31	5.00	86.2
	1	0.91	1.01	1.02	1.01	0.95	0.91	0.968	1.00	96.8

	2	0.875	0.950	0.969	0.946	0.980	0.904	0.937	1.00	93.7
	3	0.815	0.856	0.894	0.935	1.08	0.908	0.915	1.00	91.5
	4	0.937	1.03	1.06	1.04	1.08	1.00	1.02	1.00	102
	5	0.846	0.775	0.682	0.901	0.828	0.865	0.816	1.00	81.6
	6	0.810	0.883	0.890	0.880	0.911	0.836	0.868	1.00	86.8
二嗪农	1	4.76	4.75	4.84	4.74	4.71	4.77	4.76	5.00	95.2
	2	4.80	4.86	4.77	4.70	4.68	4.63	4.74	5.00	94.8
	3	4.44	4.71	4.61	4.30	4.52	4.56	4.53	5.00	90.6
	4	4.64	4.64	4.76	4.7	4.7	4.75	4.7	5.00	93.9
	5	4.20	4.23	3.95	3.93	3.96	4.32	4.10	5.00	82.0
	6	4.26	4.23	4.32	4.24	4.28	4.27	4.27	5.00	85.3
	1	0.96	1.05	1.06	1.06	1.00	1.00	1.02	1.00	102
	2	0.907	0.981	1.00	0.983	1.01	0.943	0.971	1.00	97.1
	3	0.824	0.851	0.885	0.930	1.05	0.897	0.906	1.00	90.6
	4	0.962	1.05	1.07	1.05	1.08	1.01	1.04	1.00	104
	5	0.882	0.804	0.719	0.930	0.864	0.901	0.850	1.00	85.0
	6	0.845	0.921	0.932	0.916	0.943	0.874	0.905	1.00	90.5
乙拌磷	1	4.38	4.37	4.45	4.35	4.37	4.07	4.33	5.00	86.6
	2	4.32	4.52	4.42	4.33	4.12	4.07	4.30	5.00	85.9
	3	3.62	3.87	3.76	3.55	3.55	3.44	3.63	5.00	72.6
	4	4.2	4.2	4.42	4.39	4.31	4.24	4.29	5.00	85.9
	5	4.10	4.37	4.18	4.13	4.13	4.00	4.15	5.00	83.0
	6	4.01	3.98	4.08	4.02	4.02	3.87	3.99	5.00	79.9
	1	0.79	0.84	0.90	0.87	0.84	0.83	0.845	1.00	84.5
	2	0.774	0.762	0.807	0.777	0.834	0.763	0.786	1.00	78.6
	3	0.905	0.896	0.918	0.850	1.03	0.820	0.903	1.00	90.3
	4	0.867	0.918	0.964	0.875	0.986	0.904	0.919	1.00	91.9
	5	0.693	0.586	0.569	0.736	0.676	0.688	0.658	1.00	65.8
	6	0.748	0.805	0.828	0.758	0.855	0.769	0.794	1.00	79.4

(续表 7) 附表 4-1—有机磷农药

化合物名称	实验室号	测定值						平均值	加标量	加标回收率%
		平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
乐果	1	5.23	5.33	5.43	5.32	5.25	5.21	5.30	5.00	106
	2	5.22	5.43	5.36	5.32	5.28	5.27	5.31	5.00	106
	3	4.42	4.82	4.70	4.37	4.63	4.58	4.59	5.00	91.8
	4	4.96	5.12	5.27	5.24	5.23	5.21	5.17	5.00	103.4
	5	4.50	4.86	4.65	4.58	4.57	4.93	4.68	5.00	93.6
	6	4.61	4.76	4.81	4.18	4.73	4.69	4.63	5.00	92.5
	1	1.04	1.23	1.27	1.28	1.19	1.18	1.20	1.00	120
	2	1.10	1.28	1.31	1.28	1.38	1.24	1.27	1.00	127
	3	0.760	0.806	0.869	0.911	1.07	0.901	0.886	1.00	88.6
	4	1.21	1.39	1.42	1.37	1.46	1.35	1.37	1.00	137
	5	0.876	0.788	0.722	0.929	0.867	0.937	0.853	1.00	85.3
	6	0.973	1.14	1.14	1.11	1.19	1.08	1.11	1.00	111
皮蝇磷	1	4.63	4.63	4.74	4.33	4.58	4.58	4.58	5.00	91.6
	2	4.65	4.79	4.45	4.66	4.66	4.69	4.65	5.00	93.0
	3	4.42	4.71	4.65	4.06	4.60	4.58	4.50	5.00	90.0
	4	4.67	4.65	4.8	4.43	4.67	4.72	4.65	5.00	93.1
	5	3.92	4.30	4.03	4.01	3.97	4.35	4.10	5.00	82.0
	6	4.33	4.25	4.36	3.99	4.26	4.28	4.25	5.00	84.9
	1	0.92	1.00	1.01	1.00	0.94	0.93	0.967	1.00	96.7
	2	0.899	0.977	0.995	0.947	1.01	0.936	0.961	1.00	96.1
	3	0.865	0.877	0.905	0.919	1.05	0.894	0.918	1.00	91.8
	4	0.938	1.02	1.03	0.991	1.04	0.973	1.00	1.00	100
	5	0.860	0.784	0.699	0.909	0.847	0.883	0.830	1.00	83.0

	6	0.824	0.896	0.901	0.856	0.901	0.838	0.869	1.00	86.9
毒死蜱	1	4.58	4.89	4.74	4.86	4.93	4.76	4.79	5.00	95.9
	2	4.67	4.73	4.62	4.62	4.65	4.61	4.65	5.00	93.0
	3	4.45	4.71	4.61	4.22	4.53	4.55	4.51	5.00	90.2
	4	5.04	4.99	5.11	5	5.02	5.07	5.04	5.00	100.8
	5	4.12	4.38	4.09	4.18	3.97	4.33	4.18	5.00	83.6
	6	4.30	4.27	4.32	4.23	4.26	4.28	4.28	5.00	85.6
	1	0.95	0.95	1.02	1.03	0.99	0.94	0.980	1.00	98.0
	2	0.905	0.985	1.00	0.994	1.03	0.959	0.979	1.00	97.9
	3	0.855	0.873	0.897	0.936	1.05	0.900	0.919	1.00	91.9
	4	0.972	1.06	1.07	1.05	1.08	1.02	1.04	1.00	104
	5	0.935	0.852	0.766	0.988	0.920	0.962	0.904	1.00	90.4
	6	0.848	0.935	0.935	0.919	0.947	0.883	0.911	1.00	91.1

