附件9

《土壤和沉积物　35 种有机磷农药的测定　气相色谱法（征求意见稿）》编制说明

《土壤和沉积物　35 种有机磷农药的测定　气相色谱法》

标准编制组

二〇二五年七月

项目名称：土壤和沉积物　35 种有机磷农药的测定　气相色谱法

项目统一编号：2013-29

承担单位：浙江省生态环境监测中心、生态环境部华南环境科学研究所、湖北省生态环境监测中心站、中国环境科学研究院

编制组主要成员：刘劲松、孙琴琴、钟光剑、孙晓慧、冯　利、谢丹平、郭　丽、刘丽颖、许亚璐、王静

环境标准研究所技术管理负责人：李旭华、雷晶

国家环境分析测试中心技术管理负责人：姚志枭

生态环境监测司项目负责人：仇鹏

目　　录

1　项目背景 1
1.1　任务来源 1
1.2　工作过程 1
2　标准制订的必要性分析 3
2.1　有机磷农药的环境危害 3
2.2　相关生态环境标准和生态环境管理工作的需要 6
2.3　现行环境监测分析方法标准的实施情况和存在问题 12
3　国内外相关分析方法标准研究 15
3.1　主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究 15
3.2　国内相关分析方法研究 15
3.3　文献资料研究 20
3.4　说明与本方法标准的关系 21
4　标准制订的基本原则和技术路线 21
4.1　标准制订的基本原则 21
4.2　标准制定的技术路线 21
5　方法研究报告 23
5.1　方法研究的目标 23
5.2　方法原理 25
5.3　干扰和消除 25
5.4　试剂和材料 25
5.5　仪器设备 26
5.6　样品 27
5.7　分析步骤 42
5.8　结果表示与计算 51
5.9　质量保证和质量控制 69
6　方法比对 70
6.1　方法比对方案 70
6.2　方法比对过程及结论 71
7　方法验证 84
7.1　验证单位基本情况 84
7.2　方法验证方案 85
7.3　方法验证过程 86
7.4　方法验证结论 86
8　与开题报告的差异说明 88
9　参考文献 88

附件　方法验证报告 93

《土壤和沉积物　35 种有机磷农药的测定　气相色谱法（征求意见稿）》编制说明

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农药的监测分析，2021 年 2 月生态环境部生态环境监测司发布了《关于开展<空气和废气　乙腈和丙烯腈的测定　气相色谱法>》（监测函〔2021〕13 号）生态环境标准制订计划，下达了《土壤和沉积物　有机磷农药的测定　气相色谱法》标准制订任务，项目统一编号为 2013-29，由浙江省生态环境监测中心承担该标准的制订工作，协作单位为生态环境部华南环境科学研究所、湖北省生态环境监测中心站和中国环境科学研究院。

1.2　工作过程

1.2.1　成立标准编制组，查询国内外相关标准和文献资料

2021 年 2 月，浙江省生态环境监测中心接到《土壤和沉积物　有机磷农药的测定　气相色谱法》的标准编制任务后，立即成立了标准编制组，成员包括有多年有机磷农药分析及有机分析工作经验的技术人员。

2021 年 2 月～3 月，标准编制组根据《国家环境保护标准制修订工作管理办法》的相关规定，查阅中国学术期刊网络出版总库、中国重要会议论文全文数据库，检索了国际标准化组织、我国环境质量标准、排放标准、风险管控标准及分析方法标准、美国环境保护署、日本及欧盟等国内外分析方法标准，调研了国内外相关标准及类似方法的进展情况以及我国有机磷农药生产使用情况。在此基础上，确立了新标准制订的指导思想，对现有各种方法和监测工作需求开展广泛而深入的调查研究，经对比、筛选后初步提出工作方案和标准研究技术路线，制定初步的实验方案。

1.2.2　编写开题论证报告和标准草案，召开标准开题论证会

2021 年 3 月～12 月，标准编制组进行分析方法优化，完成实验室内分析方法性能数据。按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020），初步形成了开题论证报告和标准草案。

2023 年 8 月 11 日，组织专家进行标准开题论证，论证委员会听取了标准编制单位的标准开题论证报告和标准草案的内容介绍，经质询、讨论，形成以下论证意见：1、标准主编单位提供的材料齐全、内容完整；2、标准主编单位对国内外方法标准及文献进行了调研；3、标准定位准确，技术路线合理可行。并提出以下具体修改意见和建议：1、建议标准名称修改为《土壤和沉积物　35 种有机磷农药的测定　气相色谱法》；2、补充完善关于目标物的选择依据，完善净化方式选择的依据、仪器检测器的条件和验证方案；3、按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）和《环境保护标准编制出版技术指南》（HJ 565-2010）的相关要求进行标准文本和编制说明的编写。

1.2.3 项目研究和方法验证工作

开题论证后，标准编制组根据开题论证会上专家委员会的意见和建议，完善了目标物的选择依据，进一步开展样品净化、仪器检测器等条件优化工作，并征询相关意见制定了方法验证方案。2023 年 12 月完成方法研究工作，同步组织开展 6 家实验室的方法验证工作。2024 年 11 月，标准编制组开始汇总和统计验证数据，编写方法验证报告。

1.2.4 编写标准方法征求意见稿和编制说明

2025 年 1 月，根据《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）和《环境保护标准编制出版技术指南》（HJ 565-2010）的相关要求，标准编制组编写完成《土壤和沉积物　35 种有机磷农药的测定　气相色谱法》标准征求意见稿和编制说明。

1.2.5 征求意见稿技术审查会前函审

2025 年 4 月 22 日，技术支持单位反馈了会前函审专家的意见，函审专家要求补充部分仪器设备、明确样品提取液保存要求以及自然风干制样技术对目标化合物的影响，另外需根据相关标准规范对文本及编制说明进行文字修改。标准编制组根据函审专家意见，作出了以下修改：一是补充了样品筛的材质及筛孔要求，详见标准文本第 6 部分：仪器和设备；二是根据现行有效有机磷农药相关分析方法标准补充了样品提取液的保存要求，详见编制说明第 5.6.1 部分：样品采集与保存；三是补充有机磷农药在自然风干状态下容易发生降解的相关文献资料，证实自然风干技术不适用于土壤和沉积物中有机磷农药的样品制备，详见编制说明第 5.6.1 部分：样品采集与保存；四是根据相关标准规范对文本及编制说明进行了修改。

1.2.6 征求意见稿技术审查会

2025 年 5 月 27 日，组织专家进行对征求意见稿进行技术审查，审查专家听取了标准编制单位的标准文本和编制说明的内容介绍，经质询、讨论，形成以下论证意见：1、标准主编单位提供的材料齐全、内容较为完整；2、标准主编单位对国内外方法标准进行了充分调研；3、标准定位准确，技术路线合理可行，方法验证内容完善。并提出以下具体修改意见和建议：1、进一步补充完善样品提取液的保存条件以及样品干燥方式对加标回收率的影响，核查标准曲线的范围和检出限的计算结果；2、按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）和《环境保护标准编制出版技术指南》（HJ 565-2010）对标准文本和编制说明进行编辑性修改。标准编制组根据审查专家意见，作出以下修改：一是完善样品提取液保存时间试验，保存条件为冷藏避光密封，结果表明提取液在保存期 40 d 内有机磷的加标回收率仍大于 85%，详见编制说明第 5.6.1 部分：样品采集与保存；二是补充自然风干制样技术对样品加标回收率的影响，结果表明部分物质，例如敌敌畏、甲胺磷、灭克磷、乙拌磷等，受自然风干法影响非常大，3 d 内回收率降低到 50%，因此本标准不推荐采用自然风干法；三是核查了标准曲线的范围，结果表明 35 种有机磷农药在 0.20~12.0 μg/mL 范围内标准曲线的相关系数均≥0.995，同时核查了验证单位的检出限计算结果；四是按照相关标准规范对标准本文和编制说明进行编辑性修改。

2 标准制订的必要性分析

2.1 有机磷农药的环境危害

2.1.1 理化性质

本标准目标化合物的理化性质详见表 2-1。

有机磷农药多为磷酸酯类或硫代磷酸酯类化合物，大多呈油状或结晶状，工业品呈淡黄色或棕色，大部分有蒜臭味，一般不溶于水，易溶于有机溶剂如苯、丙酮、乙醚、三氯甲烷及油类等。有机磷农药的分子结构一般具有容易断裂的化学键，在酸性和中性溶液中较稳定，遇热不稳定、遇碱易分解。但敌百虫例外，敌百虫为白色结晶，能溶于水，遇碱可转变为毒性较大的敌敌畏。市场上销售的有机磷农药剂型主要有乳化剂、可湿性粉剂、颗粒剂和粉剂等四大剂型。近年来混合剂和复配剂已逐渐增多。

表 2-1 目标化合物理化性质

序号	目标化合物	CAS No.	水溶性（mg/L）	熔点（℃）	沸点（℃）
1	敌敌畏	62-73-7	1×10^4	–60	140（0.067 kPa）
2	甲胺磷	10265-92-6	微溶于水	44.5	208.7
3	速灭磷	7786-34-7	易溶于水	–56	99～103（0.004 kPa）
4	内吸磷	8065-48-3	微溶于水	/	299.6
5	虫线磷	297-97-2	微溶于水	–1.7	307
6	灭克磷	13194-48-4	750	–13	86～91（0.03 kPa）
7	甲拌磷	298-02-2	50	–43	125～127（0.27 kPa）
8	治螟磷	3689-24-5	670	60～67	318.7
9	二嗪农	333-41-5	40	＞120	306
10	地虫硫磷	944-22-9	1	/	323.7
11	乙拌磷	298-04-4	不溶于水	/	330.8
12	异稻瘟净	26087-47-8	难溶于水	22.5～23.8	354.4
13	除线磷	97-17-6	0.245	100	166（0.013 kPa）
14	久效磷	6923-22-4	溶于水	54～55	125（0.0005 kPa）
15	乐果	60-51-5	2.5×10^4	52～52.5	107（0.05 kPa）
16	皮蝇磷	299-84-3	44	35	97（0.001 kPa）
17	甲基立枯磷	57018-04-9	0.3～0.4	78～80	338.5
18	毒死蜱	2921-88-2	1.3	42～44	375.9
19	甲基对硫磷	298-00-0	50	36	143（0.13 kPa）
20	倍硫磷	55-38-9	55	7.5	87（0.001 kPa）
21	马拉硫磷	121-75-5	145	2.85	156（0.093 kPa）
22	溴硫磷	2104-96-3	40	53～56	140～142（0.001 kPa）
23	杀螟硫磷	122-14-5	30	3.4	140～145（0.05 kPa）
24	对硫磷	56-38-2	24	6.1	375
25	育畜磷	299-86-5	/	60	333.2
26	水胺硫磷	24353-61-5	不溶于水	45～46	385.1

序号	目标化合物	CAS No.	水溶性（mg/L）	熔点（℃）	沸点（℃）
27	稻丰散	2597-03-7	微溶于水	156	379.5
28	甲拌磷砜	2588-04-7	859.3	/	397.4
29	丙硫磷	34643-46-4	1.7	/	397.8
30	脱叶磷	78-48-8	/	＜–25	407.8
31	杀虫畏	22248-79-9	/	97～98	399.5
32	丙溴磷	41198-08-7	20	＜25	110（0.001 kPa）
33	地胺磷	950-10-7	57	/	345.6
34	三硫磷	786-19-6	0.34	25	82（0.013 kPa）
35	三唑磷	24017-47-8	30～40	0～5	417.6
注：“/”表示数据未查询到；除非特别注明，沸点均为大气压下测定值。					

2.1.2 环境危害

随着环境科学的发展及人类对生存质量认识的提高，农药的毒性及残留问题越来越被人们关注。广泛使用的有机磷农药在环境及食品中残留限量，包括生态环境质量标准、食品卫生标准等，成为衡量生态环境质量及食品安全的重要指标。

有机磷农药比有机氯农药易降解，残留期短，但是其普遍毒性较大，大部分属于中等毒性以上，因此环境中有机磷农药的污染和毒害仍引起关注。有机磷农药能抑制乙酰胆碱酯酶，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，使乙酰胆碱积聚，引起毒蕈碱样症状、烟碱样症状以及中枢神经系统症状，严重时中毒者可因肺水肿、脑水肿、呼吸麻痹而死亡。重度急性中毒者还会发生迟发性猝死。某些种类的有机磷农药中毒可在中毒后 8～14 天发生迟发性神经疾病。

有机磷农药被喷洒在果树及蔬菜上，残留在水果、蔬菜上的农药通过食物链进入人体。有一部分有机磷农药进入水体、土壤和沉积物中，造成水体、土壤和沉积物污染，继而通过农产品进入人体。在污染严重的农田土壤中，有机磷农药的残留会导致农业环境不断恶化，农田生态系统中敏感物种减少，耐污染生物种类增多。有机磷农药的大量使用已经给生态环境和人类的健康安全带来了不可估量的危害。

2.1.3 国内外限制使用情况

（1）甲胺磷、对硫磷、甲基对硫磷、久效磷和磷胺 5 种高毒有机磷农药，我国自 2004 年 1 月 1 日起，撤销复配产品登记证。自 2004 年 6 月 30 日起，禁止在国内销售和使用。自 2005 年 1 月 1 日起，除原药生产企业外，撤销其他企业制剂产品登记证，作用范围缩减为：棉花、水稻、玉米和小麦。自 2007 年 1 月 1 日起，撤销制剂产品登记证，全面禁止在农业上使用，只保留部分生产能力用于出口。我国目前已基本没有磷胺生产，其他 4 种也大幅度减产或停产。

（2）2011 年国家发展和改革委员会发布《产业结构调整指导目录（2011 版）》，其中与农药行业有关的政策如下：①将高效、安全、环境友好的农药新品种、新剂型及专用中间体和助剂的开发生产、农药清洁生产工艺及“三废”治理新技术列为鼓励类；②将新建高毒、高残留以及对环境影响大的农药原药（包括氧乐果、水胺硫磷、甲基异柳磷、甲拌磷、特丁磷、溴甲烷、灭多威、涕灭威、克百威、敌鼠钠、敌鼠酮、杀鼠灵、杀鼠醚、溴敌隆、溴鼠灵、肉毒素、杀虫双、灭线磷、硫丹、磷化铝、三氯杀

螨醇，有机氯类、有机锡类杀虫剂，福美类杀菌剂，复硝酚钠（钾）等）生产装置列为限制类；将新建草甘膦、毒死蜱（水相法工艺除外）、三唑磷、百草枯、百菌清、阿维菌素、吡虫啉、乙草胺（甲叉法工艺除外）生产装置列为限制类。2019 年国家发展改革委发布的《产业结构调整指导目录（2019 年本）》对农药行业相关政策进行了修订：①将新建高毒、高残留以及对环境影响大的农药原料（杀朴磷、氯磺隆、胺苯磺隆、甲磺隆等）新增为限制类，将新建氯化苦生产装置新增为限制类；②将高毒类农药产品[六六六、二溴乙烷、丁酰肼、敌枯双、除草醚、杀虫脒、毒鼠强、氟乙酰胺、氟乙酸钠、二溴氯丙烷、治螟磷、磷胺、甘氟、毒鼠硅、甲胺磷、对硫磷、甲基对硫磷、久效磷、硫环磷（乙基硫环磷）、福美胂、福美甲胂及所有砷制剂、汞制剂、铅制剂、10%草甘膦水剂、甲基硫环磷、磷化钙、磷化锌、苯线磷、地虫硫磷、磷化镁、硫线磷、蝇毒磷、治螟磷、特丁硫磷、三氯杀螨醇等]列为落后产品。

（3）2011 年 6 月 15 日，农业部、工信部、环保部、工商总局、质检总局等五个部门发布了第 1586 号公告，对高毒农药采取进一步的禁限用管理措施，停止受理苯线磷、地虫硫磷、甲基硫环磷、磷化钙、磷化镁、磷化锌、蝇毒磷、治螟磷、特丁硫磷、甲拌磷、甲基异柳磷、克百威、灭多威、灭线磷、涕灭威、磷化铝、氧乐果、水胺硫磷、溴甲烷、硫丹等 22 种农药新增田间试验申请、登记申请及生产许可申请；停止批准含有上述农药的新增登记证和农药生产许可证（生产批准文件）。