(续表 8) 附表 4-1—有机磷农药

化合物名称	实验 室号	测定值						平均 值	加标量	加标 回收 率%
		平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
甲基对硫 磷	1	4.78	4.67	4.83	4.71	4.72	4.69	4.73	5.00	94.7
	2	4.81	4.97	4.95	4.87	4.81	4.83	4.87	5.00	97.5
	3	4.43	4.74	4.68	4.32	4.62	4.57	4.56	5.00	91.2
	4	4.7	4.7	4.85	4.72	4.79	4.81	4.76	5.00	95.2
	5	4.04	4.39	4.04	4.22	4.11	4.34	4.19	5.00	83.8
	6	4.32	4.33	4.43	4.23	4.36	4.40	4.34	5.00	86.9
	1	1.01	1.13	1.16	1.16	1.10	1.08	1.11	1.00	111
	2	0.912	0.994	1.03	1.04	1.11	0.928	1.00	1.00	100
	3	0.797	0.822	0.865	0.923	1.08	0.896	0.897	1.00	89.7
	4	0.973	1.07	1.09	1.06	1.10	1.03	1.05	1.00	105
	5	0.860	0.775	0.697	0.902	0.838	0.884	0.826	1.00	82.6
	6	0.849	0.933	0.937	0.926	0.963	0.894	0.917	1.00	91.7
毒壤磷	1	4.79	4.80	4.70	4.60	4.67	4.74	4.72	5.00	94.3
	2	4.78	4.86	4.55	4.68	4.68	4.63	4.70	5.00	93.9
	3	4.84	5.15	5.07	4.57	4.95	4.96	4.92	5.00	98.4
	4	4.71	4.66	4.82	4.57	4.69	4.72	4.69	5.00	93.9
	5	4.25	4.43	3.99	4.16	3.93	4.32	4.18	5.00	83.6
	6	4.37	4.32	4.41	4.14	4.30	4.36	4.32	5.00	86.3
	1	0.89	0.96	0.97	0.96	0.89	0.91	0.930	1.00	93.0
	2	0.904	0.970	0.973	0.941	0.993	0.923	0.951	1.00	95.1
	3	0.797	0.822	0.865	0.923	1.08	0.896	0.897	1.00	89.7
	4	0.920	0.991	1.00	0.976	1.01	0.946	0.974	1.00	97.4
	5	0.914	0.835	0.752	0.959	0.899	0.922	0.880	1.00	88.0
	6	0.823	0.903	0.898	0.879	0.906	0.849	0.876	1.00	87.6
安硫磷	1	4.19	3.55	3.73	3.79	3.73	3.49	3.75	5.00	74.9
	2	4.23	3.85	3.93	3.87	3.67	3.66	3.87	5.00	77.3
	3	4.40	4.72	4.67	4.33	4.63	4.60	4.56	5.00	91.2
	4	4.15	3.67	3.97	4.69	3.96	3.78	4.04	5.00	80.7
	5	3.55	3.61	3.30	3.24	3.24	3.34	3.38	5.00	67.6
	6	3.67	3.12	3.30	3.33	3.31	3.14	3.31	5.00	66.2
	1	0.84	0.37	0.49	0.50	0.62	0.54	0.560	1.00	56.0
	2	0.872	0.367	0.535	0.745	0.550	0.672	0.624	1.00	62.4
	3	0.861	0.880	0.932	0.986	1.13	0.974	0.961	1.00	96.1
	4	0.996	0.421	0.598	0.824	0.606	0.755	0.700	1.00	70.0
	5	0.921	0.839	0.743	0.985	0.918	0.966	0.895	1.00	89.5
	6	0.721	0.287	0.411	0.582	0.420	0.526	0.491	1.00	49.1

(续表 9) 附表 4-1—有机磷农药

化合物名称	实验 室号	测定值						平均 值	加标量	加标 回收率%
		平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
倍硫磷	1	4.72	4.68	0.00	4.61	4.69	4.55	3.88	5.00	77.5
	2	4.81	4.79	4.63	4.64	4.56	4.49	4.65	5.00	93.1
	3	4.86	5.15	5.08	4.65	5.00	4.94	4.95	5.00	99.0
	4	4.61	4.55	4.68	4.55	4.63	4.58	4.6	5.00	92
	5	3.98	4.29	4.04	3.93	3.93	4.12	4.05	5.00	81.0
	6	4.31	4.22	4.29	4.16	4.21	4.22	4.23	5.00	84.7
	1	0.90	0.96	0.97	0.99	0.97	0.91	0.950	1.00	95.0
	2	0.904	0.959	0.982	0.961	0.992	0.936	0.956	1.00	95.6
	3	0.869	0.880	0.903	0.929	1.05	0.905	0.923	1.00	92.3
	4	0.960	1.03	1.05	1.03	1.06	1.01	1.02	1.00	102
	5	0.851	0.765	0.703	0.894	0.834	0.854	0.817	1.00	81.7
	6	0.847	0.905	0.913	0.889	0.923	0.863	0.890	1.00	89.0
马拉硫磷	1	4.77	4.71	4.83	4.76	4.74	4.62	4.74	5.00	94.8
	2	4.74	4.88	4.79	4.79	4.76	4.71	4.78	5.00	95.6
	3	4.31	4.72	4.70	4.40	4.86	4.69	4.61	5.00	92.2
	4	4.68	4.65	4.8	4.75	4.74	4.75	4.73	5.00	94.6
	5	4.25	4.38	4.02	4.18	4.01	4.34	4.20	5.00	84.0
	6	4.35	4.27	4.33	4.28	4.28	4.33	4.31	5.00	86.1
	1	0.94	1.03	1.07	1.07	1.03	0.85	0.998	1.00	99.8
	2	0.931	1.02	1.07	1.07	1.10	1.029	1.04	1.00	104
	3	0.905	0.940	1.00	1.09	1.27	1.09	1.05	1.00	105
	4	1.13	1.23	1.26	1.25	1.28	1.22	1.23	1.00	123
	5	0.905	0.824	0.738	0.951	0.887	0.905	0.868	1.00	86.8
	6	0.864	0.938	0.959	0.955	0.976	0.913	0.934	1.00	93.4
粉锈宁	1	4.85	4.85	4.98	4.83	4.84	4.81	4.86	5.00	97.2
	2	4.89	4.90	4.76	4.68	4.65	4.59	4.74	5.00	94.9
	3	4.80	5.15	5.07	4.69	5.02	5.00	4.96	5.00	99.2
	4	4.71	4.7	4.84	4.74	4.72	4.74	4.74	5.00	94.8
	5	4.17	4.27	4.12	3.98	4.01	4.39	4.16	5.00	83.2
	6	4.41	4.41	4.49	4.40	4.39	4.42	4.42	5.00	88.4
	1	0.95	1.00	1.01	1.02	0.98	0.96	0.987	1.00	98.7
	2	0.948	1.00	1.01	0.988	1.02	0.958	0.987	1.00	98.7
	3	0.825	0.833	0.868	0.914	1.04	0.889	0.895	1.00	89.5
	4	0.996	1.07	1.10	1.09	1.11	1.04	1.07	1.00	107
	5	0.891	0.804	0.735	0.927	0.863	0.896	0.853	1.00	85.3
	6	0.875	0.951	0.968	0.954	0.977	0.917	0.940	1.00	94.0

(续表 10) 附表 4-1—有机磷农药

化合物名称	实验 室号	测定值						平均 值	加标量	加标 回收率%
		平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
对硫磷	1	4.63	4.62	4.70	4.62	4.64	4.59	4.63	5.00	92.7
	2	4.63	4.62	4.52	4.46	4.40	4.36	4.50	5.00	89.9
	3	4.78	5.13	5.01	4.68	5.09	5.02	4.95	5.00	99.0
	4	4.51	4.49	4.63	4.57	4.56	4.56	4.55	5.00	91.1
	5	4.16	4.43	4.31	4.16	4.22	4.61	4.32	5.00	86.4
	6	4.38	4.32	4.45	4.38	4.40	4.40	4.39	5.00	87.8
	1	0.96	1.04	1.05	1.06	1.02	0.98	1.02	1.00	102
	2	0.898	0.973	0.986	0.975	1.02	0.946	0.966	1.00	96.6
	3	0.833	0.845	0.884	0.933	1.08	0.901	0.913	1.00	91.3

	4	1.04	1.14	1.17	1.15	1.20	1.13	1.14	1.00	114
	5	0.886	0.773	0.694	0.922	0.842	0.927	0.841	1.00	84.1
	6	0.910	0.995	1.026	1.013	1.066	0.973	0.997	1.00	99.7
育畜磷	1	4.99	4.93	5.12	4.98	4.99	4.99	5.00	5.00	100
	2	4.73	4.96	4.78	4.77	4.83	4.81	4.81	5.00	96.3
	3	3.37	3.70	3.77	3.46	3.89	3.78	3.66	5.00	73.2
	4	4.79	4.76	4.97	4.87	4.85	4.92	4.86	5.00	97.2
	5	4.08	4.32	4.21	4.07	4.12	4.52	4.22	5.00	84.4
	6	4.44	4.47	4.81	4.49	4.53	4.59	4.55	5.00	91.1
	1	1.07	1.16	1.19	1.20	1.15	1.15	1.15	1.00	115
	2	0.978	1.07	1.15	1.15	1.22	1.13	1.12	1.00	112
	3	0.627	0.653	0.765	0.862	1.09	0.939	0.823	1.00	82.3
	4	1.26	1.39	1.46	1.46	1.53	1.45	1.43	1.00	143
	5	0.891	0.776	0.700	0.923	0.845	0.928	0.844	1.00	84.4
	6	0.958	1.04	1.11	1.12	1.18	1.11	1.09	1.00	109
甲拌磷砒	1	4.69	4.72	4.65	4.61	4.72	4.71	4.68	5.00	93.7
	2	4.93	5.02	4.95	4.88	4.88	4.83	4.91	5.00	98.3
	3	3.47	3.63	3.57	3.34	3.41	3.37	3.46	5.00	69.2
	4	4.69	4.71	4.87	4.82	4.8	4.82	4.79	5.00	95.7
	5	4.29	4.57	4.20	4.07	4.11	4.47	4.29	5.00	85.8
	6	4.36	4.40	4.50	4.35	4.37	4.40	4.40	5.00	88.0
	1	0.95	0.96	0.97	1.03	0.98	0.91	0.967	1.00	96.7
	2	0.950	1.04	1.09	1.06	1.10	1.03	1.05	1.00	105
	3	0.808	0.824	0.874	0.848	1.05	0.868	0.879	1.00	87.9
	4	1.06	1.15	1.18	1.16	1.19	1.13	1.15	1.00	115
	5	0.873	0.791	0.724	0.918	0.857	0.889	0.842	1.00	84.2
	6	0.856	0.926	0.942	0.929	0.955	0.899	0.918	1.00	91.8

(续表 11) 附表 4-1—有机磷农药

化合物名称	实验 室号	测定值						平均 值	加标量	加标 回收 率%
		平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
灭蚜磷	1	5.00	4.99	5.12	5.01	4.98	4.91	5.00	5.00	100
	2	4.91	5.03	4.92	4.82	4.81	4.75	4.87	5.00	97.4
	3	4.77	5.10	5.11	4.78	5.08	5.03	4.98	5.00	99.6
	4	4.77	4.73	4.91	4.85	4.81	4.79	4.81	5.00	96.2
	5	4.20	4.45	4.24	4.31	4.13	4.48	4.30	5.00	86.0
	6	4.31	4.42	4.58	4.48	4.44	4.46	4.45	5.00	89.0
	1	0.94	1.00	1.04	1.02	1.00	0.78	0.963	1.00	96.3
	2	0.951	1.03	1.07	1.06	1.07	1.03	1.04	1.00	104
	3	1.03	1.04	1.10	1.17	1.33	1.16	1.14	1.00	114
	4	1.07	1.17	1.20	1.18	1.20	1.15	1.16	1.00	116
	5	0.880	0.800	0.731	0.925	0.866	0.902	0.851	1.00	85.1
	6	0.868	0.929	0.953	0.960	0.972	0.907	0.932	1.00	93.2
丙硫磷	1	4.63	4.63	4.74	4.57	4.67	4.66	4.65	5.00	93.0
	2	4.80	4.76	4.59	4.65	4.59	4.54	4.65	5.00	93.1
	3	4.47	4.78	4.68	4.30	4.69	4.66	4.60	5.00	92.0
	4	4.66	4.59	4.7	4.58	4.61	4.67	4.64	5.00	92.7
	5	4.27	4.49	3.95	4.20	4.23	4.30	4.24	5.00	84.8
	6	4.30	4.19	4.27	4.14	4.22	4.29	4.24	5.00	84.7
	1	0.96	1.00	1.03	1.02	0.97	0.96	0.990	1.00	99.0
	2	0.922	0.985	0.997	0.977	1.019	0.947	0.975	1.00	97.5
	3	0.840	0.854	0.888	0.924	1.06	0.900	0.911	1.00	91.1
	4	0.947	1.02	1.03	1.01	1.04	0.977	1.00	1.00	100
	5	0.892	0.809	0.735	0.928	0.869	0.891	0.854	1.00	85.4
	6	0.848	0.919	0.923	0.902	0.937	0.870	0.900	1.00	90.0
脱叶亚磷	1	4.58	4.63	4.77	4.64	4.70	4.49	4.64	5.00	92.7