（4）2015 年颁布的《无公害农产品禁用农药名录》中规定，在蔬菜、果树、茶叶、中草药材上不得使用和限制使用的有机磷农药为甲胺磷、甲基对硫磷、对硫磷、久效磷、磷胺、甲拌磷、甲基异柳磷、特丁硫磷、甲基硫环磷、治螟磷、内吸磷、灭线磷、硫环磷、蝇毒磷、地虫硫磷、氯唑磷、苯线磷。

（5）2019 年 1 月 1 日起，欧盟正式禁止含有化学活性物质的 320 种农药在境内销售，其中涉及我国生产、使用及销售的农药有 62 个品种。由于这些农药目前已广泛应用于水果、茶叶、蔬菜、谷物等生产中，因此使用这些农药的农产品在出口欧盟时，就可能被退货或销毁。部分欧盟禁用有机磷农药清单包括乙硫磷、氧乐果、三唑磷、喹硫磷、氯唑磷、嘧啶磷、久效磷、丙溴磷、甲拌磷、特丁硫磷、治螟磷、双硫磷、稻丰散、地虫硫磷等。

2.1.4 国内生产使用情况

农药工业是国民经济的重要组成部分，截止到 2019 年底，国内农药登记企业 2010 家，其中原药登记企业 705 家，制剂登记企业 1935 家，原药和制剂登记企业 630 家，农药原药产量为 225.4 万吨，其中江苏、四川和浙江是我国农药生产大省，江苏产量最高。农药种类繁多，按化学结构分为：有机氯、有机磷、氨基甲酸酯、烟碱类、杂环类等。

50 年代后期，我国开始进行有机磷农药的生产工艺研究，到 70 年代末，工业生产的主要品种有对硫磷、甲基对硫磷、内吸磷、甲基内吸磷、乐果、马拉硫磷、敌敌畏、敌百虫、甲拌磷、磷胺等。由于甲基内吸磷、内吸磷以及磷胺对哺乳动物毒性太大，80 年代已经停止生产和使用。1983 年有机氯农药禁用后，有机磷农药成为杀虫剂的主导产品。

根据农业部统计，有机磷农药是现有农药中品种最多的一种，约有 100 多种，国内有机磷农药产量为我国农药总产量的 50%左右，其中多数是杀虫剂（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）等。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农药总产量的 90%以上。由于部分有机磷农药的高毒性，从 2007 年开始，我国停止生产、销售及使用甲胺磷、对硫磷、甲基对硫磷、久效磷、磷胺等 5 种高毒有机磷农药，开始使用替代产品毒死蜱。有机磷农药中杀虫剂的生产量在下降，而除草剂生产量在上升，特别是草甘膦，2007 年全国生产量达 25 万吨（当年有机磷农药总产量为 40 万吨），2013 年草甘膦年产量达到 40 万吨（当年有机磷农药总产量为 70 万吨），草甘膦、敌敌畏、敌百虫、辛硫磷、毒死蜱以及三唑磷这 6 种有机磷农药产品年产量近 65 万吨。据统计 2015 年我国农药市场辛硫磷和毒死蜱是杀虫剂的前两名，草甘膦是除草剂的第一名。2018 年杀虫剂需求量前 5 位分别为敌敌畏、毒死蜱、辛硫磷、敌百虫以及杀虫双。

经调查，目前国内毒死蜱主要生产厂家包括南京红太阳股份有限公司、浙江新安化工集团股份有限公司、北京顺义农药厂、湖北沙隆达股份有限公司、江西正邦化工有限公司、陶氏益农（中国）保护有限公司、江苏克胜集团股份有限公司、上海升联化工有限公司、江苏宝灵化工股份有限公司、福建三农农化有限公司、广东省化州市第一农药厂等。草甘膦主要生产厂家有新安化工，其他大型企业有南通江山、湖北沙隆达、南京红太阳、山东大成、江苏宝灵、江苏长青、江苏扬农等。

2.2 相关生态环境标准和生态环境管理工作的需要

环境介质中有机磷农药的残留直接影响农产品质量，目前国内外已经制订较全面的食品和农产品中有机磷农药的残留限值标准，具体见表 2-2。但是国内外关于环境介质中该类目标化合物的生态环境质量标准、污染物排放标准及生态环境风险管控标准较少，具体见表 2-3。我国是农业大国，有机磷农药在我国有着广泛的使用，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，因此为了准确判断土壤或沉积物是否受到该类目标化合物的污染，其含量多少，就必须建立土壤和沉积物中有机磷农药测定的分析方法。本标准的建立能高效、灵敏地检测土壤和沉积物中的有机磷农药，其结果能为我国相关生态环境管理部门提供有力的数据支持和技术支撑。

表 2-2 国内外有机磷农药在食品及农产品中残留限值要求

序号	目标化合物	参考资料及数据来源	最高残留限值（mg/kg）	食品及农产品种类
1	倍硫磷	《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》（GB 2763-2021）[1]	0.05～2.00	谷物、油料和油脂、蔬菜、水果
2	苯线磷		0.005～0.05	谷物等
3	丙溴磷		0.01～20.00	谷物等
4	草甘膦		0.05～7.00	谷物等
5	哒嗪硫磷		0.3	蔬菜
6	敌百虫		0.1～2.0	谷物等
7	敌敌畏		0.01～0.5	谷物等
8	敌瘟磷		0.1～0.2	大米、糙米
9	地虫硫磷		0.01～0.5	谷物、油料和油脂、蔬菜、水果、糖料
10	毒死蜱		0.01～3.00	谷物等
11	对硫磷		0.01～0.10	谷物、油料和油脂、蔬菜、水果
12	二嗪磷		0.01～5.00	谷物等
13	二溴磷		0.01	谷物等
14	伏杀硫磷		0.05～7.00	油料和油脂等

序号	目标化合物	参考资料及数据来源	最高残留限值（mg/kg）	食品及农产品种类
15	甲胺磷		0.01～0.10	谷物等
16	甲拌磷		0.01～0.50	谷物等
17	甲基毒死蜱		0.01～10.0	谷物等
18	甲基对硫磷		0.02	谷物等
19	甲基立枯磷		0.05～2.00	谷物、油料和油脂、蔬菜
20	甲基硫环磷		0.03	谷物等
21	甲基嘧啶磷		0.01～5.00	谷物等
22	甲基异柳磷		0.01～0.05	谷物等
23	久效磷		0.02～0.05	谷物等
24	喹硫磷		0.05～2.00	谷物、油料和油脂、蔬菜
25	乐果		0.01～5.00	谷物等
26	硫线磷		0.005～0.02	谷物等
27	马拉硫磷		0.02～13.0	谷物等
28	内吸磷		0.02～0.05	油料和油脂、蔬菜、水果、饮料类
29	三唑磷		0.05～1.00	谷物等
30	杀虫畏		0.01	谷物等
31	杀螟硫磷		0.01～5.00	谷物等
32	杀扑磷		0.02～0.05	谷物等
33	速灭磷		0.01～0.05	谷物等
34	特丁硫磷		0.01～0.05	谷物等
35	硝虫硫磷		0.5	水果
36	蚜灭磷		1.0	水果
37	亚砜磷		0.01～0.1	谷物等
38	氧乐果		0.01～0.05	谷物等
39	乙拌磷		0.02～0.05	谷物、蔬菜、调味料
40	乙硫磷		0.2～5.0	谷物、油料和油脂、调味料
41	乙酰甲胺磷		0.02～50.0	谷物等
42	异稻瘟净		0.5	谷物
43	蝇毒磷		0.05	蔬菜、水果
44	增效磷		0.05～90.0	谷物等
45	治螟磷		0.01	蔬菜、水果
46	乙酰甲胺磷	WTO/TBT-SPS 中国国家咨询点报告（第 12 号）欧盟（1998 年 11 月 9 日）	0.02～1.00	椰菜等
47	甲基谷硫磷		0.50～1.00	蔬菜等
48	毒死蜱		0.05～2.00	芸苔等
49	甲基内吸磷		0.40	蔬菜、胡萝卜、水果、蘑菇
50	二嗪磷		0.02～0.50	芸苔等
51	敌敌畏		0.10～2.00	蔬菜、水果、谷类、蘑菇
52	乐果		1.00	蔬菜、水果、蘑菇
53	乙拌磷		0.02～3.00	椰菜等
54	杀螟硫磷		0.50～2.00	蔬菜、水果、柑橘、蘑菇

序号	目标化合物	参考资料及数据来源	最高残留限值（mg/kg）	食品及农产品种类
55	草甘膦		0.10～20.00	蔬菜类
56	马拉硫磷		0.50～8.00	蔬菜类
57	甲胺磷		0.01～1.00	椰菜等
58	甲噻硫磷		0.02～2.00	芸苔等
59	甲基对硫磷		0.20	蔬菜、水果、蘑菇
60	甲拌磷		0.05	芸苔类
61	虫螨磷		0.05～5.00	椰菜类
62	敌百虫		0.10～0.50	蔬菜类
63	乙酰甲胺磷	WTO/TBT-SPS 中国国家咨询点报告（第 12 号）荷兰（1998 年 11 月 9 日）	0.50～2.00	椰菜类
64	保棉磷		0.02～4.00	蔬菜类
65	毒死蜱		0.10～2.00	水果-蔬菜（茄属）等
66	甲基内吸磷		0.05～0.50	蔬菜、胡萝卜、马铃薯、水果、谷类
67	二嗪磷		0.05～0.20	芸苔类
68	敌敌畏		0.02～2.00	蔬菜、马铃薯、水果、谷类
69	乐果		0.05～1.00	蔬菜、马铃薯、水果
70	乙拌磷	WTO/TBT-SPS 中国国家咨询点报告（第 12 号）荷兰（1998 年 11 月 9 日）	0.10～0.20	大麦、小麦
71	克线磷		0.10～0.20	马铃薯、甘薯、橙、葡萄
72	杀螟硫磷		0.05～2.00	蔬菜、马铃薯、水果、柑桔、谷类
73	草甘膦		5.00～20.00	大麦、燕麦、黑麦、小麦
74	马拉硫磷		0.02～8.00	蔬菜等
75	甲胺磷	WTO/TBT-SPS 中国国家咨询点报告（第 12 号）荷兰（1998 年 11 月 9 日）	0.10～1.00	椰菜等
76	甲噻硫磷		0.20～2.00	柑桔、梨果类水果、核果类水果、葡萄
77	甲基对硫磷		0.05～0.20	蔬菜、马铃薯、水果
78	亚胺硫磷		0.20～15.00	豌豆、甘薯、柑桔、梨果类水果、猕猴桃
79	虫螨磷		0.20～5.00	椰菜类
80	定菌磷		0.05～0.10	芸苔、黄瓜、瓜类（西瓜除外）、草莓、蘑菇
81	甲基立枯磷		1.00	莴苣
82	敌百虫		0.05～2.00	蔬菜等

表 2-3　国内外有机磷农药生态环境质量标准、污染物排放标准及生态环境风险管控标准

序号	目标化合物	标准名称及标准号	标准限值	介质
1	马拉硫磷	《生活饮用水卫生标准》（GB 5749-2022）[2]	0.25 mg/L	饮用水
2	乐果		0.006 mg/L	
3	毒死蜱		0.03 mg/L	
4	草甘膦		0.7 mg/L	
5	敌敌畏		0.001 mg/L	
6	对硫磷		0.003 mg/L	
7	甲基对硫磷		0.009 mg/L	

序号	目标化合物	标准名称及标准号	标准限值	介质
8	敌百虫		0.05 mg/L	
9	乙酰甲胺磷		0.08 mg/L	
10	对硫磷	《地表水环境质量标准》（GB 3838-2002）[3]	0.003 mg/L	地表水
11	甲基对硫磷		0.002 mg/L	
12	马拉硫磷		0.05 mg/L	
13	乐果		0.08 mg/L	
14	敌敌畏		0.05 mg/L	
15	敌百虫		0.05 mg/L	
16	内吸磷		0.03 mg/L	
17	甲胺磷	《渔业水质标准》（GB 11607-89）[4]	1 mg/L	地表水
18	甲基对硫磷		0.0005 mg/L	
19	马拉硫磷		0.005 mg/L	
20	乐果		0.1 mg/L	
21	马拉硫磷	《海水水质标准》（GB 3097-1997）[5]	0.00005 mg/L（第一类）、0.001 mg/L（第二～四类）	海水
22	甲基对硫磷		0.00005 mg/L（第一类）、0.001 mg/L（第二～四类）	
23	乐果	《地下水质量标准》（GB/T 14848-2017）[6]	0.05 μg/L（I 类）、80.0 μg/L（III 类）	地下水
24	毒死蜱		0.05 μg/L（I 类）、30.0 μg/L（III 类）	
25	草甘膦		0.1 μg/L（I 类）、700 μg/L（III 类）	
26	敌敌畏		0.05 μg/L（I 类）、1.00 μg/L（III 类）	
27	马拉硫磷		0.05 μg/L（I 类）、250 μg/L（III 类）	
28	甲基对硫磷		0.05 μg/L（I 类）、20.0 μg/L（III 类）	
29	有机磷农药（以 P 计）	《污水综合排放标准》GB 8978-1996（1997 年 12 月 31 日之前建设的单位）[7]	不得检出（一级标准）、0.5 mg/L（二级标准）、0.5 mg/L（三级标准）	废水
30	有机磷农药（以 P 计）	《污水综合排放标准》GB 8978-1996（1997 年 12 月 31 日之后建设的单位）[7]	不得检出（一级标准）、0.5 mg/L（二级标准）、0.5 mg/L（三级标准）	废水
31	乐果		不得检出（一级标准）、1.0 mg/L（二级标准）、2.0 mg/L（三级标准）	
32	对硫磷		不得检出（一级标准）、1.0 mg/L（二级标准）、2.0 mg/L（三级标准）	
33	甲基对硫磷		不得检出（一级标准）、1.0 mg/L（二级标准）、2.0 mg/L（三级标准）	
34	马拉硫磷		不得检出（一级标准）、5.0 mg/L（二级标准）、10 mg/L（三级标准）	
35	有机磷农药（以 P 计）	《城镇污水处理厂污染物排放标准》（GB 18918-2002）[8]	0.5 mg/L	废水
36	马拉硫磷		1.0 mg/L	
37	乐果		0.5 mg/L	
38	对硫磷		0.05 mg/L	

序号	目标化合物	标准名称及标准号	标准限值	介质
39	甲基对硫磷		0.2 mg/L	
40	乐果	《农药工业水污染物排放标准》（GB 21523-2024）[9]	0.1 mg/L	废水
41	马拉硫磷		0.25 mg/L	
42	甲拌磷	《有机磷类农药工业水污染物排放标准》（二次征求意见稿）[10]	0.2 mg/L	废水
43	特丁硫磷		0.2 mg/L	
44	甲胺膦		0.2 mg/L	
45	氧乐果		1.0 mg/L	
46	丙溴磷		1.0 mg/L	
47	乐果		1.0 mg/L	
48	水胺硫磷		1.0 mg/L	
49	杀螟硫磷		2.0 mg/L	
50	辛硫磷		2.0 mg/L	
51	异稻瘟净		2.0 mg/L	
52	马拉硫磷		2.0 mg/L	
53	乙酰甲胺磷		2.0 mg/L	
54	甲基毒死蜱		0.1 mg/L	
55	毒死蜱		0.1 mg/L	
56	三唑磷		0.1 mg/L	
57	敌敌畏	《土壤环境质量　建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》（GB 36600-2018）[11]	1.8 mg/kg（筛选值）（第一类用地）	土壤
			5.0 mg/kg（筛选值）（第二类用地）	
			18 mg/kg（管制值）（第一类用地）	
			50 mg/kg（管制值）（第二类用地）	
58	乐果		86 mg/kg（筛选值）（第一类用地）	
			619 mg/kg（筛选值）（第二类用地）	
			170 mg/kg（管制值）（第一类用地）	
			1240 mg/kg（管制值）（第二类用地）	
59	乐果	《危险废物鉴别标准　浸出毒性鉴别》（GB 5085.3-2007）[12]	8 mg/L	浸出液
60	对硫磷		0.3 mg/L	
61	甲基对硫磷		0.2 mg/L	
62	马拉硫磷		5 mg/L	
63	敌敌畏	《危险废物鉴别标准　毒性物质含量鉴别》（GB 5085.6-2007）[13]	≥3%	固体废物
64	二嗪农		≥3%	
65	倍硫磷		≥3%	
66	敌敌畏	美国环保署区域筛选值（2024年11月发布）[14]	1.9 mg/kg（居住用地）、7.9 mg/kg（工业用地）、0.26 μg/L（饮用水）	土壤及饮用水
67	甲胺磷		3.2 mg/kg（居住用地）、41 mg/kg（工业用地）、1.0 μg/L（饮用水）	
68	内吸磷		2.5 mg/kg（居住用地）、33 mg/kg（工业用地）、0.42 μg/L（饮用水）	
69	甲拌磷		13 mg/kg（居住用地）、160 mg/kg（工业用地）、3.0 μg/L（饮用水）	