	2	4.83	4.94	4.80	4.77	4.58	4.54	4.75	5.00	94.9
	3	4.48	4.87	4.85	4.49	4.88	4.65	4.70	5.00	94.0
	4	5.5	5.53	5.73	5.59	5.61	5.47	5.57	5.00	111.5
	5	4.36	4.55	4.12	4.29	4.19	4.26	4.30	5.00	86.0
	6	4.26	4.33	4.43	4.31	4.36	4.24	4.32	5.00	86.4
	1	0.87	0.97	0.98	0.98	0.90	0.92	0.937	1.00	93.7
	2	0.812	0.910	0.939	0.872	0.967	0.852	0.892	1.00	89.2
	3	0.775	0.815	0.872	0.856	1.06	0.859	0.873	1.00	87.3
	4	1.06	1.20	1.24	1.15	1.27	1.13	1.18	1.00	118
	5	0.792	0.645	0.651	0.809	0.751	0.756	0.734	1.00	73.4
	6	0.794	0.899	0.922	0.853	0.946	0.843	0.876	1.00	87.6

(续表 12) 附表 4-1—有机磷农药

化合物名称	实验 室号	测定值						平均 值	加标量	加标 回收率%
		平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
乐本松	1	4.61	4.64	4.79	4.67	4.71	4.52	4.66	5.00	93.1
	2	4.57	4.79	4.69	4.70	4.74	4.71	4.70	5.00	94.0
	3	3.27	3.64	3.68	3.36	3.74	3.62	3.55	5.00	71.0
	4	4.72	4.72	4.82	4.74	4.7	4.69	4.73	5.00	94.6
	5	4.29	4.51	4.10	4.27	4.06	4.36	4.27	5.00	85.4
	6	4.31	4.32	4.43	4.27	4.30	4.32	4.33	5.00	86.5
	1	0.95	1.01	1.03	1.01	0.97	0.98	0.992	1.00	99.2
	2	0.966	1.04	1.11	1.13	1.21	1.11	1.09	1.00	109
	3	0.726	0.740	0.820	0.900	1.09	0.920	0.866	1.00	86.6
	4	1.11	1.18	1.22	1.20	1.24	1.18	1.19	1.00	119
	5	0.881	0.792	0.723	0.930	0.864	0.915	0.851	1.00	85.1
	6	0.862	0.941	0.960	0.952	0.983	0.912	0.935	1.00	93.5
地胺磷	1	4.03	3.60	3.97	3.97	3.93	4.09	3.93	5.00	78.6
	2	3.85	3.80	3.77	3.81	3.91	3.86	3.83	5.00	76.6
	3	4.48	4.35	4.80	4.56	5.47	5.32	4.83	5.00	96.6
	4	3.83	3.42	3.77	3.84	3.84	3.96	3.78	5.00	75.5
	5	3.45	3.64	3.38	3.45	3.43	3.81	3.53	5.00	70.6
	6	3.49	3.11	3.47	3.46	3.57	3.70	3.47	5.00	69.3
	1	0.93	0.79	0.88	0.95	0.92	0.84	0.885	1.00	88.5
	2	0.889	0.718	0.820	0.900	0.955	0.900	0.864	1.00	86.4
	3	0.736	0.542	0.721	0.949	1.26	1.11	0.886	1.00	88.6
	4	1.06	0.858	0.968	1.07	1.13	1.08	1.03	1.00	103
	5	0.898	0.788	0.707	0.936	0.861	0.979	0.862	1.00	86.2
	6	0.872	0.684	0.787	0.883	0.943	0.892	0.844	1.00	84.4
三硫磷	1	4.68	4.79	5.08	4.74	4.74	4.85	4.81	5.00	96.3
	2	4.95	5.02	4.85	4.79	4.73	4.69	4.84	5.00	96.8
	3	4.42	4.77	4.82	4.42	4.83	4.72	4.66	5.00	93.2
	4	4.78	4.74	4.93	4.84	4.82	4.79	4.81	5.00	96.3
	5	4.15	4.62	4.29	4.13	4.19	4.51	4.32	5.00	86.4
	6	4.35	4.40	4.51	4.34	4.41	4.41	4.40	5.00	88.1
	1	0.82	0.93	0.81	0.93	0.95	0.89	0.888	1.00	88.8
	2	0.948	1.01	1.04	1.02	1.05	0.986	1.01	1.00	101
	3	0.798	0.815	0.851	0.903	1.05	0.895	0.885	1.00	88.5
	4	1.05	1.15	1.17	1.15	1.20	1.12	1.14	1.00	114
	5	0.900	0.844	0.758	0.960	0.906	0.952	0.887	1.00	88.7
	6	0.886	0.980	0.979	0.987	1.01	0.937	0.963	1.00	96.3

(续表 13) 附表 4-1—有机磷农药

化合物名称	实验室号	测定值						平均值	加标量	加标回收率%
		平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
增效醚	1	5.03	5.09	5.22	5.07	5.08	4.94	5.07	5.00	101
	2	4.88	4.92	4.82	4.73	4.64	4.57	4.76	5.00	95.1
	3	4.69	4.35	4.48	4.28	4.25	4.27	4.39	5.00	87.8
	4	4.73	4.75	4.89	4.86	4.79	4.75	4.79	5.00	95.9
	5	4.25	4.65	4.22	4.08	4.15	4.42	4.30	5.00	86.0
	6	4.44	4.52	4.60	4.45	4.47	4.49	4.49	5.00	89.9
	1	1.03	1.12	1.15	1.14	1.11	0.98	1.09	1.00	109
	2	0.923	0.962	0.997	0.991	1.013	0.976	0.977	1.00	97.7
	3	0.933	0.799	0.709	1.12	0.914	1.08	0.926	1.00	92.6
	4	1.08	1.18	1.22	1.20	1.25	1.20	1.19	1.00	119
	5	0.888	0.803	0.726	0.934	0.883	0.969	0.867	1.00	86.7
	6	0.912	0.998	1.01	0.998	1.03	0.976	0.987	1.00	98.7
锐劲特	1	4.68	4.71	4.88	4.75	4.76	4.77	4.76	5.00	95.2
	2	4.74	5.01	4.86	4.82	4.99	4.89	4.88	5.00	97.7
	3	4.50	5.11	5.20	4.86	5.58	5.30	5.09	5.00	102
	4	4.79	4.76	4.91	4.85	4.78	4.84	4.82	5.00	96.4
	5	4.25	4.51	4.15	4.04	4.12	4.50	4.26	5.00	85.2
	6	4.32	4.38	4.57	4.43	4.42	4.47	4.43	5.00	88.6
	1	0.98	1.06	1.08	1.07	1.02	0.71	0.987	1.00	98.7
	2	0.986	1.07	1.11	1.08	1.12	1.06	1.07	1.00	107
	3	0.819	0.860	0.936	1.02	1.22	1.03	0.981	1.00	98.1
	4	1.27	1.38	1.43	1.42	1.45	1.38	1.39	1.00	139
	5	0.927	0.844	0.754	0.978	0.908	0.988	0.900	1.00	90.0
	6	0.936	1.01	1.04	1.04	1.07	1.01	1.02	1.00	102
丰索磷	1	2.46	2.26	2.24	2.10	2.09	2.02	2.20	5.00	43.9
	2	4.85	4.92	4.81	4.80	4.83	4.79	4.83	5.00	96.7
	3	4.82	4.79	4.65	4.28	4.12	4.32	4.50	5.00	90.0
	4	4.81	4.79	4.97	4.93	4.92	5.01	4.91	5.00	98.1
	5	4.32	4.74	4.47	4.33	4.44	4.85	4.53	5.00	90.6
	6	4.51	4.62	4.74	4.65	4.75	4.86	4.69	5.00	93.8
	1	0.69	0.61	0.57	0.54	0.50	0.43	0.557	1.00	55.7
	2	1.00	1.06	1.12	1.12	1.16	1.10	1.09	1.00	109
	3	0.977	0.981	1.07	1.12	1.28	1.13	1.09	1.00	109
	4	1.32	1.44	1.54	1.55	1.63	1.55	1.51	1.00	151
	5	0.919	0.814	0.710	0.966	0.871	1.030	0.885	1.00	88.5
	6	1.09	1.19	1.25	1.28	1.35	1.28	1.24	1.00	124

(续表 14) 附表 4-1—有机磷农药

化合物名称	实验室号	测定值						平均值	加标量	加标回收率%
		平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
倍硫磷砒	1	4.96	5.06	5.21	5.08	5.08	4.94	5.06	5.00	101
	2	5.01	5.14	4.96	4.92	4.96	4.91	4.98	5.00	99.7
	3	4.40	4.80	4.78	4.43	4.80	4.74	4.66	5.00	93.2
	4	4.85	4.9	5.03	4.96	4.92	4.94	4.93	5.00	98.7
	5	4.47	4.98	4.71	4.57	4.64	5.05	4.74	5.00	94.8
	6	4.29	4.35	4.44	4.30	4.30	4.43	4.35	5.00	87.0
	1	0.95	1.00	1.01	1.00	0.95	0.82	0.955	1.00	95.5
	2	1.00	1.08	1.12	1.11	1.15	1.07	1.09	1.00	109
	3	0.91	0.941	1.01	1.07	1.25	1.08	1.04	1.00	104
	4	1.08	1.17	1.20	1.18	1.21	1.14	1.16	1.00	116

	5	0.905	0.820	0.755	0.973	0.920	1.010	0.897	1.00	89.7
	6	0.864	0.957	0.959	0.941	0.972	0.908	0.934	1.00	93.4
硫丹硫酸酯	1	4.55	4.56	4.64	4.53	4.59	4.56	4.57	5.00	91.4
	2	4.75	4.79	4.59	4.67	4.67	4.58	4.68	5.00	93.5
	3	4.46	4.69	4.61	4.21	4.43	4.51	4.48	5.00	89.6
	4	4.64	4.61	4.67	4.54	4.57	4.6	4.6	5.00	92.1
	5	4.04	4.47	4.12	4.28	4.11	4.46	4.25	5.00	85.0
	6	4.24	4.19	4.27	4.14	4.17	4.22	4.21	5.00	84.1
	1	0.93	0.99	0.98	0.98	0.92	0.92	0.953	1.00	95.3
	2	0.990	1.05	1.08	1.04	1.10	1.01	1.05	1.00	105
	3	0.895	0.894	0.909	0.941	1.06	0.897	0.933	1.00	93.3
	4	0.972	1.04	1.06	1.03	1.07	1.00	1.03	1.00	103
	5	0.888	0.812	0.750	0.939	0.889	0.904	0.864	1.00	86.4
	6	0.847	0.924	0.922	0.903	0.931	0.868	0.899	1.00	89.9
溴螨酯	1	4.79	4.83	4.92	4.83	4.85	4.89	4.85	5.00	97.0
	2	5.04	5.02	4.97	4.92	4.96	4.89	4.97	5.00	99.4
	3	3.90	4.17	4.15	3.86	4.20	4.13	4.07	5.00	81.4
	4	4.78	4.72	4.82	4.8	4.77	4.83	4.79	5.00	95.7
	5	4.05	4.35	4.19	4.07	4.19	4.53	4.23	5.00	84.6
	6	4.33	4.35	4.45	4.28	4.35	4.41	4.36	5.00	87.2
	1	0.98	1.03	1.05	1.04	0.99	0.98	1.01	1.00	101
	2	1.02	1.10	1.13	1.10	1.14	1.07	1.09	1.00	109
	3	0.830	0.834	0.882	0.926	1.06	0.910	0.907	1.00	90.7
	4	1.09	1.18	1.20	1.19	1.22	1.15	1.17	1.00	117
	5	0.939	0.839	0.763	0.975	0.912	0.966	0.899	1.00	89.9
	6	0.899	0.991	0.997	0.987	1.02	0.958	0.975	1.00	97.5