序号	目标化合物	标准名称及标准号	标准限值	介质
70	治螟磷		32 mg/kg（居住用地）、410 mg/kg（工业用地）、7.1 μg/L（饮用水）	
71	二嗪农		44 mg/kg（居住用地）、570 mg/kg（工业用地）、10 μg/L（饮用水）	
72	地虫硫磷		130 mg/kg（居住用地）、1600 mg/kg（工业用地）、24 μg/L（饮用水）	
73	乙拌磷		2.5 mg/kg（居住用地）、33 mg/kg（工业用地）、0.5 μg/L（饮用水）	
74	乐果		140 mg/kg（居住用地）、1800 mg/kg（工业用地）、44 μg/L（饮用水）	
75	皮蝇磷		3900 mg/kg（居住用地）、58000 mg/kg（工业用地）、410 μg/L（饮用水）	
76	毒死蜱		63 mg/kg（居住用地）、820 mg/kg（工业用地）、8.4 μg/L（饮用水）	
77	甲基对硫磷		16 mg/kg（居住用地）、210 mg/kg（工业用地）、4.5 μg/L（饮用水）	
78	马拉硫磷		1300 mg/kg（居住用地）、16000 mg/kg（工业用地）、390 μg/L（饮用水）	
79	溴硫磷		390 mg/kg（居住用地）、5800 mg/kg（工业用地）、35 μg/L（饮用水）	
80	对硫磷		380 mg/kg（居住用地）、4900 mg/kg（工业用地）、86 μg/L（饮用水）	
81	脱叶磷		13 mg/kg（居住用地）、160 mg/kg（工业用地）、0.57 μg/L（饮用水）	
82	地胺磷		5.7 mg/kg（居住用地）、74 mg/kg（工业用地）、1.8 μg/L（饮用水）	
83	甲基谷硫磷		190 mg/kg（居住用地）、2500 mg/kg（工业用地）、56 μg/L（饮用水）	
84	乙酰甲胺磷		19 mg/kg（居住用地）、250 mg/kg（工业用地）、6.0 μg/L（饮用水）	
85	甲基毒死蜱		630 mg/kg（居住用地）、8200 mg/kg（工业用地）、120 μg/L（饮用水）	
86	草甘膦		6300 mg/kg（居住用地）、8200 mg/kg（工业用地）、2000 μg/L（饮用水）	
87	虫螨磷		51 mg/kg（居住用地）、660 mg/kg（工业用地）、2.8 μg/L（饮用水）	
88	乙硫磷		32 mg/kg（居住用地）、410 mg/kg（工业用地）、4.3 μg/L（饮用水）	
89	苯硫磷		0.63 mg/kg（居住用地）、8.2 mg/kg（工业用地）、0.089 μg/L（饮用水）	
90	苯线磷		16 mg/kg（居住用地）、210 mg/kg（工业用地）、4.4 μg/L（饮用水）	

序号	目标化合物	标准名称及标准号	标准限值	介质
91	脱叶亚磷		2.3 mg/kg（居住用地）、35 mg/kg（工业用地）、0.6 μg/L（饮用水）	
92	甲噻硫磷		95 mg/kg（居住用地）、1200 mg/kg（工业用地）、29 μg/L（饮用水）	
93	亚胺硫磷		1300 mg/kg（居住用地）、16000 mg/kg（工业用地）、370 μg/L（饮用水）	
94	甲基嘧啶磷		46 mg/kg（居住用地）、600 mg/kg（工业用地）、8.9 μg/L（饮用水）	
95	喹硫磷		32 mg/kg（居住用地）、410 mg/kg（工业用地）、5.1 μg/L（饮用水）	
96	特丁硫磷		2.0 mg/kg（居住用地）、29 mg/kg（工业用地）、0.24 μg/L（饮用水）	

2.3 现行环境监测分析方法标准的实施情况和存在问题

我国建立了一系列环境样品中有机磷农药的分析方法标准，如《水质 有机磷农药的测定 气相色谱法》（GB 13192-91）[15]和《水、土中有机磷农药测定的气相色谱法》（GB/T 14552-2003）[16]。然而GB/T 14552-2003 作为唯一现行有效土壤中有机磷农药测定的气相色谱法，存在以下问题：一是其适用范围为地面水、地下水及土壤，与现行国内标准体系不一致（如水和废水、土壤和沉积物等），可能导致实际应用中对不同基质前处理以及分析条件等方面存在混淆和操作偏差；二是该标准对保障数据准确性和可靠性的关键质量控制环节规定严重不足，例如缺乏实验室空白、基体加标回收率、精密度控制，削弱了其作为规范性方法对实验室数据质量的约束力；三是其技术相对陈旧，例如仍旧使用色谱分离效能较差的填充柱，填充柱因其理论塔板数较低、分离效能有限、峰形易展宽等固有缺陷，在复杂环境基质（如土壤）中对结构、理化性质相似的有机磷农药分离能力不足，易导致共流出和假阳性的风险。现行有效气相色谱法已普遍采用毛细管色谱柱作为标准配置；四是其检出限的计算方法（通过仪器噪声信号偏差进行计算）已不符合现行规定的要求，现行规范方法普遍要求基于特定置信水平下的多次测定统计值来确定方法检出限，以确保其统计的严谨性和实际可比性。同时，随着新农药推陈出新，该标准仅能同时测定十种有机磷农药，目标物种类相对较少，已不能适应生态环境管理的需求。相比之下，国家已经针对食品（如蜂蜜、蔬菜等）中有机磷农药的分析制订较多的标准，目标化合物囊括数百种，采用了各种先进的分析技术。

因此制订新的环境样品中有机磷农药分析方法标准迫在眉睫。近年来有《水质 草甘膦的测定 高效液相色谱法》（HJ 1071-2019）[17]、《土壤和沉积物 有机磷类和拟除虫菊酯类等 47 种农药的测定 气相色谱-质谱法》（HJ 1023-2019）[18]，《水质 28 种有机磷农药的测定 气相色谱-质谱法》（HJ 1189-2021）[19]、《水质 氧化乐果、甲胺磷、乙酰甲胺磷、辛硫磷的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法》（HJ 1183-2021）[20]等不同的国家行业分析方法标准出台，同时也有浙江省地方标准《渔业环境中有机磷农药多组分残留量测定 气相色谱-串联质谱法》（DB33/T 2410-2021）[21]以及山东省地方标准《土壤中 12 种有机磷农药及代谢物残留量的测定液相色谱-质谱/质谱法》（DB37/T 3474-2018）[22]出台，对这一空白进行了有力补充。

气相色谱配备选择性检测器作为一种广泛推广的现代分析仪器，已经在环境领域得到了极大的应用。但在土壤和沉积物中有机磷农药的多组分同时分析上，依然缺乏相应的国家分析方法标准，因此建立土壤和沉积物中有机磷农药的气相色谱分析方法十分重要。

标准编制组参考了《水质　有机磷农药的测定　气相色谱法》（GB 13192-91）[15]、《水、土中有机磷农药测定的气相色谱法》（GB/T 14552-2003）[16]、《水质　草甘膦的测定　高效液相色谱法》（HJ 1071-2019）[17]、《土壤和沉积物　有机磷类和拟除虫菊酯类等 47 种农药的测定　气相色谱-质谱法》（HJ 1023-2019）[18]、《水质　28 种有机磷农药的测定　气相色谱-质谱法》（HJ 1189-2021）[19]、《水质　氧化乐果、甲胺磷、乙酰甲胺磷、辛硫磷的测定　液相色谱-三重四极杆质谱法》（HJ 1183-2021）[20]、《渔业环境中有机磷农药多组分残留量测定　气相色谱-串联质谱法》（DB33/T 2410-2021）[21]、《土壤中 12 种有机磷农药及代谢物残留量的测定液相色谱-质谱/质谱法》（DB37/T 3474-2018）[22]、《固体废物　有机磷农药的测定　气相色谱法》（HJ 768-2015）[23]以及《固体废物　有机磷类和拟除虫菊酯类等 47 种农药的测定　气相色谱-质谱法》（HJ 963-2018）[24]等分析方法标准中规定的水、土壤和固废样品的样品保存方法、前处理方法（包括萃取、浓缩和净化）及色谱条件，并加以优化，尽可能多地涵盖了有机磷农药的数量，从而制订了本标准。由于本标准与 HJ 1023-2019、HJ 963-2018、HJ 768-2015 及 HJ 1189-2021 等现行有效环境监测分析方法标准均为有机磷农药的多组分分析，且部分目标化合物交叉，这些分析方法标准更具备参考价值。标准编制组对不同标准之间目标化合物的差别进行比较，具体见表 2-4。

表 2-4　不同分析方法标准之间目标化合物的差别

序号	目标化合物	CAS No.	本标准	HJ 1023-2019	HJ 963-2018	HJ 768-2015	HJ 1189-2021
1	敌敌畏	62-73-7	包含	包含	包含	/	包含
2	甲胺磷	10265-92-6	包含	/	/	/	/
3	速灭磷	7786-34-7	包含	包含	包含	/	包含
4	内吸磷	8065-48-3	包含	包含	包含	/	包含
5	虫线磷	297-97-2	包含	包含	包含	/	/
6	灭克磷	13194-48-4	包含	包含	包含	/	包含
7	甲拌磷	298-02-2	包含	包含	包含	包含	包含
8	治螟磷	3689-24-5	包含	包含	包含	/	包含
9	二嗪农	333-41-5	包含	包含	包含	包含	包含
10	地虫硫磷*	944-22-9	包含	/	/	/	包含
11	乙拌磷	298-04-4	包含	包含	包含	包含	/
12	异稻瘟净	26087-47-8	包含	/	/	包含	包含
13	除线磷	97-17-6	包含	/	/	/	/
14	久效磷	6923-22-4	包含	/	/	/	/
15	乐果	60-51-5	包含	包含	包含	包含	包含
16	皮蝇磷	299-84-3	包含	包含	包含	/	/
17	甲基立枯磷	57018-04-9	包含	/	/	/	/
18	毒死蜱	2921-88-2	包含	包含	包含	包含	包含
19	甲基对硫磷	298-00-0	包含	包含	包含	包含	包含

序号	目标化合物	CAS No.	本标准	HJ 1023-2019	HJ 963-2018	HJ 768-2015	HJ 1189-2021
20	倍硫磷	55-38-9	包含	包含	包含	/	/
21	马拉硫磷	121-75-5	包含	包含	包含	包含	包含
22	溴硫磷	2104-96-3	包含	/	/	/	包含
23	杀螟硫磷	122-14-5	包含	/	/	/	包含
24	对硫磷	56-38-2	包含	包含	包含	包含	包含
25	育畜磷	299-86-5	包含	包含	包含	/	/
26	水胺硫磷	24353-61-5	包含	/	/	/	包含
27	稻丰散	2597-03-7	包含	/	/	包含	包含
28	甲拌磷砜	2588-04-7	包含	包含	包含	/	/
29	丙硫磷	34643-46-4	包含	包含	包含	/	/
30	脱叶磷	78-48-8	包含	/	/	/	/
31	杀虫畏	22248-79-9	包含	包含	包含	/	/
32	丙溴磷	41198-08-7	包含	/	/	包含	包含
33	地胺磷	950-10-7	包含	包含	包含	/	/
34	三硫磷	786-19-6	包含	包含	包含	/	/
35	三唑磷	24017-47-8	包含	/	/	/	包含
36	毒壤磷	327-98-0	/	包含	包含	/	/
37	安硫磷	2540-82-1	/	包含	包含	/	/
38	粉锈宁	43121-43-3	/	包含	包含	/	/
39	灭蚜磷	2595-54-2	/	包含	包含	/	/
40	脱叶亚磷	150-50-5	/	包含	包含	/	/
41	增效磷	51-03-6	/	包含	包含	/	/
42	氟虫腈	120068-37-3	/	包含	包含	/	/
43	丰索磷	115-90-2	/	包含	包含	/	/
44	倍硫磷砜	3761-42-0	/	包含	包含	/	/
45	硫丹硫酸酯	1031-07-8	/	包含	包含	/	/
46	溴螨酯	18181-80-1	/	包含	包含	/	/
47	溴苯磷	21609-90-5	/	包含	包含	/	/
48	苯硫磷	2104-64-5	/	包含	包含	/	/
49	吡唑硫磷	77458-01-6	/	包含	包含	/	/
50	蝇毒磷	56-72-4	/	包含	包含	/	包含
51	乙硫磷	563-12-2	/	/	/	包含	/
52	特丁硫磷	13071-79-9	/	/	/	/	包含
53	磷胺*	13171-21-6	/	/	/	/	包含
54	氯唑磷	42509-80-8	/	/	/	/	包含
55	甲基毒死蜱	5598-13-0	/	/	/	/	包含
56	甲基异柳磷	99675-03-3	/	/	/	/	包含
57	苯线磷	22224-92-6	/	/	/	/	包含
58	敌百虫	52-68-6	/	/	/	/	包含
*注：由于目标化合物存在不同的内外消旋状态及顺反构型，因此 CAS 号有所不同。							

3 国内外相关分析方法标准研究

3.1 主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究

随着有机磷农药使用量的增大，它对生态环境的污染及对人类健康的影响，引起了人们的普遍关注。为了监测环境中多种有机磷农药的残留状况，有机磷农药分析测试技术随之兴起。

（1）美国环保署测定有机磷农药的分析方法

美国环保署发布的 EPA 8141B-2007: Organophosphorus compounds by gas chromatography[25]，规定了水和固体中 46 种有机磷农药的气相色谱分析方法。该方法规定，水样的前处理方法采用液液萃取、连续液液萃取或固相萃取法；固体中有机磷农药的提取可采用正己烷/丙酮（1:1）或二氯甲烷/丙酮（1:1）进行索氏提取、加压流体萃取、微波萃取或超声波萃取等方法，提取后的试样用氧化铝、佛罗里土、硅胶或凝胶渗透色谱净化，经浓缩定容后，用气相色谱分离，氮磷检测器（NPD）或火焰光度检测器（FPD）测定。

美国环保署发布的 EPA 1699-2007: Pesticides in water, soil, sediment, biosolids, and tissue by HRGC/HRMS[26]，规定了水、土壤、沉积物和生物组织中 17 种有机磷农药的分析方法。固体、半固体和混合相样品（包括污泥和组织样品）采用索氏提取或索氏提取/SDS 联合萃取并浓缩后，用 GC/HRMS 进行测定。

美国环保署发布的 EPA 8270E-2017: Semivolatile organic compounds by gas chromatography/mass spectrometry[27]，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。该方法中土壤有机磷农药的前处理制备方法参照 EPA 3500 系列方法，样品提纯程序参考 EPA 3600 系列方法，处理后的试样经毛细管柱分离后，用质谱进行检测。

美国环保署发布的 EPA 525.2-1995: Determination of organic compounds in drinking water by liquid-solid extraction and capillary column gas chromatography/mass spectrometry[28]，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，其目标化合物包括多环芳烃、邻苯二甲酸酯、杀虫剂和多氯联苯，采用气相色谱-质谱方法进行分析。

（2）英国和欧盟测定有机磷农药的方法

经资料查询，ISO 14182-1999: Animal feeding stuffs-Determination of residues of organophosphorus pesticides-Gas chromatographic method[29]是关于动物饲料中有机磷农药的测定方法，ISO 16000-31-2014：Indoor Air-Part 31: Measurement of flame retardants and plasticizers based on organophosphorus compounds-Phosphoric acid ester[30]是关于室内空气中有机磷农药的测定方法，美国材料测试学会 ASTM D6520-12: Measurement of flame retardants and plasticizers based on organophosphorus compounds-Phosphoric acid ester[31]采用固相微萃取方法测定水中的挥发性和半挥发性有机物（包括有机磷农药），欧盟标准 BS EN 12918-1999: Water quality-Determination of parathion, parathion-methyl and some other organophosphorus compounds in water by dichloromethane analysis[32]采用液液萃取-气相色谱法测定水中的部分有机磷农药。