(续表 15) 附表 4-1—有机磷农药

化合物名称	实验 室号	测定值						平均 值	加标量	加标 回收 率%
		平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
溴苯磷	1	4.66	4.74	4.85	4.21	4.72	4.69	4.65	5.00	92.9
	2	4.79	4.86	4.21	4.75	4.69	4.68	4.66	5.00	93.3
	3	5.02	5.42	5.40	4.44	5.34	5.28	5.15	5.00	103
	4	4.76	4.73	4.85	4.29	4.71	4.73	4.68	5.00	93.5
	5	4.40	4.68	4.42	4.21	4.36	4.72	4.47	5.00	89.4
	6	4.36	4.38	4.40	3.83	4.28	4.42	4.28	5.00	85.6
	1	0.95	1.00	1.01	0.98	0.95	0.94	0.972	1.00	97.2
	2	0.923	0.987	1.018	0.961	1.016	0.968	0.979	1.00	97.9
	3	0.820	0.836	0.879	0.894	1.05	0.906	0.898	1.00	89.8
	4	0.978	1.05	1.07	1.02	1.07	1.02	1.03	1.00	103
	5	0.906	0.816	0.745	0.954	0.892	0.943	0.876	1.00	87.6
	6	0.866	0.959	0.961	0.904	0.961	0.904	0.926	1.00	92.6
苯硫磷	1	4.53	4.68	4.96	4.64	4.82	4.89	4.75	5.00	95.1
	2	4.84	4.88	4.80	4.68	4.62	4.62	4.74	5.00	94.8
	3	5.02	5.39	5.41	4.97	5.34	5.28	5.24	5.00	105
	4	4.75	4.79	4.92	4.83	4.81	4.76	4.81	5.00	96.2
	5	4.41	4.68	4.44	4.24	4.35	4.66	4.46	5.00	89.2
	6	4.38	4.52	4.62	4.44	4.53	4.58	4.51	5.00	90.2
	1	0.82	0.95	0.93	0.79	0.95	0.89	0.888	1.00	88.8
	2	0.885	0.938	0.969	0.970	1.034	0.945	0.957	1.00	95.7
	3	0.797	0.817	0.869	0.933	1.11	0.916	0.907	1.00	90.7
	4	1.12	1.22	1.27	1.25	1.31	1.23	1.23	1.00	123
	5	0.882	0.778	0.694	0.921	0.845	0.941	0.844	1.00	84.4
	6	0.973	1.02	1.07	1.07	1.12	1.02	1.05	1.00	105
苯线磷亚砷	1	1.01	0.41	0.60	0.64	0.44	0.90	0.67	5.00	13.3
	2	0.66	0.41	0.42	0.30	0.59	0.59	0.49	5.00	9.9

	3	5.14	5.67	5.68	5.26	5.85	5.62	5.54	5.00	111
	4	4.85	4.37	4.53	4.57	4.4	4.76	4.58	5.00	91.6
	5	0.86	0.42	0.51	0.51	0.36	0.77	0.57	5.00	11.4
	6	0.551	0.225	0.354	0.377	0.267	0.552	0.39	5.00	7.8
	1	0.78	0.88	0.74	0.72	0.75	0.84	0.785	1.00	78.5
	2	0.137	0.059	0.103	0.199	0.198	0.186	0.147	1.00	14.7
	3	0.665	0.771	0.922	1.07	1.32	1.20	0.991	1.00	99.1
	4	0.582	0.234	0.431	0.773	0.789	0.761	0.595	1.00	59.5
	5	1.030	0.841	0.817	1.030	0.941	1.160	0.970	1.00	97.0
	6	0.130	0.0539	0.0861	0.162	0.162	0.162	0.126	1.00	12.6

(续表 16) 附表 4-1—有机磷农药

化合物名称	实验 室号	测定值						平均 值	加标量	加标 回收率%
		平行样-1	平行样-2	平行样-3	平行样-4	平行样-5	平行样-6			
苯线磷砒	1	4.64	4.32	4.78	4.54	4.50	4.77	4.59	5.00	91.8
	2	4.22	4.32	4.13	4.15	4.41	4.37	4.27	5.00	85.3
	3	3.50	3.70	4.04	3.70	4.56	4.44	3.99	5.00	79.8
	4	4.7	4.57	4.83	4.77	4.7	4.82	4.73	5.00	94.7
	5	4.31	4.54	4.26	4.24	4.16	4.48	4.33	5.00	86.6
	6	4.07	3.91	4.24	4.07	4.12	4.44	4.14	5.00	82.8
	1	1.01	0.97	1.05	1.06	1.05	0.55	0.948	1.00	94.8
	2	0.887	0.861	1.002	1.044	1.110	1.056	0.993	1.00	99.3
	3	0.600	0.569	0.660	0.832	1.14	1.00	0.800	1.00	80.0
	4	1.33	1.29	1.44	1.48	1.56	1.51	1.44	1.00	144
	5	0.974	0.848	0.769	1.010	0.935	1.070	0.934	1.00	93.4
	6	0.890	0.843	0.950	0.989	1.06	1.02	0.959	1.00	95.9
吡啶硫磷	1	4.98	5.08	5.26	5.14	5.18	4.98	5.10	5.00	102
	2	4.76	5.08	4.86	4.87	4.99	4.94	4.92	5.00	98.4
	3	4.64	5.35	5.48	5.06	6.06	5.66	5.38	5.00	108
	4	4.79	4.85	4.92	4.86	4.83	4.85	4.85	5.00	97
	5	4.75	5.08	4.80	4.80	4.72	5.11	4.88	5.00	97.6
	6	4.42	4.53	4.64	4.44	4.49	4.64	4.53	5.00	90.5
	1	1.13	1.20	1.25	1.23	1.21	1.15	1.20	1.00	120
	2	1.04	1.13	1.25	1.27	1.34	1.24	1.21	1.00	121
	3	0.591	0.640	0.787	0.923	1.21	1.04	0.865	1.00	86.5
	4	1.33	1.43	1.50	1.52	1.56	1.49	1.47	1.00	147
	5	0.967	0.862	0.781	1.010	0.958	1.090	0.945	1.00	94.5
	6	0.926	0.991	1.03	1.04	1.08	1.01	1.01	1.00	101
蝇毒磷	1	4.91	4.94	5.01	4.96	4.99	4.98	4.97	5.00	99.3
	2	4.88	5.03	4.87	4.90	4.97	4.92	4.93	5.00	98.6
	3	5.71	6.10	6.07	5.65	6.14	6.05	5.95	5.00	119
	4	4.81	4.79	4.86	4.83	4.8	4.84	4.82	5.00	96.4
	5	4.92	5.35	5.16	4.97	5.11	5.25	5.13	5.00	103
	6	4.44	4.51	4.57	4.49	4.51	4.66	4.53	5.00	90.6
	1	1.07	1.13	1.14	1.17	1.12	0.89	1.09	1.00	109
	2	1.04	1.13	1.19	1.19	1.23	1.15	1.16	1.00	116
	3	0.864	0.924	1.03	1.14	1.39	1.19	1.09	1.00	109
	4	1.17	1.27	1.32	1.32	1.36	1.29	1.29	1.00	129
	5	1.010	0.899	0.818	1.090	1.010	1.100	0.988	1.00	98.8
	6	0.941	1.04	1.06	1.04	1.09	1.00	1.03	1.00	103

附表 4-2 土壤加标测定的准确度测试数据汇总

化合物名称	加标量 (mg/kg)	P_i						$\bar{P}$ (%)	$S_{\bar{P}}$	$\bar{P} \pm 2 S_{\bar{P}}$
		实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
反式丙烯菊酯	5.00	98.1	92.9	101	104	96.0	97.8	85.0	3.9	85±7.6
	1.00	104	103	119	117	99.0	119	94.6	9.1	94.6±18.2
联苯菊酯	5.00	86.5	94.5	100	99.3	93.4	90.7	81.3	5.1	81.3±10.2
	1.00	90.8	97.2	102	100	90.2	105	83.7	6.0	83.7±12.0
胺菊酯	5.00	90.6	103	137	99.3	93.6	90.5	88.4	17.7	88.4±35.4
	1.00	104	121	156	112	88.4	110	98.9	22.7	98.9±45.4
甲氰菊酯	5.00	90.4	95.2	100	95.9	93.0	90.0	81.4	3.8	81.4±7.6
	1.00	87.3	97.7	114	94.9	88.8	96.2	82.8	9.5	82.8±19.0
除虫菊酯	5.00	110	104	100	104	99.4	102	89.2	3.8	89.2±7.6
	1.00	153	139	133	157	105	156	120.6	19.9	120.6±39.8
氯菊酯	5.00	91.1	92.4	104	97.9	86.0	91.2	81.1	6.3	81.1±12.6
	1.00	92.8	95.5	131	96.3	90.6	98.3	86.5	15.1	86.5±30.2
顺式氯氟氰菊酯	5.00	89.3	91.6	99.0	98.8	88.6	96.5	81.3	4.7	81.3±9.4
	1.00	92.3	105	106	101	89.1	109	86.2	8.0	86.2±16.0
氯氰菊酯	5.00	93.5	96.5	105	90.4	96.8	93.4	82.9	5.0	82.9±10.0
	1.00	114	121	132	129	90.1	111	99.7	15.2	99.7±30.4
氰戊菊酯	5.00	90.5	95.3	102	83.3	92.8	88.6	79.6	6.3	79.6±12.6
	1.00	102	104	115	103	96.1	111	90.3	6.8	90.3±13.6
溴氰菊酯	5.00	91.2	97.4	107	92.7	93.4	92.1	82.7	6.0	82.7±12.0
	1.00	105	122	100	110	97.7	135	95.8	14.3	95.8±28.6
敌敌畏	5.00	72.0	78.2	77.0	73.9	63.6	66.6	62.3	5.8	62.3±11.6
	1.00	73.3	74.1	85.5	78.3	67.7	65.8	63.7	7.2	63.7±14.4
速灭磷	5.00	89.2	92.2	93.8	91.3	80.6	84.1	76.6	5.1	76.6±10.2
	1.00	95.7	98.0	86.0	109	80.7	88.2	79.8	10.1	79.8±20.2
内吸磷	5.00	82.3	77.4	93.8	80.7	88.4	76.1	72.0	6.8	72±13.6
	1.00	81.3	70.8	76.5	107	68.3	73.8	68.4	14.2	68.4±28.4
虫线磷	5.00	96.3	95.3	94.4	94.7	81.4	87.1	79.2	6.0	79.2±12.0
	1.00	91.2	94.9	87.5	101	80.6	89.0	77.9	6.9	77.9±13.8
灭克磷	5.00	96.0	94.2	94.4	94.7	82.2	82.2	78.4	6.5	78.4±13.0
	1.00	98.7	94.5	88.2	103	80.6	88.7	79.2	8.1	79.2±16.2
甲拌磷	5.00	90.1	88.6	94.4	88.5	81.8	82.5	75.8	4.8	75.8±9.6
	1.00	92.7	85.9	86.1	100	77.7	83.5	75.3	7.7	75.3±15.4
治螟磷	5.00	94.9	93.6	95.4	93.5	82.2	86.2	78.7	5.4	78.7±10.8
	1.00	96.8	93.7	91.5	102	81.6	86.8	79.1	7.2	79.1±14.4
二嗪农	5.00	95.2	94.8	90.6	93.9	82.0	85.3	78.1	5.5	78.1±11.0
	1.00	102	97.1	90.6	104	85.0	90.5	81.5	7.4	81.5±14.8
乙拌磷	5.00	86.6	85.9	72.6	85.9	83.0	79.9	71.3	5.4	71.3±10.8
	1.00	84.5	78.6	90.3	91.9	65.8	79.4	70.2	9.5	70.2±19.0
乐果	5.00	106	106	91.8	103.4	93.6	92.5	85.5	6.9	85.5±13.8
	1.00	120	127	88.6	137	85.3	111	95.7	20.9	95.7±41.8
皮蝇磷	5.00	91.6	93.0	90.0	93.1	82.0	84.9	77.1	4.6	77.1±9.2
	1.00	96.7	96.1	91.8	100	83.0	86.9	79.4	6.5	79.4±13.0
毒死蜱	5.00	95.9	93.0	90.2	100.8	83.6	85.6	79.2	6.4	79.2±12.8