3.2 国内相关分析方法研究

《水、土中有机磷农药测定的气相色谱法》（GB/T 14552-2003）[16]规定了地面水、地下水及土壤中速灭磷、甲拌磷、二嗪磷、异稻瘟净、甲基对硫磷、杀螟硫磷、溴硫磷、稻丰散等多组分残留量的测定方法。样品采用有机溶剂提取，再经液液分配和凝结净化步骤除去干扰物，用 NPD 或 FPD 检测，根据色谱峰保留时间定性，外标法定量。方法涉及的有机磷农药类别较少，不能完全满足现行国家生态环境质量标准及一些污染场地风险管控要求。

2019 年发布的《土壤和沉积物　有机磷类和拟除虫菊酯类等 47 种农药的测定　气相色谱-质谱法》（HJ 1023-2019）[18]规定了土壤和沉积物中有机磷农药和拟除虫菊酯类农药的气相色谱质谱分析方法。样品采用正己烷/丙酮（1:1）溶液提取，提取液经净化、浓缩、定容后，通过气相色谱分离，质谱检测。在取样量为 10 g、定容体积为 1.0 mL 的情况下，方法检出限为 0.2 mg/kg～0.8 mg/kg。

《水质　有机磷农药的测定　气相色谱法》（GB 13192-91）[15]分析方法标准适用于地面水、地下水及工业废水中甲基对硫磷、对硫磷、马拉硫磷、乐果、敌敌畏、敌百虫的测定。水样中有机磷农药经三氯甲烷液液萃取后，用带有 FPD 的气相色谱仪进行检测。敌百虫采用间接法转化为敌敌畏之后再进行测定。

《水质　有机磷农药的测定　气相色谱-质谱法》（HJ 1189-2021）[19]规定了地表水、地下水、海水、生活污水和工业废水中 28 种有机磷农药的测定。水样中有机磷农药经三氯甲烷液液萃取、净化以及浓缩定容后，用气相色谱分离，质谱检测。水样中的敌百虫经碱解转化为敌敌畏后进行测定。在取样量为 1 L、定容体积为 1.0 mL 的情况下，检出限为 0.3 μg/L～0.6 μg/L。

《水质　氧化乐果、甲胺磷、乙酰甲胺磷、辛硫磷的测定　液相色谱-三重四极杆质谱法》（HJ 1183-2021）[20]规定了地表水、地下水、生活污水和工业废水中氧化乐果、甲胺磷、乙酰甲胺磷、辛硫磷等 4 种有机磷农药的测定。水样经过滤或净化后直接进样，用液相色谱-三重四极杆质谱分离检测。当进样体积为 5.0 μl 时，方法检出限为 0.5 μg/L。

此外，我国已经制订了较完备的粮食、水果、蔬菜、动物肌肉、烟草、纺织品中有机磷农药的分析方法标准，见表 3-1，目标化合物覆盖了绝大部分的有机磷农药，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，因此环境样品中有机磷农药的分析方法标准有必要借鉴这些标准。

表 3-1　国内不同介质中有机磷农药的分析方法标准

序号	标准名称	标准号	适用范围	目标化合物
1	《水、土中有机磷农药测定的气相色谱法》	GB/T 14552-2003（气相）[16]	水和土壤	有机磷农药
2	《水质　有机磷农药的测定　气相色谱法》	GB 13192-91（气相）[15]	水	有机磷农药
3	《固体废物　有机磷农药的测定　气相色谱法》	HJ 768-2015（气相）[23]	固废及浸出液	有机磷农药
4	《土壤和沉积物　有机磷类和拟除虫菊酯类等 47 种农药的测定　气相色谱-质谱法》	HJ 1023-2019（气质）[18]	土壤和沉积物	拟除虫菊酯、有机磷、杂环类农药
5	《固体废物　有机磷类和拟除虫菊酯类等 47 种农药的测定　气相色谱-质谱法》	HJ 963-2018（气质）[24]	固废及浸出液	拟除虫菊酯、有机磷、杂环类农药
6	《水质　28 种有机磷农药的测定　气相色谱-质谱法》	HJ 1189-2021（气质）[19]	水	有机磷农药
7	《水质　氧化乐果、甲胺磷、乙酰甲胺磷、辛硫磷的测定　液相色谱-三重四极杆质谱法》	HJ 1183-2021（液质）[20]	水	有机磷农药
8	《危险废物鉴别标准　浸出毒性鉴别》	GB 5085.3-2007（气相、气质）[12]	浸出液	有机磷、有机氯农药
9	《危险废物鉴别标准　毒性物质含量鉴别》	GB 5085.6-2007（气质）[13]	固废	有机磷、有机氯农药
10	《生活饮用水标准检验方法　农药指标》	GB/T 5750.9-2023（气相）[33]	生活饮用水	氨基甲酸酯、有机磷、有机氯、菊酯类农药
11	《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/T 13595-2004[34]	烟草及烟草制品	菊酯类、有机磷、含氮农药
12	《粮食、水果和蔬菜中有机磷农药测定的气相色谱法》	GB/T 14553-2003（气相）[35]	粮食、水果和蔬菜	有机磷农药
13	《食品安全国家标准　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 23200.7-2016（气质）[36]	蜂蜜、果汁和果酒	菊酯类、有机磷、氨基甲酸酯、有机氯、杂环类农药
14	《食品安全国家标准　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 23200.8-2016（气质）[37]	水果和蔬菜	
15	《食品安全国家标准　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 23200.9-2016（气质）[38]	粮谷	菊酯类、有机磷、氨基甲酸酯、有机氯、杂环类农药

序号	标准名称	标准号	适用范围	目标化合物
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/T 19650-2006（气质）[39]	动物肌肉	菊酯类、有机磷、氨基甲酸酯、有机氯、杂环类农药
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/T 20769-2008（液质）[40]	水果和蔬菜	
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/T 20770-2008（液质）[41]	粮谷	
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/T 20771-2008（液质）[42]	蜂蜜	
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/T 20772-2008（液质）[43]	动物肌肉	
21	《食品安全国家标准　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 23200.10-2016（气质）[44]	桑枝、金银花等	
22	《食品安全国家标准　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-质谱法》	GB 23200.11-2016（液质）[45]	桑枝、金银花等	
23	《食品安全国家标准　食用菌中 440 种农药及相关化学品残留量的测定　液相色谱-质谱法》	GB 23200.12-2016（液质）[46]	食用菌	
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/T 23204-2008（气质）[47]	茶叶	
25	《食品安全国家标准　茶叶中 448 种农药及相关化学品残留量的测定　液相色谱-质谱法》	GB 23200.13-2016（液质）[48]	茶叶	
26	《食品安全国家标准　果蔬汁和果酒中 512 种农药及相关化学品残留量的测定　液相色谱-质谱法》	GB 23200.14-2016（液质）[49]	果蔬汁、果酒	
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/T 23207-2008（气质）[50]	河豚鱼、鳗鱼和对虾	

序号	标准名称	标准号	适用范围	目标化合物
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/T 23208-2008（液质）[51]	河豚鱼、鳗鱼和对虾	菊酯类、有机磷、氨基甲酸酯、有机氯、杂环类农药
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/T 23210-2008（气质）[52]	牛奶和奶粉	
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/T 23211-2008（液质）[53]	牛奶和奶粉	
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/T 23214-2008（液质）[54]	饮用水	
32	《食品安全国家标准　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 23200.15-2016（气质）[55]	食用菌	
33	《茶叶中农药多残留测定　气相色谱/质谱法》	GB/T 23376-2009（气质）[56]	茶叶	有机磷、有机氯、菊酯类农药
34	《饲料中 36 种农药多残留测定　气相色谱-质谱法》	GB/T 23744-2009（气质）[57]	饲料	氨基甲酸酯、有机磷、有机氯、菊酯类农药
35	《植物性食品中有机磷和氨基甲酸酯类农药多种残留的测定》	GB/T 5009.145-2003[58]	植物性食品	有机磷、氨基甲酸酯农药
36	《动物性食品中有机磷农药多组分残留量的测定》	GB/T 5009.161-2003[59]	动物性食品	有机磷农药
37	《食品中有机磷农药残留量的测定》	GB/T 5009.20-2003[60]	食品	有机磷农药
38	《糙米中 50 种有机磷农药残留量的测定》	GB/T 5009.207-2008[61]	糙米	有机磷农药
39	《水果和蔬菜中多种农药残留量的测定》	GB/T 5009.218-2008[62]	水果和蔬菜	氨基甲酸酯、有机磷、有机氯、菊酯类农药

3.3 文献资料研究

3.3.1 国外文献中相关分析方法研究

1985 年，Kjolholt 等人[63]采用索氏提取法提取土壤和沉积物中的有机磷农药，再用气相色谱-NPD 进行检测，检出限为 92～220 ng/kg。2012 年，Yang 等人[64]发表了关于土中有机磷农药的检测，采用快速分散-液液微萃取（DLLME）技术和气相色谱-FPD 检测器相结合，检测土壤中 3 种有机磷农药，检出限为 200～500 pg/g。2013 年，Merdassa 等人[65]采用微波辅助萃取技术提取土壤中的有机磷农药和杀菌剂，并用气相色谱质谱进行仪器分析。研究发现，当采用正己烷/丙酮（2:1）作为萃取剂，在 400 W 的功率及 160 ℃温度下微波作用 10 min，萃取效率为 92.6%～103.7%，加标回收率范围为 70.0%～120.0%，分析精密度为 0.2%～14%，检出限为 0.10～0.12 ng/g。2016 年，Pan 等人[66]采用丙酮/石油醚（4:1）作为萃取剂进行对农田土壤中有机磷农药进行超声波提取，提取液经硅酸镁净化后用气相色谱质谱仪进行检测，进而实现了中国长江三角洲地区农田土壤中有机磷农药污染水平、分布及生态风险的研究。

3.3.2 国内文献中相关分析方法研究

2006 年，金珍等人[67]开展蜂蜜中 23 种农药的气相色谱质谱联用分析方法的研究，并对其中 3 种农药的碎片离子的断裂机理与结构进行了初步解析，探讨了蜂蜜试样前处理条件的优化和选择，并在选择离子监测方式下进行样品分析。2007 年，王凌等人[68]利用加速溶剂萃取和气相色谱质谱联用仪对海洋沉积物中 7 种有机磷农药的分析方法进行了研究，正交实验表明，使用丙酮/二氯甲烷（1:1）作为萃取剂，在 10.3 MPa 压力及 120 ℃的温度下萃取 5 min，海洋沉积物中的有机磷农药的回收率在 78.7%～101.5%，检出限为 0.43 ng/g～14.2 ng/g。2010 年，饶竹[69]研究了土壤样品中 13 种有机磷农药的加速溶剂萃取-气相色谱测定方法，萃取后的样品经 Carb 柱净化后用气相色谱-FPD 检测。2013 年，陈登辉[70]研究了利用加速溶剂萃取提取土壤中的有机磷农药，并采取双塔双柱气相色谱仪进行农药残留分析，双塔双柱的分析模式提高了样品组分识别的准确性。2017 年，许延霞[71]利用气质联用仪对土壤中 5 种有机磷农药的检测方法进行优化及研究，土壤样品用乙腈振荡提取，并用气质联用仪检测，方法检出限为 0.25～0.82 μg/kg。2018 年，宋晓娟等人[72]建立了气相色谱-串联质谱（GC-MS/MS）同时分析土壤中 8 种有机氯农药和 5 种有机磷农药的方法，样品由正己烷/丙酮（1:1）溶液萃取，经无水硫酸钠脱水、氮吹仪浓缩后，采用硅胶固相萃取小柱进行净化，正己烷/丙酮（1:1）溶液进行洗脱，然后经 HP-5MS 色谱柱分离，在电子轰击电离源下以多反应监测（MRM）模式进行检测，内标法定量，有机磷农药的方法检出限为 0.06～0.12 μg/kg。2021 年，王威等人[73]利用加速溶剂萃取结合气相色谱-质谱法实现了污水处理厂污泥中 37 种有机磷农药和 10 种拟除虫菊酯农药的同时测定，方法检出限为 0.04～0.19 mg/kg。

上述文献结果表明，采用不同的仪器分析，例如气相色谱法、气相色谱质谱法以及气相色谱-串联质谱法测定土壤中的有机磷农药，检出限水平相当。然而，气相色谱仪因其操作简单、购置成本低、维护便捷，在全国生态环境监测部门及高校、科研院所普遍使用。因此，

气相色谱配备选择性检测器因其广泛的设备基础与操作维护经济性，在土壤有机磷农药常规监测领域具备良好的普适性。

3.4 说明与本方法标准的关系

本次标准制订同时参考了主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究成果以及国内相关分析方法研究成果，并根据我国的实际情况加以优化，制订适合于我国国情的土壤和沉积物中有机磷农药测定的气相色谱法。

4 标准制订的基本原则和技术路线

4.1 标准制订的基本原则

本方法制修订符合《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）的要求。以下为本标准制修订的基本原则：

（1）方法的检出限和测定范围满足相关生态环境标准和生态环境保护工作的要求。

（2）方法准确可靠，满足各项方法特性指标的要求，通过不同实验室间以及实验室内多种监测仪器设备对多种代表性实际样品分析比对，确保本方法采用的分析技术和规定的各项技术指标准确可靠。

（3）方法具有普遍适用性，易于推广使用。本方法所需的分析仪器在全国生态环境监测部门及高校、科研院所普遍使用，且配备的选择性检测器灵敏度高、检出限低，满足相关生态环境保护标准限值要求，操作简单易掌握，故该分析方法标准在全国范围内具备良好的普适性。

（4）方法标准内容完整，表述准确，编写规范，易于理解，便于实施。

4.2 标准制定的技术路线

本标准制修订依据《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）的要求严格执行。针对拟纳入本标准的前处理技术、分析技术、质量控制技术等技术细节开展试验研究，确定方法性能指标和各个分析环节的质量保证和质量控制。标准的编写要考虑相关生态环境标准和生态环境管理工作的配套性，还需兼顾国内分析工作的实际情况和目前国际上关于分析技术的发展趋势，在保证良好的可操作性的基础上，兼顾由分析技术水平的不断提高可能带来的分析方法的持续改进，注重标准方法的可操作性与实用性。本标准制修订技术路线见图 4-1。