	1.00	98.0	97.9	91.9	104	90.4	91.1	82.0	5.3	82.0±10.6
甲基对硫磷	5.00	94.7	97.5	91.2	95.2	83.8	86.9	79.2	5.3	79.2±10.6
	1.00	111	100	89.7	105	82.6	91.7	83.0	10.6	83.0±21.2
毒壤磷	5.00	94.3	93.9	98.4	93.9	83.6	86.3	79.3	5.6	79.3±11.2
	1.00	93.0	95.1	89.7	97.4	88.0	87.6	78.8	4.0	78.8±8.0
安硫磷	5.00	74.9	77.3	91.2	80.7	67.6	66.2	66.1	9.2	66.1±18.4
	1.00	56.0	62.4	96.1	70.0	89.5	49.1	60.6	18.7	60.6±37.4
倍硫磷	5.00	77.5	93.1	99.0	92	81.0	84.7	76.0	8.2	76.0±16.4
	1.00	95.0	95.6	92.3	102	81.7	89.0	79.5	6.9	79.5±13.6
马拉硫磷	5.00	94.8	95.6	92.2	94.6	84.0	86.1	78.9	5.0	78.9±10.0
	1.00	99.8	104	105	123	86.8	93.4	87.6	12.4	87.6±24.8
粉锈宁	5.00	97.2	94.9	99.2	94.8	83.2	88.4	80.4	6.0	80.4±12.0
	1.00	98.7	98.7	89.5	107	85.3	94.0	82.0	7.7	82.0±15.4
对硫磷	5.00	92.7	89.9	99.0	91.1	86.4	87.8	78.8	4.5	78.8±9.0
	1.00	102	96.6	91.3	114	84.1	99.7	84.1	10.1	84.1±20.2
育畜磷	5.00	100	96.3	73.2	97.2	84.4	91.1	78.2	10.1	78.2±20.2
	1.00	115	112	82.3	143	84.4	109	92.4	22.4	92.4±44.8
甲拌磷砒	5.00	93.7	93.7	69.2	95.7	85.8	88.0	75.9	9.8	75.9±19.6
	1.00	96.7	105	87.9	115	84.2	91.8	83.1	11.5	83.1±23.0
灭蚜磷	5.00	100	97.4	99.6	96.2	86.0	89.0	81.9	5.8	81.9±11.6
	1.00	96.3	104	114	116	85.1	93.2	87.1	12.1	87.1±24.2
丙硫磷	5.00	93.0	93.1	92.0	92.7	84.8	84.7	77.9	4.1	77.9±8.2
	1.00	99.0	97.5	91.1	100	85.4	90.0	80.6	5.9	80.6±11.6
脱叶亚磷	5.00	90.0	94.9	94.0	111.5	86.0	86.4	81.1	9.4	81.1±18.8
	1.00	93.7	89.2	87.3	118	73.4	87.6	78.6	14.6	78.6±29.2
乐本松	5.00	93.1	94.0	71.0	94.6	85.4	86.5	75.7	9.0	75.7±18.0
	1.00	99.2	109	86.6	119	85.1	93.5	84.8	13.2	84.8±26.4
地胺磷	5.00	78.6	76.6	96.6	75.5	70.6	69.3	67.5	9.8	67.5±19.6
	1.00	88.5	86.4	88.6	103	86.2	84.4	76.9	6.8	76.9±13.6
三硫磷	5.00	96.3	96.8	93.2	96.3	86.4	88.1	80.3	4.6	80.3±9.2
	1.00	88.8	101	88.5	114	88.7	96.3	82.6	10.1	82.6±20.2
增效醚	5.00	101	95.1	87.8	95.9	86.0	89.9	80.1	5.7	80.1±11.4
	1.00	109	97.7	92.6	119	86.7	98.7	86.4	11.6	86.4±23.2
锐劲特	5.00	95.2	97.7	102	96.4	85.2	88.6	81.4	6.2	81.4±12.4
	1.00	98.7	107	98.1	139	90.0	102	90.8	17.2	90.8±34.4
丰索磷	5.00	43.9	96.7	90.0	98.1	90.6	93.8	74.0	20.6	74.0±41.2
	1.00	55.7	109	109	151	88.5	124	91.2	32.3	91.2±64.6
倍硫磷砒	5.00	101	99.7	93.2	98.7	94.8	87.0	82.8	5.2	82.8±10.4
	1.00	95.5	109	104	116	89.7	93.4	86.9	10.1	86.9±20.2
硫丹硫酸酯	5.00	91.4	93.5	89.6	92.1	85.0	84.1	77.2	3.9	77.2±7.8
	1.00	95.3	105	93.3	103	86.4	89.9	82.0	7.3	82.0±14.6
溴螨酯	5.00	97.0	99.4	81.4	95.7	84.6	87.2	78.6	7.4	78.6±14.8
	1.00	101	109	90.7	117	89.9	97.5	86.6	10.6	86.6±21.2
溴苯磷	5.00	92.9	93.3	103	93.5	89.4	85.6	80.4	5.8	80.4±11.6
	1.00	97.2	97.9	89.8	103	87.6	92.6	81.3	5.7	81.3±11.4
苯硫磷	5.00	95.1	94.8	105	96.2	89.2	90.2	82.2	5.6	82.2±11.2
	1.00	88.8	95.7	90.7	123	84.4	105	84.1	14.2	84.1±28.4
苯线磷亚	5.00	13.3	9.9	111	91.6	11.4	7.8	35.7	47.3	35.7±94.6

砒	1.00	78.5	14.7	99.1	59.5	97.0	12.6	51.8	38.8	51.8±77.6
苯线磷砒	5.00	91.8	85.3	79.8	94.7	86.6	82.8	75.1	5.6	75.1±11.2
	1.00	94.8	99.3	80.0	144	93.4	95.9	86.9	22.0	86.9±44.0
吡啶硫磷	5.00	102	98.4	108	97	97.6	90.5	85.5	5.8	85.5±11.6
	1.00	120	121	86.5	147	94.5	101	95.9	22.1	95.9±44.2
蝇毒磷	5.00	99.3	98.6	119	96.4	103	90.6	87.4	9.7	87.4±19.4
	1.00	109	116	109	129	98.8	103	95.1	10.7	95.1±21.4

2 方法验证结论

检出限和测定下限：当样品量为 10.0 克时，目标物的方法检出限为 0.2~0.9mg/kg，测定下限为 0.8~3.6mg/kg。

精密度：6 家实验室分别对土壤样品中农药含量为 1.0mg/kg 和 5.0 mg/kg 的统一样品进行了测定：实验室内相对标准偏差分别为 1.8%~39%，0.068%~49%；实验室间相对标准偏差分别为 4.4%~64%，3.9%~116%；重复性限分别为 0.1mg/kg~0.6mg/kg，0.3mg/kg~2.2mg/kg；再现性限分别为 0.2mg/kg~1.2mg/kg，0.6mg/kg~6.6mg/kg。

准确度：6 家实验室对土壤基体加标样品进行了测定，样品加标量为别为 1.0mg/kg 和 5.0 mg/kg，加标回收率范围分别为 51.8%~121%，35.7%~89.2%。

方法的检出限、重复性限及再现性限、准确度等均满足国家标准制定相关质量控制要求。