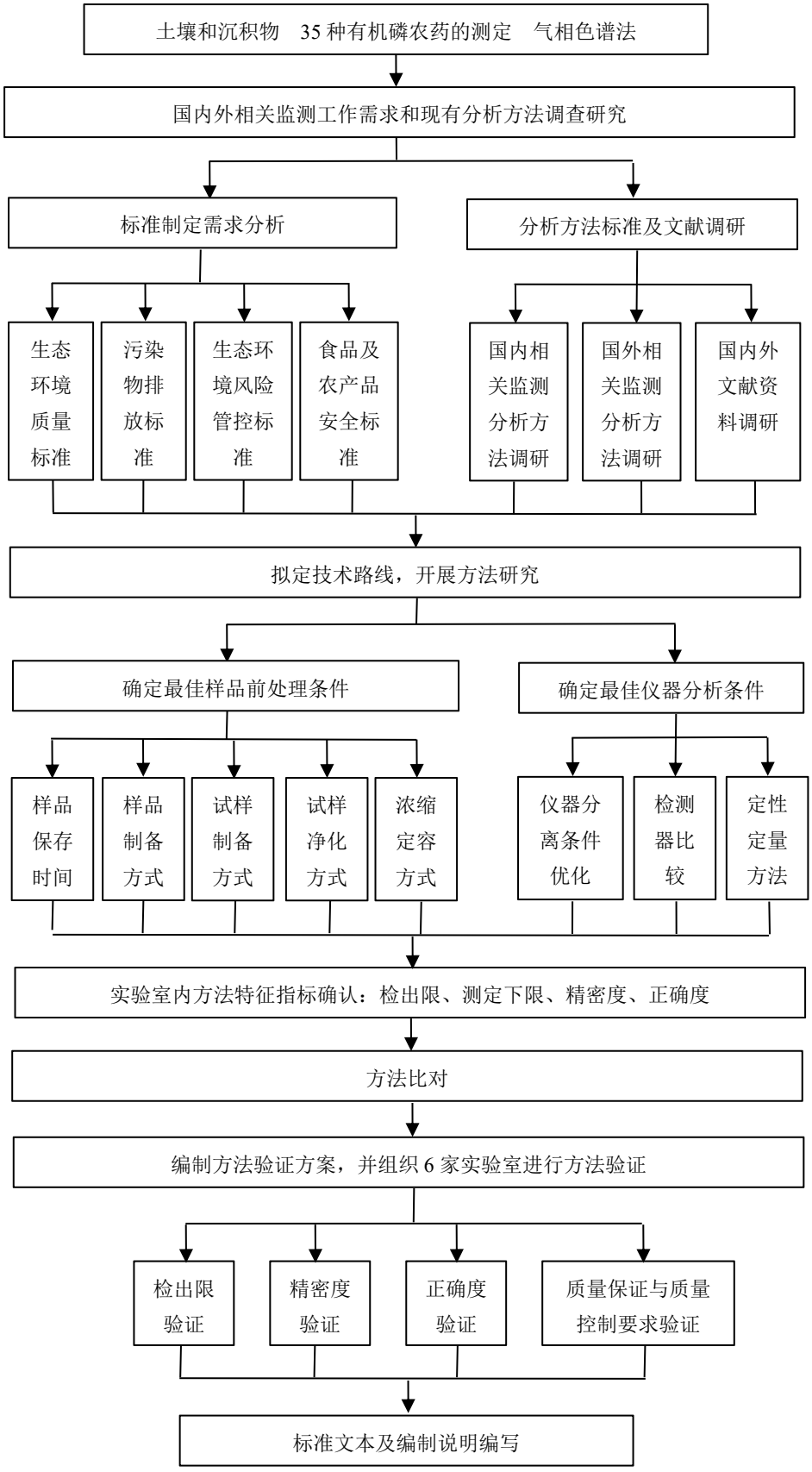


图 4-1　标准制订的技术路线图

5 方法研究报告

5.1 方法研究的目标

5.1.1 标准的适用范围

本标准规定了土壤和沉积物中35种有机磷农药的气相色谱法，适用于建设项目土壤环境评价、土壤污染事故调查、农田土壤环境监测以及河流、湖泊与海洋沉积物的环境调查中有机磷农药的测定。研究的目的在于建立既适应于当前生态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。

全国多地的农田土壤有机磷农药调查数据显示，我国农田土壤中有机磷农药的残留水平和检出浓度存在明显区域差异和作物类型差异。全国13个主要植烟县的431个土壤样品中敌敌畏平均含量0.27 μg/kg，乐果0.18 μg/kg，甲基对硫磷0.14 μg/kg，马拉硫磷1.29 μg/kg，对硫磷0.5 μg/kg[87]。2015年福州市蔬菜基地中有机磷农药的残留状况表明，供试样品都未检出敌百虫，只有1个土样中检出甲胺磷和敌敌畏，残留量分别为0.65 mg/kg和0.45 mg/kg，毒死蜱的检出率最高为97.67%，最高残留量为9.77 mg/kg[88]。2021年研究人员比较了大田土壤和大棚土壤中7种有机磷农药（甲基对硫磷、对硫磷、马拉硫磷、乐果、敌敌畏、敌百虫、内吸磷）含量的差异，结果表明大田土壤有机磷农药总含量平均值为5.24 μg/kg，而大棚土壤平均为11.35 μg/kg，大棚土壤中有机磷农药含量显著高于大田土壤[89]。

以上文献资料调研结果表明，我国土壤中有机磷农药浓度变化较大，从微克每千克到毫克每千克不等。因此对于全国区域土壤背景调查、低污染水平农田土壤等调查项目，标准编制组建议调查组织及实施单位应结合目标区域历史监测数据、管理标准限值要求以及本标准方法特性参数进行评估和选用。当目标化合物预期浓度接近或低于方法检出限时，可以增大样品量或者进一步浓缩样品，也可以使用更高灵敏度设备进行检测。

5.1.2 目标物种类的确定依据和理由

本标准目标化合物的选取基于以下原则：（1）服务于相关生态环境质量标准、生态环境风险管控标准及污染物排放标准；（2）国内有机磷农药生产和使用情况；（3）参考现行有效环境监测分析方法标准并结合本方法的技术可行性。

以上原则查询结果如下：

（1）在我国现行的生态环境质量标准、生态环境风险管控标准及污染物排放标准中，涉及水中有机磷农药的有《污水综合排放标准》（GB 8978-1996）[7]、《地表水环境质量标准》（GB 3838-2002）[3]、农药工业水污染物排放标准（GB 21523-2024）[9]及《有机磷类农药工业水污染物排放标准》（二次征求意见稿）[10]等，其中涉及的有机磷农药为乐果、对硫磷、甲基对硫磷、马拉硫磷、敌敌畏、内吸磷、异稻瘟净及杀螟硫磷等，涉及土壤中有机磷农药的有《土壤环境质量　建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》（GB 36600-2018）[11]，其中涉及的有机磷农药为敌敌畏及乐果。另外，美国EPA区域筛选值-通用表（2024年11月更新）中涉及的有机磷农药为甲胺磷、速灭磷及内吸磷等。具体详见表2-3。

（2）根据农业部统计，国内有机磷农药产量为我国农药总产量的50%左右。其中，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、敌敌畏及草甘膦等有机磷农药产品年产量约占我国有机磷农药总产量的90%以上。在2015年颁布的《无公害农产品禁用农药名录》中规定的在蔬菜、果树、茶叶、中草药材上不得使用和限制使用的有机磷农药为甲胺磷、甲基对硫磷、对硫磷、久效磷、磷胺、甲拌磷、甲基异柳磷、特丁硫磷、甲基硫环磷、治螟磷、内吸磷、灭线磷、硫环磷、蝇毒磷、地虫硫磷、氯唑磷及苯线磷。2019年1月1日起，欧盟正式禁止含有化学活性物质的320种农药在境内销售，其中涉及我国正在生产、使用及销售的有机磷农药包括三唑磷、久效磷、丙溴磷、甲拌磷、特丁硫磷、治螟磷、稻丰散及地虫硫磷等。

（3）目前有机磷农药多组分分析方法标准主要有HJ 1023-2019、HJ 963-2018及HJ 1189-2021，三个标准均采用气相色谱质谱联用仪进行分析。相比于气相色谱质谱联用分析方法而言，气相色谱分析方法存在假阳性的弊端。即使本标准采用了选择性检测器以减少假阳性的可能，然而对于多组分分析，目标化合物的分离度不高的问题依然存在。标准编制组根据实验室分析结果，剔除了上述标准中共流出或分离度不高的目标化合物，并根据仪器初步筛选结果新增了部分目标化合物。此外，由于样品提取手段的限制，使用比例最大的草甘膦无法使用本方法进行检测，敌百虫则由于在环境中易于转化也未纳入本标准中。最终标准编制组根据实验室前期研究结果和气相色谱仪器分析的初步筛选，选择了气相色谱仪上响应较强且相互之间不发生干扰或反应的35种有机磷农药作为目标化合物，详见表5-1。

表5-1　本标准目标化合物清单及选取依据

序号	目标化合物	选取依据
1	敌敌畏	《土壤环境质量　建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》（GB 36600-2018）
2	甲胺磷	美国EPA区域筛选值（2024年11月更新）
3	速灭磷	《食品安全国家标准　食品中农药最大残留限量》GB 2763-2021
4	内吸磷	涉及美国EPA区域筛选值（2024年11月更新）
5	虫线磷	国内在产在用
6	灭克磷	我国禁用（停用）农药
7	甲拌磷	美国EPA区域筛选值（2024年11月更新）
8	治螟磷	美国EPA区域筛选值（2024年11月更新）
9	二嗪农	美国EPA区域筛选值（2024年11月更新）
10	地虫硫磷	美国EPA区域筛选值（2024年11月更新）
11	乙拌磷	美国EPA区域筛选值（2024年11月更新）
12	异稻瘟净	《食品安全国家标准　食品中农药最大残留限量》GB 2763-2021
13	除线磷	国外禁用农药
14	久效磷	《食品安全国家标准　食品中农药最大残留限量》GB 2763-2021
15	乐果	《土壤环境质量　建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》（GB 36600-2018）
16	皮蝇磷	美国EPA区域筛选值（2024年11月更新）
17	甲基立枯磷	《食品安全国家标准　食品中农药最大残留限量》GB 2763-2021
18	毒死蜱	美国EPA区域筛选值（2024年11月更新）
19	甲基对硫磷	美国EPA区域筛选值（2024年11月更新）

序号	目标化合物	选取依据
20	倍硫磷	《食品安全国家标准　食品中农药最大残留限量》GB 2763-2021
21	马拉硫磷	美国 EPA 区域筛选值（2024 年 11 月更新）
22	溴硫磷	美国 EPA 区域筛选值（2024 年 11 月更新）
23	杀螟硫磷	《食品安全国家标准　食品中农药最大残留限量》GB 2763-2021
24	对硫磷	美国 EPA 区域筛选值（2024 年 11 月更新）
25	育畜磷	国内在产在用
26	水胺硫磷	《有机磷类农药工业水污染物排放标准》（二次征求意见稿）
27	稻丰散	国外禁用农药
28	甲拌磷砜	甲拌磷降解产物，具有较强毒性
29	丙硫磷	国内在产在用
30	脱叶磷	美国 EPA 区域筛选值（2024 年 11 月更新）
31	杀虫畏	《食品安全国家标准　食品中农药最大残留限量》GB 2763-2021
32	丙溴磷	《食品安全国家标准　食品中农药最大残留限量》GB 2763-2021
33	地胺磷	美国 EPA 区域筛选值（2024 年 11 月更新）
34	三硫磷	国内在产在用
35	三唑磷	《食品安全国家标准　食品中农药最大残留限量》GB 2763-2021

5.1.3　方法达到的特性指标要求

我国现行有效的《土壤环境质量　建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》（GB 36600-2018）生态环境风险管控标准，规定了敌敌畏最低筛选值（第一类用地）为 1.8 mg/kg，乐果最低筛选值（第一类用地）为 86 mg/kg。此外，美国环保署规定了居住用地有机磷农药最低筛选值为 0.63 mg/kg，工业用地有机磷农药最低筛选值为 7.9 mg/kg。因此，本标准的性能指标应满足我国及国外现行生态环境风险管控标准的要求，同时尽可能满足土壤和沉积物调查的需求。

5.2　方法原理

土壤或沉积物中的有机磷农药，经提取、净化、浓缩、定容后，经气相色谱分离，火焰光度检测器（FPD）或氮磷检测器（NPD）检测。根据保留时间定性，外标法定量。

5.3　干扰和消除

当样品存在大分子腐殖质、硫或者其它有机磷农药影响测定结果时，可通过净化样品、优化色谱条件或者更换不同性能色谱柱提高分离度进行消除，也可采用气相色谱-质谱法辅助定性。

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的分析纯试剂，实验用水为新制备的不含目标化合物的纯水。

5.4.1　丙酮（CH_3COCH_3）：色谱纯。

5.4.2　正己烷（C_6H_{14}）：色谱纯。

5.4.3　二氯甲烷（CH_2Cl_2）：色谱纯。

5.4.4　乙腈（CH_3CN）：色谱纯。

5.4.5　甲苯（C_7H_8）：色谱纯。

5.4.6　无水硫酸钠（Na_2SO_4）：优级纯。

450 ℃下烘烤 4 h，置于干燥器中冷却至室温，转移至玻璃瓶中密封保存。

5.4.7　丙酮-正己烷溶液。

用丙酮（5.4.1）和正己烷（5.4.2）按 1:1 的体积比混合。

5.4.8　乙腈-甲苯溶液。

用乙腈（5.4.4）和甲苯（5.4.5）按 3:1 的体积比混合。

5.4.9　有机磷农药标准贮备液：参考浓度ρ=100 μg/mL。

可购买市售有证标准溶液，也可用标准物质配制，溶剂为丙酮。按标准溶液证书要求保存，使用前应恢复至室温并摇匀。

注：速灭磷浓度为（E）-速灭磷和（Z）-速灭磷之和；内吸磷浓度为内吸磷-O 和内吸磷-S 之和。

5.4.10　凝胶渗透色谱校正标准贮备液。

市售有证标准溶液，包含玉米油（ρ＝300 mg/mL）、邻苯二甲酸二（2-乙基己基）酯（ρ＝15 mg/mL）、五氯酚（ρ＝1.4 mg/mL）、芘（ρ＝0.1 mg/mL）、单质硫（ρ＝0.5 mg/mL），参照标准溶液证书要求保存。

5.4.11　硅藻土。

在 450 ℃下烘烤 4 h，置于干燥器中冷却至室温，转移至玻璃瓶中密封保存。

5.4.12　石英砂。

在 450 ℃下烘烤 4 h，置于干燥器中冷却至室温，转移至玻璃瓶中密封保存。

5.4.13　固相萃取柱：6 mL，填料为石墨化炭黑（500 mg）串接氨丙基键合硅胶（500 mg）。

市售，按产品说明书要求保存。

5.4.14　氮气：载气，纯度≥99.999%。

5.4.15　氢气：燃烧气，纯度≥99.99%。

5.4.16　空气：助燃气，经净化管除水、除烃及除硫。

5.5　仪器设备

5.5.1　采样设备：不锈钢采样铲、采土器或木质采样铲等。材质应符合 GB 17378.3、HJ/T 91、HJ/T 166、HJ 442.4 及 HJ 494 要求，并对目标化合物无吸附作用

5.5.2　样品瓶：500 mL，广口棕色磨口玻璃瓶，可密封。

5.5.3　气相色谱仪：具分流/不分流进样口，可程序升温，具有火焰光度检测器（FPD）或氮磷检测器（NPD）。

5.5.4　色谱柱 I：分析色谱柱，30 m（柱长）×0.25 mm（内径）×0.25 m（膜厚），固定相为 14%氰丙基苯基-86%甲基聚硅氧烷，或其他等效的色谱柱。

5.5.5　色谱柱 II：辅助定性色谱柱，30 m（柱长）×0.25 mm（内径）×0.25 m（膜厚），

固定相为 5%苯基-95%甲基聚硅氧烷，或其他等效的色谱柱。

5.5.6　冷冻干燥仪。冷凝器温度≤−50 ℃，真空度（空载）≤13 Pa。其余参数可参考上海市环境科学学会发布的团体标准《土壤和沉积物　冻干法制样技术规范》（T/SSESB 3-2022）[84]。

5.5.7　提取装置：索氏提取器、加压流体萃取装置（性能应满足《土壤和沉积物　有机物的提取　加压流体萃取法》（HJ 783-2016）[81]基本要求），或其他性能相当的提取装置。

5.5.8　浓缩装置：旋转蒸发仪、氮吹浓缩仪或其他性能相当的浓缩装置。

5.5.9　凝胶渗透色谱仪：配有紫外检测器（波长 254 nm）及凝胶柱，凝胶柱填料为多孔聚苯乙烯二乙烯基苯生物活性微球体。

5.5.10　固相萃取装置：手动或自动，流速可调节。

5.5.11　样品筛：不锈钢材质，孔径为 250 m（60 目）。

5.5.12　一般实验室常用仪器和设备。

5.6　样品

5.6.1　样品采集与保存

《土壤和沉积物　有机磷类和拟除虫菊酯类等 47 种农药的测定　气相色谱-质谱法》（HJ 1023-2019）[18]中规定“样品应于洁净的棕色玻璃瓶中保存。运输过程中应冷藏、避光、密封。如不能及时分析，4 ℃以下避光、冷藏，保存时间不超过 7 d；−18 ℃以下避光冷冻保存，有机磷类农药保存时间不超过 7 d”。由于本标准与 HJ 1023-2019 大部分目标化合物重合（见表 2-4），因此该部分目标化合物的采集及保存方式参考 HJ 1023-2019 相关要求进行。

此外，EPA 8141B-2007[25]规定了样品采集后应在 7 d 内提取，提取液 4 ℃以下可冷藏保存 40 d。《土壤质量　土壤样品长期和短期保存指南》（GB/T 32722-2016）[85]附录 A 规定潮湿土壤中的有机磷农药在 4 ℃可保存 1 w（星期）。浙江省地方标准《渔业环境中有机磷农药多组分残留量测定　气相色谱-串联质谱法》（DB33/T 2410-2021）[21]规定了渔业环境水体及底泥中甲胺磷、地虫硫磷、杀螟硫磷、水胺硫磷、丙溴磷、三唑磷等 29 种有机磷农药多组分残留量的测定，并规定底泥样品采集后剔除砾石和杂物，混合均匀，于棕色玻璃瓶中 4 ℃冷藏保存，保存时间 7 d。《固体废物　有机磷农药的测定　气相色谱法》（HJ 768-2018）[23]规定了固体废物及其浸出液中包括异稻瘟净及稻丰散在内的 12 种有机磷农药的测定，并规定“样品采集后，必须密封储存于预先洗净烘干的棕色玻璃瓶中，尽快分析。若不能立即分析，应在 4 ℃以下冷藏避光保存，保存期限不超过 7 d。样品提取液避光冷藏保存，保存期限不超过 40 d”。以上两个标准对固体样品中有机磷农药的样品采集和保存要求作出了补充。另外，《水质　28 种有机磷农药的测定　气相色谱-质谱法》（HJ 1189-2021）[19]规定萃取液可在冷冻条件下保存 30 d。

对于 HJ 1023-2019 标准范围之外的目标化合物，标准编制组对加标质量分数为 0.5 mg/kg 的不含目标化合物的实际样品进行保存时间试验，保存条件为 4 ℃冷藏避光密封，每天进行试样制备及仪器分析测定，其结果见表 5-2。结果表明，保存期 7 d 内样品中有机

磷的加标回收率仍大于 70%。

表 5-2　0.5 mg/kg 样品保存时间试验

序号	目标化合物	加标回收率（%）						
		1 d	2 d	3 d	4 d	5 d	6 d	7 d
1	甲胺磷	101±3.4	95.6±1.7	88.5±0.4	87.9±1.6	72.1±0.7	75.3±1.9	75.3±4.4
2	地虫硫磷	93.9±3.7	90.5±1.0	91.7±3.8	88.6±0.3	88.6±1.0	85.7±3.1	83.0±6.9
3	异稻瘟净	106±4.3	99.7±0.8	96.6±3.2	96.1±2.0	93.6±0.2	93.9±2.1	93.2±5.4
4	除线磷	99.3±3.9	94.5±1.5	94.6±3.7	92.7±0.3	92.1±0.6	89.7±2.8	88.2±6.3
5	久效磷	104±3.4	97.5±2.4	89.9±0.1	91.1±0.3	80.2±0.9	84.6±5.1	83.5±5.4
6	甲基立枯磷	101±4.3	95.7±0.5	96.0±3.7	94.1±0.4	93.5±0.9	91.4±3.0	89.8±6.4
7	溴硫磷	101±4.9	94.2±1.6	95.2±3.7	94.8±0.4	91.8±2.2	91.7±2.5	88.3±8.4
8	杀螟硫磷	103±5.0	96.0±0.1	95.4±3.7	93.5±2.1	86.1±5.7	91.2±2.3	89.7±7.4
9	水胺硫磷	109±4.6	104±1.0	99.7±2.8	100±1.0	93.9±0.9	96.1±2.7	94.7±6.1
10	稻丰散	104±4.3	99.7±2.0	97.3±2.5	95.4±0.1	93.9±0.5	92.4±3.0	92.2±4.8
11	脱叶磷	107±4.9	101±1.6	98.3±3.7	98.6±0.4	96.4±0.6	96.1±2.9	96.7±5.0
12	丙溴磷	108±5.1	102±1.3	99.4±3.1	99.2±0.1	95.1±0.6	95.1±4.2	94.5±6.0
13	三唑磷	112±6.8	104±0.7	98.4±3.1	102±1.8	93.8±0.6	100±2.3	96.6±5.8

此外，标准编制组对样品提取液进行加标（浓度为 1.00 μg/mL）进行保存时间试验，保存条件为 4 ℃冷藏避光密封，其结果见表 5-3。结果表明，提取液在保存期 40 d 内有机磷的加标回收率仍大于 85%。

表 5-3　提取液保存时间试验

序号	目标化合物	加标回收率（%）					
		0 d	7 d	14 d	21 d	30 d	40d
1	敌敌畏	91.5±1.8	95.1±1.3	96.4±1.8	96.9±0.9	96.6±2.0	99.0±1.7
2	甲胺磷	97.0±2.1	107±2.0	112±3.5	107±1.9	109±4.6	109±5.2
3	速灭磷	94.0±2.1	96.1±1.5	97.7±1.9	97.9±1.1	99.0±1.9	100±1.6
4	内吸磷	93.6±0.9	92.8±1.5	93.5±1.7	94.6±0.8	94.8±1.2	95.2±1.1
5	虫线磷	92.6±0.8	92.7±1.2	93.7±2.0	94.6±1.1	94.8±1.0	95.2±1.0
6	灭克磷	92.0±0.9	92.2±1.4	92.4±1.6	93.7±0.9	92.8±1.1	93.4±1.0
7	甲拌磷	93.3±1.0	92.7±1.4	93.2±1.7	94.7±1.1	94.6±1.1	95.3±1.1
8	治螟磷	90.2±0.7	91.3±1.3	91.4±1.6	92.1±1.0	92.1±1.1	91.6±1.0
9	二嗪农	93.7±0.6	92.6±1.3	92.7±1.5	94.5±1.4	94.7±1.0	94.8±0.6
10	地虫硫磷	93.8±0.9	92.3±1.1	92.9±1.7	94.7±1.4	94.9±0.7	94.8±0.8
11	乙拌磷	90.9±0.5	91.7±1.1	92.2±1.9	92.6±1.0	92.4±1.1	91.9±0.9
12	异稻瘟净	95.1±1.1	93.4±1.2	94.3±1.7	95.3±1.0	96.4±1.5	96.6±1.2
13	除线磷	93.5±0.7	91.0±1.4	92.8±1.3	93.9±0.9	94.2±1.2	95.0±1.2
14	久效磷	103±5.4	113±1.6	117±4.1	111±2.9	121±6.5	124±6.4
15	乐果	98.3±2.2	102±1.7	101±2.5	101±2.0	107±2.5	106±2.3

16	皮蝇磷	95.2±1.0	94.7±1.1	94.9±1.8	95.9±1.5	97.5±1.5	97.7±1.5
17	甲基立枯磷	94.2±0.4	92.5±0.9	93.5±1.4	94.6±1.1	95.4±1.5	95.3±1.0
18	毒死蜱	93.0±0.8	92.3±1.2	94.2±1.6	94.9±0.9	95.7±1.3	95.4±0.9
19	甲基对硫磷	95.2±2.1	91.5±0.8	92.1±2.5	92.3±1.2	97.5±2.0	96.8±2.0
20	倍硫磷	93.7±0.9	92.9±0.9	93.7±1.7	94.2±0.9	95.3±1.1	95.1±1.1
21	马拉硫磷	94.1±1.5	98.9±1.2	98.1±2.3	98.2±1.2	100±2.1	99.2±1.6
22	溴硫磷	96.0±2.1	95.6±0.8	96.1±2.1	95.4±0.8	98.0±1.4	98.7±1.3
23	杀螟硫磷	93.2±2.5	92.8±2.4	91.2±2.4	90.7±1.0	96.5±1.9	96.9±1.2
24	对硫磷	93.3±0.8	89.2±1.1	90.1±1.8	91.3±0.7	92.2±1.1	92.3±1.5
25	育畜磷	96.2±3.8	95.5±1.2	96.6±3.4	96.8±1.6	98.3±3.2	101±2.1
26	水胺硫磷	99.5±1.3	113±1.1	109±1.9	110±1.8	101±2.2	98.0±1.8
27	稻丰散	91.6±1.8	93.2±0.8	93.9±2.2	95.7±1.3	94.6±2.0	93.9±1.8
28	甲拌磷砜	96.1±1.5	96.1±0.9	97.2±2.1	97.7±1.5	99.6±1.9	100±1.6
29	丙硫磷	94.5±1.4	92.3±0.7	93.3±1.9	94.5±0.9	94.8±1.2	94.2±1.0
30	脱叶磷	94.5±1.1	92.9±0.8	93.5±2.1	94.7±0.8	94.9±1.3	94.2±1.4
31	杀虫畏	96.0±3.1	102±0.3	105±3.8	104±3.9	108±5.1	106±4.0
32	丙溴磷	95.7±2.7	99.8±0.7	100±2.7	100±1.8	102±3.0	102±2.4
33	地胺磷	104±6.3	98.3±0.8	102±2.5	103±1.2	106±2.9	110±2.7
34	三硫磷	102±4.7	94.1±0.7	95.4±1.6	97.1±1.0	99.5±1.3	102±1.6
35	三唑磷	110±7.9	101±0.5	104±2.6	104±1.2	111±3.2	114±3.5

综上所述，本标准对样品采集和保存作出如下规定：

按照《土壤环境监测技术规范》（HJ/T 166-2004）[74]的相关要求进行土壤样品的采集和保存，按照《水质　采样技术指导》（HJ 494-2009）[75]以及《地表水和污水监测技术规范》（HJ/T 91-2002）[76]的相关要求进行河流、湖泊沉积物样品等水系沉积物样品的采集和保存，按照《海洋监测规范　第 3 部分：样品采集、贮存与运输》（GB 17378.3-2007）[77]以及《近岸海域环境监测技术规范　第四部分　近岸海域沉积物监测》（HJ 442.4-2020）[78]的相关要求进行海洋沉积物样品的采集和保存。样品应于洁净的棕色玻璃瓶中保存。运输过程中应避光、密封、冷藏。

如暂不能分析，样品应在 4 ℃下冷藏避光密封保存，7 d 内完成萃取。萃取液在 4 ℃下冷藏避光保存并于 40 d 内完成分析。

5.6.2　样品的制备

土壤或沉积物样品中的水分影响有机溶剂与目标化合物的充分接触，进而影响萃取效率。同时，萃取液中的过多水分还影响萃取液的浓缩，因此在提取前必须对样品进行脱水。目前土壤和沉积物样品脱水方法有自然风干法、冷冻干燥法以及干燥剂法。

风干法是在通风良好的室内，在没有阳光直射的条件下常温自然干燥的制样技术。风干后的样品可以长期保存。虽然风干法简单易操作，但是制样技术受气候环境影响大，风干时间长且不可控，水分含量不稳定。此外对于温度敏感、易挥发的目标化合物，应避免使用该方法。文献表明[86]，土壤中有机磷农药会在物理、化学、生物等自然因素的影响下发生光

解、水解、微生物降解等过程。为了验证自然风干法对有机磷农药测定的影响，标准编制组称取约 10 g（精确到 0.01 g）清洁样品进行加标实验，有机磷农药加标量为 1.00 mg/kg，分别自然风干 3 d 及 5 d（依据标准编制组制样经验，由于土壤和沉积物样品水分含量的不同，样品自然风干时间在 3~15 d 不等），并经提取、浓缩定容至 5.00 mL，试样用气相色谱仪分析。结果表明（表 5-4），部分物质，例如敌敌畏、甲胺磷、灭克磷、乙拌磷等，受自然风干法影响非常大，3 d 内回收率降低到 50%以下。因此本标准不推荐采用自然风干法。

表 5-4　自然风干法对目标化合物回收率的影响

序号	目标化合物	加标回收率（%）		
		0 d	3d	5d
1	敌敌畏	96.7±3.7	26.4±6.3	17.0±10.2
2	甲胺磷	114±2.7	58.2±5.5	43.1±31.2
3	速灭磷	99.7±2.0	71.1±0.7	61.5±12.0
4	内吸磷	97.1±2.0	81.6±1.7	81.8±1.6
5	虫线磷	97.0±2.1	89.8±0.6	90.1±2.6
6	灭克磷	95.4±3.1	49.0±6.1	30.0±1.3
7	甲拌磷	97.7±2.3	76.5±1.7	68.6±0.8
8	治螟磷	94.4±5.4	67.1±4.2	50.5±4.3
9	二嗪农	98.2±2.1	93.2±0.6	89.5±1.6
10	地虫硫磷	97.4±2.0	76.6±2.7	71.7±1.6
11	乙拌磷	94.3±4.8	49.8±6.3	27.7±2.5
12	异稻瘟净	97.9±1.9	96.8±0.4	90.8±4.0
13	除线磷	98.4±2.3	86.8±1.4	85.5±1.0
14	久效磷	113±4.0	66.8±2.0	47.1±40.4
15	乐果	101±1.4	90.5±0.8	75.2±14.0
16	皮蝇磷	98.4±2.1	84.0±1.5	79.8±2.9
17	甲基立枯磷	98.8±2.4	89.2±1.6	86.3±2.4
18	毒死蜱	99.6±2.2	93.3±0.8	89.9±3.0
19	甲基对硫磷	98.2±2.4	91.8±0.6	85.3±5.9
20	倍硫磷	97.8±2.7	90.1±1.9	79.9±3.1
21	马拉硫磷	103±1.9	93.7±0.7	84.4±11.6
22	溴硫磷	99.2±2.9	91.7±0.8	85.1±4.0
23	杀螟硫磷	99.5±4.2	96.1±0.5	85.7±4.9
24	对硫磷	99.3±2.1	97.7±0.6	93.0±3.2
25	育畜磷	110±3.0	76.7±1.6	66.8±35.7
26	水胺硫磷	107±1.4	92.3±2.0	80.4±12.6
27	稻丰散	99.2±1.8	96.5±0.7	89.2±4.9
28	甲拌磷砜	100±1.3	95.2±0.3	85.9±9.7
29	丙硫磷	99.4±1.8	97.7±0.6	93.4±2.9
30	脱叶磷	99.3±1.7	98.5±0.6	92.3±4.1
31	杀虫畏	117±3.0	67.2±3.1	53.8±49.7

序号	目标化合物	加标回收率（%）		
		0 d	3d	5d
32	丙溴磷	108±2.6	79.3±1.7	67.4±31.3
33	地胺磷	97.5±1.5	92.7±0.8	77.2±12.8
34	三硫磷	98.8±1.5	99.6±0.1	92.8±3.9
35	三唑磷	100±1.2	97.3±0.8	86.7±14.5

冷冻干燥法是利用水的升华原理，将湿样在较低的温度下冻结成固态，然后在低温和真空条件下使样品中的水分不经液态直接升华成气态，最终使样品脱水的干燥技术。由于冻干法制样温度低、脱水较完全等因素，其应用比较广泛。适用于绝大部分半挥发、难挥发的有机物监测分析。

干燥剂法是一种化学干燥技术，是在新鲜的湿样中直接添加一定量的无水硫酸钠（或硅藻土）干燥剂，在常温条件下无水硫酸钠吸收样品中的水分进而将样品干燥的技术。这种方法需要将湿样和干燥剂一起搅拌匀化，直到混合物呈散粒装，从而最大程度吸收样品中的水分，使样品变得干燥。该方法属于手工操作，工作效率相对较低、质量不稳定（易产生除水不完全的问题），而除水不完全会影响萃取效率，有导致测定结果偏低的风险，影响数据准确性。

另外，经生态环境部组织开展的两次全国性农用土壤调查及工业用地土壤调查实践发现，由于土壤及沉积物取样具有多点混合的特点，样品中目标化合物的均匀程度较差，即使按照 HJ/T 166-2004 等标准要求经过现场混匀并分样处理，样品的均匀性依然很难得到保证。另外，样品回实验室后直接采用湿样混合再取少量的土壤或者沉积物采用干燥剂法进行干燥匀化处理，同样达不到有效混合样品的效果，导致后期检测结果偏差明显。

在此情况下，本方法首先推荐采用冷冻干燥法对全部样品进行冻干处理，磨碎、匀化并筛分，再取少量的样品进行样品前处理，将更好地保证样品的均匀性，提高分析的精密度。干燥剂法可以作为冷冻干燥法的补充，用于应急监测等特殊情况下使用。综上所述，本标准对样品的制备作出如下规定：

除去样品中的异物（枝棒、叶片、石子等），将样品充分混匀。将样品放入冷冻干燥仪中脱水干燥。干燥后的样品经研磨、过样品筛，分取后密封保存于棕色玻璃瓶中。样品过筛时应避光，同时防止样品间的交叉污染。在应急处理等特殊情况，可将充分混匀的样品采用干燥剂法脱水干燥。具体操作流程为：将样品放入玻璃皿中搅拌，充分混合后，称取约 10 g（精确到 0.01 g）混匀后的样品，加入适量无水硫酸钠，均化成流沙状，全部用于试样的制备。

5.6.3 水分的测定

土壤干物质测定按照 HJ 613[79]执行，沉积物含水率测定按照 GB 17378.5[80]执行。

5.6.4 试样的制备

5.6.4.1 提取

土壤和沉积物中有机物的提取方法在样品的预处理中非常关键，现有固体样品中有机物的提取方法主要有：（1）索氏提取（Soxhlet Extraction）：索氏提取法是最经典的提取方法。对固体样品来说，该法的回收率较高，但是操作繁琐、耗时长（一般需要连续提取 8～48h），而且需要消耗大量有机溶剂。（2）超声提取法（Ultrasonic Extraction，UE）：超声提取法是一种较为简单、快速的固体样品前处理技术，它利用超声波产生的强烈的振动、高加速度、空化现象等效应加速目标物进入萃取溶剂从而缩短萃取时间并节省有机溶剂。超声提取的提取效率较传统的索氏提取低，导致提取效率偏低的原因之一是在进行超声萃取时，容易出现超声死区，原因之二是超声提取仅适用于提取样品表面吸附的目标化合物，难以真实反映样品中目标化合物含量。（3）超临界流体萃取（Supercritical Fluid Extraction，SFE）：超临界流体萃取是一种清洁的样品前处理技术，它是利用超临界流体良好的溶解能力和高扩散性来实现对实际样品中目标化合物的萃取分离，现已在空气、沉积物、土壤、植物油等各种介质的有机污染物分析中得到了很好的应用。然而，超临界流体萃取也存在缺点，如需要专门的而且较为复杂的装置，而且在高压下操作有一定的危险性，加之成本较高，其实际应用受到限制。（4）微波辅助萃取（Microwave Assisted Extraction，MAE）：微波辅助萃取时通过微波能加热萃取溶剂，从而加速目标化合物与样品基体分离，特别适合快速处理大量样品，由于具有高效、节能、环境友好等优点，微波辅助萃取技术已被应用于多种固体样品中有机物的分析测定。MAE 高于索氏提取法而低于 SFE。但是在进行微波辅助萃取时，样品温度往往会急剧升高，因此萃取完毕后需要较长的冷却时间，而且样品中可能含有的杂质如含铁、含碳物质容易形成局部热点而带来安全隐患。（5）加速溶剂萃取（Accelerated Solvent Extraction，ASE）：又名加压流体萃取，是一种新兴、快速、全自动的固体样品的预处理方法，主要通过施加高压来增强溶剂的溶解性能和加速分析物的分离热力学过程。该法是在较高的温度（50～200℃）和压力（7～21Mpa）下用溶剂萃取固体或半固体样品的预处理方法。在高温高压下，溶剂的溶解能力增强，大大缩短了提取时间（一次萃取一般仅需 15min）。该法还同时具有有机溶剂用量少、萃取效率高、选择性好、自动化程度高的优点。加压流体萃取目前已广泛应用于土壤和沉积物中的有机物的提取，如《土壤和沉积物　有机物的提取　加压流体萃取法》（HJ 783-2016）[81]规定了采用加压流体萃取法提取土壤和沉积物中部分半挥发性和不挥发有机物的提取方法。（6）热分解法：一般将热分解装置和 GC-MS 连用，直接得到分析结果。在固体废物有机磷农药的提取分析中，热解过程时间短、不需要溶剂、不需要纯化过程（被污染的可能性小），需要的样品少，适合于低分子量、低沸点的有机磷农药分析。但热解过程中难免有其他干扰化合物存在，一起进入 GC 柱中，使柱子寿命变短。样品量少容易使代表性减弱，因此在土壤样品处理时需要注意。

目前，包括有机磷农药在内的有机污染物的样品前处理基础已经成为科学工作者们关注的难点和热点之一，它仍是分析复杂样品的瓶颈，制约着分析科学的发展，而且往往是测定误差的主要来源。近年来，有关有机磷农药的样品前处理技术得到了长足的进展，发展高通量、高选择性和高效率的样品前处理技术，特别是在线样品前处理技术已成为此研究领域的一个重要的发展方向。

考虑到全国范围的通用性，本标准主要参考《土壤和沉积物　有机磷类和拟除虫菊酯类等 47 种农药的测定　气相色谱-质谱法》（HJ 1023-2019）[18]的规定，采集的样品可选择丙

酮-正己烷溶液作为萃取溶剂，通过索氏提取或加压流体萃取等任意一种方式进行提取，也可以用其他通过实验室验证的方式（超临界流体萃取或微波辅助萃取等）进行提取。

称取约 10 g（精确到 0.01 g）脱水后的土壤或沉积物样品，加入适量无水硫酸钠混匀干燥后，放入索氏提取器的提取杯中，用约 200 mL 丙酮-正己烷溶液提取 8 h 以上，回流速度控制在 4 次/h～6 次/h，待冷却后，将提取液浓缩至 1 mL 以下，加入 10 mL 丙酮继续浓缩并净化处理后，用丙酮定容至 5.00 mL 后用气相色谱分析。经验证，样品加标回收率在 64.7%～106%之间（见表 5-5），满足 HJ 1023-2019 中基体加标回收率应在 55%～140%的要求。

表 5-5　索氏提取加标回收率

序号	目标化合物	加标回收率（%）		
		低浓度（0.25 mg/kg）	中浓度（1.00 mg/kg）	高浓度（5.00 mg/kg）
1	敌敌畏	74.3±0.4	67.5±1.6	70.4±5.3
2	甲胺磷	75.3±11.8	81.2±1.4	77.6±2.8
3	速灭磷	74.6±17.2	83.5±4.7	84.7±3.9
4	内吸磷	64.7±7.5	67.1±8.6	77.8±1.6
5	虫线磷	83.0±7.6	83.4±1.1	86.7±3.0
6	灭克磷	80.8±6.8	79.5±1.2	82.8±3.5
7	甲拌磷	75.4±7.8	76.9±3.1	82.5±3.5
8	治螟磷	79.1±8.3	82.1±1.5	86.3±3.4
9	二嗪农	84.6±7.7	85.0±0.7	89.0±2.4
10	地虫硫磷	79.9±8.2	81.2±1.5	86.4±3.2
11	乙拌磷	67.6±7.2	68.8±8.1	79.5±1.7
12	异稻瘟净	83.1±10.6	84.9±3.6	87.0±1.7
13	除线磷	83.7±6.6	84.9±1.0	88.7±2.5
14	久效磷	97.7±12.3	106±4.9	90.9±0.1
15	乐果	83.6±8.2	85.9±0.7	88.6±1.6
16	皮蝇磷	83.9±7.5	86.9±0.9	91.2±3.0
17	甲基立枯磷	83.8±7.2	85.3±0.5	89.1±2.6
18	毒死蜱	86.2±7.9	88.9±0.9	92.0±1.9
19	甲基对硫磷	75.5±6.6	77.3±1.8	83.7±1.7
20	倍硫磷	76.3±7.8	78.7±3.8	83.6±1.2
21	马拉硫磷	85.1±9.2	91.9±0.8	90.2±2.1
22	溴硫磷	82.1±7.8	87.9±1.0	88.4±2.6
23	杀螟硫磷	78.3±7.1	82.7±1.2	87.4±2.1
24	对硫磷	77.8±6.8	78.2±1.3	83.0±0.7
25	育畜磷	86.4±8.2	90.8±0.7	93.0±1.9
26	水胺硫磷	74.7±10.4	78.3±3.3	88.2±5.5
27	稻丰散	83.2±8.4	84.5±0.8	79.3±9.8
28	甲拌磷砜	85.1±7.8	86.7±0.6	87.9±2.1
29	丙硫磷	84.7±7.8	87.0±0.6	90.7±2.0

序号	目标化合物	加标回收率（%）		
		低浓度（0.25 mg/kg）	中浓度（1.00 mg/kg）	高浓度（5.00 mg/kg）
30	脱叶磷	82.8±8.5	84.0±0.3	85.6±2.6
31	杀虫畏	76.6±15.7	89.0±7.8	89.9±0.1
32	丙溴磷	77.9±12.0	86.6±2.6	89.5±1.4
33	地胺磷	77.1±8.4	80.4±2.0	82.4±0.1
34	三硫磷	79.6±7.9	81.0±2.0	85.9±1.3
35	三唑磷	91.5±9.7	93.0±0.4	92.2±0.9

在小烧杯中称取约 10 g（精确到 0.01 g）脱水后的样品，并加入适量无水硫酸钠或硅藻土混匀后，将样品转移至萃取池中，采用加压流体萃取装置提取。参考 HJ 783[81]设置萃取条件：压力 10.3 MPa，温度 100 ℃，提取溶剂丙酮-正己烷溶液，100%充满萃取池模式，高温高压静态萃取 5 min，循环 3 次。待冷却后，将提取液浓缩至 1 mL 以下，加入 10 mL 丙酮继续浓缩并净化处理后，用丙酮定容至 5.00 mL 后用气相色谱分析。经验证，加压流体萃取作为前处理萃取方法，样品加标回收率在 89.1%～139%之间（见表 5-6），满足 HJ 1023-2019 中基体加标回收率应在 55%～140%的要求。（加压流体萃取的条件参照了《土壤和沉积物　有机物的提取　加压流体萃取法》（HJ 783-2016）[81]、以及《土壤和沉积物　有机磷类和拟除虫菊酯类等 47 种农药的测定　气相色谱-质谱法》（HJ 1023-2019）[18]）。

表 5-6　加压流体萃取加标回收率

序号	目标化合物	加标回收率（%）		
		低浓度（0.25 mg/kg）	中浓度（1.00 mg/kg）	高浓度（5.00 mg/kg）
1	敌敌畏	92.7±7.1	91.7±2.8	89.1±0.9
2	甲胺磷	106±7.2	101±6.2	98.2±1.4
3	速灭磷	106±2.5	106±3.3	103±1.4
4	内吸磷	104±2.1	101±4.1	101±1.7
5	虫线磷	105±3.3	102±3.0	101±1.5
6	灭克磷	104±1.0	97.2±2.6	101±1.6
7	甲拌磷	102±1.1	94.8±2.9	101±1.9
8	治螟磷	103±0.4	99.8±3.1	102±1.4
9	二嗪农	106±1.1	104±3.3	104±1.5
10	地虫硫磷	105±1.3	99.9±2.9	105±1.7
11	乙拌磷	105±1.8	97.0±3.5	105±2.0
12	异稻瘟净	111±3.2	108±3.6	105±1.8
13	除线磷	105±0.4	104±3.4	104±1.5
14	久效磷	139±7.1	123±4.2	111±1.6
15	乐果	113±0.2	105±3.1	98.0±1.8
16	皮蝇磷	107±0.7	111±4.4	131±2.0
17	甲基立枯磷	106±0.5	103±3.4	104±1.5
18	毒死蜱	106±0.8	108±3.7	106±1.6
19	甲基对硫磷	101±5.7	100±4.0	102±2.4

序号	目标化合物	加标回收率（%）		
		低浓度（0.25 mg/kg）	中浓度（1.00 mg/kg）	高浓度（5.00 mg/kg）
20	倍硫磷	106±0.6	102±3.5	106±1.9
21	马拉硫磷	107±0.8	97.4±3.0	109±1.8
22	溴硫磷	105±3.4	94.2±2.9	106±1.8
23	杀螟硫磷	102±3.9	95.6±3.3	105±2.0
24	对硫磷	98.4±4.4	99.6±4.1	101±2.4
25	育畜磷	108±0.5	113±4.1	109±1.6
26	水胺硫磷	109±1.7	105±3.8	103±1.4
27	稻丰散	113±4.5	100±3.0	104±1.6
28	甲拌磷砜	110±0.8	101±2.9	105±5.0
29	丙硫磷	107±1.6	108±4.0	114±12.9
30	脱叶磷	109±1.3	99.1±2.6	108±1.8
31	杀虫畏	109±0.3	116±4.3	108±1.5
32	丙溴磷	106±1.9	109±3.8	107±1.7
33	地胺磷	108±1.0	108±3.7	108±1.9
34	三硫磷	109±1.9	102±3.3	108±2.0
35	三唑磷	114±1.3	111±3.4	107±1.4

硅藻土作为土壤及沉积物加压流体萃取时常用的分散剂，其主要作用是为了增加样品的孔隙度，促进萃取剂与目标化合物的有效接触，提高萃取效率。然而，研究发现硅藻土可能对部分特定有机磷农药产生吸附等不利影响。为了确认该影响，标准编制组称取若干约 10 g（精确到 0.01 g）脱水后的清洁样品，分别加入适量无水硫酸钠或硅藻土混匀后，将样品转移至萃取池中，采用加压流体萃取装置提取，将提取液定容后用气相色谱仪分析。回收率统计结果表明（表 5-7），硅藻土对敌敌畏及甲胺磷影响显著。作为替代方案，无水硫酸钠可作为分散剂，其优势在于能有效吸附样品中的水分，降低水分的干扰。但若样品本身含水量较高，加入无水硫酸钠后易形成硬块或结块，反而可能堵塞加压流体萃取装置流路，导致设备故障。因此，标准编制组建议分析单位按以下原则选择加压流体萃取分散剂：若目标化合物中不包含敌敌畏、甲胺磷等受硅藻土影响的有机磷农药，应优先选用硅藻土作为分散剂；若目标化合物中包含敌敌畏、甲胺磷等易受硅藻土影响的有机磷农药，则宜选用无水硫酸钠作为分散剂，但需严格控制样品水分或采取预干燥措施，避免结块导致设备故障。

表 5-7　硅藻土对有机磷农药的影响

序号	目标化合物	加标回收率（%）	
		无水硫酸钠	硅藻土
1	敌敌畏	88.3±4.4	12.2±88.6
2	甲胺磷	81.2±17.1	4.2±173
3	速灭磷	93.9±2.1	60.1±8.8
4	内吸磷	93.1±5.1	103±6.0
5	虫线磷	93.7±5.6	102±5.5

序号	目标化合物	加标回收率（%）	
		无水硫酸钠	硅藻土
6	灭克磷	91.3±4.5	101±4.7
7	甲拌磷	93.5±5.1	103±4.7
8	治螟磷	94.0±4.9	103±5.0
9	二嗪农	94.7±5.7	104±5.2
10	地虫硫磷	92.4±4.0	104±5.3
11	乙拌磷	92.1±4.2	102±4.7
12	异稻瘟净	95.1±4.2	104±3.6
13	除线磷	94.0±4.6	105±4.9
14	久效磷	105±16.6	73.3±16.0
15	乐果	95.4±1.2	102±1.1
16	皮蝇磷	94.4±3.4	104±3.3
17	甲基立枯磷	94.7±4.1	105±4.7
18	毒死蜱	95.9±4.1	105±3.9
19	甲基对硫磷	93.3±1.5	102±1.6
20	倍硫磷	94.2±3.6	105±4.1
21	马拉硫磷	98.4±1.6	106±1.9
22	溴硫磷	94.5±2.6	105±2.7
23	杀螟硫磷	92.1±2.8	103±3.4
24	对硫磷	94.8±3.8	105±4.1
25	育畜磷	106±1.7	77.3±9.2
26	水胺硫磷	104±1.1	107±1.5
27	稻丰散	93.7±2.8	103±1.9
28	甲拌磷砜	96.5±1.2	105±1.4
29	丙硫磷	95.5±4.4	106±4.5
30	脱叶磷	94.9±4.5	104±3.8
31	杀虫畏	113±8.9	91.7±8.8
32	丙溴磷	104±2.6	79.6±8.5
33	地胺磷	101±1.0	105±0.4
34	三硫磷	95.1±2.3	108±4.1
35	三唑磷	102±2.4	108±0.4

由此，标准编制组建议采集的样品可选择索氏提取或加压流体萃取等任意一种方式进行提取。也可以用其他通过实验室验证的方式（超临界流体萃取或微波辅助萃取）进行提取，但需要满足本方法的质量控制要求。

5.6.4.2 净化

土壤或沉积物样品由于含有大量的腐殖质、硫等物质，如不进行样品净化，有可能干扰微量有机磷农药的测定以及影响气相色谱寿命，因此需要选择不同的净化方式以去除干扰物。

硅酸镁柱净化：查阅了美国环保署 EPA 3620C-2014: Florisil cleanup[82]（关于硅酸镁柱的净化方法），该方法显示，硅酸镁小柱对很多种有机磷农药回收率非常低，如蝇毒磷和敌敌畏在硅酸镁小柱上回收率极低，灭克磷、脱叶亚磷、甲拌磷和治螟磷在硅酸镁小柱上回收率变化范围太大。因此，标准编制组认为硅酸镁小柱不适合有机磷农药的净化。

固相萃取（SPE）柱净化：将提取液继续浓缩至 1.0 mL 用于 SPE 净化。现有商品化的 SPE 柱已经普及，使用快速方便。《土壤和沉积物　有机磷类和拟除虫菊酯类等 47 种农药的测定　气相色谱-质谱法》（HJ 1023-2019）[18]使用石墨化炭黑串接氨丙基键合硅胶固相萃取柱（CN 柱）净化，并用乙腈-甲苯溶液作为洗脱液。《水质　28 种有机磷农药的测定　气相色谱-质谱法》（HJ 1189-2021）[19]采用石墨化炭黑固相萃取柱（C 柱）净化，并用正己烷-丙酮溶液作为洗脱液。收集洗脱液并经浓缩定容后，待仪器分析。

标准编制组用加压流体法萃取 10 g 土壤样品（经检测目标化合物均低于检出限），在提取液中加入 5.0 μg（相当于样品质量分数 0.5 mg/kg）目标化合物，采用不同的 SPE 小柱及不同的洗脱剂进行净化，洗脱液浓缩定容到 5.00 mL，净化过程加标回收率统计结果见表 5-8。结果表明，当采用丙酮-正己烷溶液洗脱时，C 柱净化回收率中内吸磷和乙拌磷偏低，而 CN 柱则能相应提高回收率。若采用乙腈-甲苯溶液作为洗脱剂，35 种有机磷在两种 SPE 小柱的回收率均在 80%以上。因此，本标准将继续沿用《土壤和沉积物　有机磷类和拟除虫菊酯类等 47 种农药的测定　气相色谱-质谱法》（HJ 1023-2019）推荐使用的 CN 柱净化，并用乙腈-甲苯溶液洗脱。

凝胶色谱（GPC）净化：GPC 主要用于清除样品中大分子干扰物和部分硫的干扰，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前的流动相片段，大部分的大分子干扰物及部分硫能够得到有效去除。目前，GPC 被广泛应用于样品净化。环境介质样品的净化基本上是选择二氯甲烷为流动相。本标准直接参照了《土壤和沉积物　有机磷类和拟除虫菊酯类等 47 种农药的测定　气相色谱-质谱法》（HJ 1023-2019）[18]及 EPA 3640A-1994: Gel-permeation cleanup[83]的净化方法，使用流动相为二氯甲烷。样品净化前将提取液用二氯甲烷进行溶剂转化后，将提取液装载于 GPC 上，按照设定程序用二氯甲烷进行淋洗。收集淋洗液浓缩定容后，使用气相色谱仪器分析。经验证，使用 GPC 净化后目标化合物回收率在 74.3%～116%之间，满足 HJ 1023-2019 中基体加标回收率应在 55%～140%的要求，具体见表 5-8。

硫的净化：使用 FPD 检测器检测有机磷农药时，大量的元素硫可能会对目标化合物测定产生一定的干扰。标准编制组通过对含硫较高的海洋沉积物样品进行基体加标验证，提取液使用 GPC 进行净化，样品中的硫对目标物的测定无影响，因此，凝胶渗透色谱片段收集淋洗液技术可以有效去除硫的干扰。尽管美国环保署 EPA 3660B：Sulfur Cleanup（关于硫净化）方法指出，使用铜粉脱硫会导致部分有机磷农药发生降解，从而影响测定结果的准确性，并推荐使用四丁基铵（TBA）-亚硫酸盐进行硫的净化。然而，鉴于铜粉脱硫法操作简便，技术门槛低，且在国内土壤及沉积物样品的硫净化方法中应用广泛，标准编制组针对其潜在影响进行了评估。具体验证实验如下：在样品提取液（经检测目标化合物均低于检出限）中加入目标化合物（提取液浓度为 1.00 μg/mL），再加入适量处理后的铜，充分振荡，并静置 12 小时以上，取上层有机相进行气相色谱分析。回收率统计结果表明（详见表 5-9），使用

铜对提取液进行硫的净化，未对目标化合物产生显著影响。

需要注意的是凝胶渗透色谱（GPC）净化方式自动化程度高，且具有一定程度的除硫能力。而 EPA 3660B 明确警示了铜粉可能导致目标化合物降解的风险。因此标准编制组建议在实际应用中慎重选择铜粉脱硫法。

综上所述，对于净化方式推荐使用凝胶渗透色谱进行自动净化；如提取液颜色较浅或者基质干扰较小时，可使用石墨化炭黑串接氨丙基键合硅胶固相萃取柱手动净化。亦可在满足本方法的质量控制要求情况下使用手工凝胶渗透色谱等其他自动或手动等效净化措施。

表 5-8　不同净化方式回收率比较（单位：%）

序号	目标化合物	C 柱	CN 柱	C 柱	CN 柱	GPC 净化
		丙酮-正己烷溶液洗脱		乙腈-甲苯溶液洗脱		二氯甲烷洗脱
1	敌敌畏	86.9±8.1	77.7±2.1	85.6±0.4	89.0±0.3	84.2±1.5
2	甲胺磷	95.2±0.6	94.4±0.4	86.1±2.0	89.0±2.4	104±2.8
3	速灭磷	87.6±1.2	86.7±0.1	90.4±1.0	91.1±1.2	97.6±2.1
4	内吸磷	37.9±4.5	116±9.3	96.5±2.2	99.7±5.0	74.3±4.0
5	虫线磷	83.6±1.4	83.2±0.1	85.1±0.9	89.1±0.6	93.2±1.7
6	灭克磷	87.3±1.4	86.7±0.2	88.5±0.7	92.3±0.5	94.6±1.7
7	甲拌磷	76.8±2.1	91.4±1.0	90.0±1.4	94.0±0.9	88.2±0.9
8	治螟磷	86.4±1.3	86.0±0.1	87.5±1.0	91.4±0.5	93.7±1.6
9	二嗪农	85.5±1.4	84.5±0.1	85.9±0.9	89.7±0.7	94.6±1.8
10	地虫硫磷	86.8±1.2	86.6±0.1	88.6±0.6	92.5±0.4	92.9±1.2
11	乙拌磷	48.9±3.4	113±8.0	99.0±2.0	104±3.5	76.1±4.8
12	异稻瘟净	83.3±1.3	83.3±0.1	84.0±1.1	88.2±0.9	99.1±1.6
13	除线磷	84.3±1.4	83.6±0.2	85.1±0.9	89.0±0.6	94.6±1.8
14	久效磷	94.4±1.0	94.9±0.5	98.4±1.9	102±1.8	116±2.8
15	乐果	86.8±0.8	86.8±0.2	88.2±1.1	91.3±0.8	100±1.4
16	皮蝇磷	84.7±1.3	84.4±0.1	85.9±1.0	89.5±0.8	90.2±1.2
17	甲基立枯磷	85.0±1.5	84.5±0.1	86.1±1.1	89.9±0.6	89.6±0.8
18	毒死蜱	84.7±1.4	84.1±0.1	85.8±0.8	89.5±0.3	94.2±1.7
19	甲基对硫磷	83.9±1.4	83.3±0.1	85.2±1.1	88.5±0.8	97.8±2.0
20	倍硫磷	76.9±2.2	91.0±1.2	89.4±0.7	93.0±0.9	90.6±1.1
21	马拉硫磷	87.2±1.1	87.7±0.4	88.1±0.5	90.9±0.3	99.3±1.7
22	溴硫磷	85.8±1.4	85.6±0.1	87.2±0.5	89.7±0.8	89.9±1.0
23	杀螟硫磷	83.2±1.3	82.6±0.1	85.5±0.9	87.5±0.7	99.1±1.6
24	对硫磷	83.4±0.1	82.9±0.1	84.7±2.2	88.3±1.1	95.3±1.7
25	育畜磷	88.4±1.6	89.0±1.7	89.3±0.2	91.3±2.8	99.0±1.8
26	水胺硫磷	85.4±1.3	87.2±1.2	87.9±0.6	90.9±1.3	103±2.0
27	稻丰散	85.3±1.5	85.6±0.5	86.8±1.0	90.1±0.9	104±2.4
28	甲拌磷砜	87.6±1.3	87.2±0.3	88.6±1.0	92.5±0.3	99.5±1.5
29	丙硫磷	86.9±1.5	86.1±0.1	88.0±0.7	91.4±0.2	95.6±1.5
30	脱叶磷	86.9±1.5	84.7±0.2	88.1±0.7	92.4±0.1	98.4±1.5

序号	目标化合物	C 柱	CN 柱	C 柱	CN 柱	GPC 净化
		丙酮-正己烷溶液洗脱		乙腈-甲苯溶液洗脱		二氯甲烷洗脱
31	杀虫畏	88.6±1.2	88.4±0.5	90.0±1.6	91.7±1.1	102±1.5
32	丙溴磷	88.1±1.4	87.1±0.1	89.3±0.8	91.9±0.4	99.2±1.6
33	地胺磷	89.1±1.8	89.2±0.5	90.3±1.1	92.5±1.1	101±2.1
34	三硫磷	87.9±0.8	88.2±0.2	90.0±0.6	93.2±0.3	98.3±1.5
35	三唑磷	95.0±0.3	85.3±0.4	88.6±0.7	91.7±0.1	112±3.2

表 5-9　铜对有机磷农药的影响

序号	目标化合物	回收率（%）	序号	目标化合物	回收率（%）
1	敌敌畏	103±1.4	19	甲基对硫磷	101±1.0
2	甲胺磷	104±0.6	20	倍硫磷	100±0.4
3	速灭磷	104±1.6	21	马拉硫磷	100±0.7
4	内吸磷	102±1.0	22	溴硫磷	100±0.3
5	虫线磷	102±1.1	23	杀螟硫磷	100±1.9
6	灭克磷	102±1.0	24	对硫磷	102±0.8
7	甲拌磷	100±1.0	25	育畜磷	103±1.9
8	治螟磷	101±1.0	26	水胺硫磷	90.7±0.9
9	二嗪农	101±0.6	27	稻丰散	100±0.9
10	地虫硫磷	101±1.1	28	甲拌磷砜	101±1.3
11	乙拌磷	101±0.8	29	丙硫磷	101±1.1
12	异稻瘟净	101±0.8	30	脱叶磷	101±0.8
13	除线磷	101±0.6	31	杀虫畏	104±3.1
14	久效磷	106±2.3	32	丙溴磷	102±1.6
15	乐果	102±0.5	33	地胺磷	102±1.5
16	皮蝇磷	101±1.0	34	三硫磷	102±0.8
17	甲基立枯磷	101±1.0	35	三唑磷	102±1.1
18	毒死蜱	100±1.0	--	--	--

5.6.4.3　浓缩定容

由于有机磷农药的理化性质各异，热稳定性和沸点等因素各不相同，标准编制组对浓度为 0.1 μg/mL 的 50 mL 有机磷农药溶液（丙酮-正己烷溶液）进行不同温度下的真空旋蒸浓缩实验，浓缩定容至 5.00 mL，其回收率结果见表 5-10。由表可知，在 40 ℃～50 ℃范围内，旋蒸温度对有机磷农药回收率的影响不大。此外，标准编制组在 45 ℃温度条件下对乙腈-甲苯溶液进行浓缩。由表 5-10 可知，目标化合物回收率均在 80%以上。因此，综合考虑浓缩时间及效率，本标准推荐浓缩温度范围为 40 ℃～50 ℃。

实验室将浓度为 0.1 μg/mL、0.04 μg/mL 和 0.02 μg/mL 的 50 mL 有机磷农药溶液（丙酮-正己烷溶液）浓缩，分别定容至 5.00 mL、2.00 mL 和 1.00 mL，其回收率结果见表 5-11。

由表 5-11 可知，最终定容体积对目标化合物的回收率影响不大。此外，由于基质对气相色谱法测定结果存在较大的干扰，并且综合考虑目前现有土壤和沉积物中有机磷的限值要求，以及使用磷特征检测器带来的较高的灵敏度，标准编制组推荐试样最终定容体积为5.00 mL。

综上所述，本标准对试样的浓缩定容作出如下规定：将收集的洗脱液用浓缩装置浓缩至 1 mL 以下，加入 10 mL 丙酮并继续浓缩，然后用丙酮定容至 5.00 mL，待仪器分析。

表 5-10　不同旋蒸温度对目标化合物回收率的影响（单位：%）

序号	溶剂体系	丙酮-正己烷溶液			乙腈-甲苯溶液
	目标化合物	浓缩温度			
		40 ℃	45 ℃	50 ℃	45 ℃
1	敌敌畏	98.9±1.5	96.8±0.2	99.9±1.4	96.8±3.0
2	甲胺磷	107±0.7	104±3.1	106±1.1	85.8±8.9
3	速灭磷	103±0.6	100±1.2	104±1.4	88.2±0.4
4	内吸磷	103±0.4	100±1.3	105±1.3	82.8±2.7
5	虫线磷	101±0.7	98.8±0.5	103±1.8	93.0±0.7
6	灭克磷	101±0.9	98.9±0.4	103±1.6	100±0.4
7	甲拌磷	103±0.6	100±0.4	104±1.6	101±2.3
8	治螟磷	102±0.7	99.8±0.7	104±1.7	102±0.5
9	二嗪农	102±0.6	100±0.8	105±1.5	97.6±0.2
10	地虫硫磷	102±0.7	100±0.9	104±1.8	101±0.9
11	乙拌磷	103±0.6	101±0.9	105±2.0	104±2.3
12	异稻瘟净	102±0.6	100±0.9	105±1.5	102±0.3
13	除线磷	103±0.7	101±0.6	105±1.8	97.8±0.4
14	久效磷	101±2.2	96.6±1.8	102±0.8	81.9±11.6
15	乐果	101±0.7	98.8±1.1	103±1.1	88.3±0.7
16	皮蝇磷	101±0.7	99.5±0.9	104±1.5	95.2±0.7
17	甲基立枯磷	102±0.5	100±1.0	105±1.7	98.4±0.4
18	毒死蜱	102±0.6	101±1.1	105±1.4	102±0.4
19	甲基对硫磷	100±0.9	97.6±1.4	102±1.0	98.3±0.5
20	倍硫磷	102±0.9	101±0.8	105±1.5	98.7±1.6
21	马拉硫磷	103±1.6	102±0.5	106±1.5	107±0.4
22	溴硫磷	102±2.2	100±0.4	106±1.3	108±0.6
23	杀螟硫磷	102±3.7	101±1.9	107±1.6	104±0.3
24	对硫磷	101±0.7	99.3±1.4	103±1.2	101±0.4
25	育畜磷	100±0.8	92.6±1.9	99.6±4.3	98.8±1.7
26	水胺硫磷	101±1.0	96.3±2.1	101±2.9	99.2±1.1
27	稻丰散	103±0.2	102±1.1	107±1.7	103±0.2
28	甲拌磷砜	103±0.8	101±1.1	105±1.4	101±0.3
29	丙硫磷	104±0.4	102±1.2	106±1.6	102±0.3
30	脱叶磷	106±0.6	104±2.4	108±2.1	101±0.2
31	杀虫畏	102±2.1	98.1±1.9	102±0.8	91.6±1.3
32	丙溴磷	102±0.9	99.5±1.5	104±0.9	95.2±0.5

序号	溶剂体系	丙酮-正己烷溶液			乙腈-甲苯溶液
	目标化合物	浓缩温度			
		40 ℃	45 ℃	50 ℃	45 ℃
33	地胺磷	101±0.1	99.2±1.1	103±0.7	102±0.4
34	三硫磷	103±0.7	102±0.9	106±1.7	108±0.7
35	三唑磷	102±1.1	99.8±1.7	104±0.7	108±0.4

表 5-11　不同定容体积对目标化合物回收率的影响

序号	目标化合物	加标回收率（%）		
		定容至 5.00 mL	定容至 2.00 mL	定容至 1.00 mL
1	敌敌畏	91.0±1.4	90.0±7.1	84.5±6.4
2	甲胺磷	89.5±6.4	91.5±0.7	88.0±2.8
3	速灭磷	93.5±4.9	94.0±2.8	89.0±0.1
4	内吸磷	95.5±3.5	97.0±1.4	92.5±0.7
5	虫线磷	95.0±4.2	96.0±2.8	92.0±0.1
6	灭克磷	95.5±4.9	96.0±2.8	92.5±0.7
7	甲拌磷	95.5±4.9	96.0±2.8	92.0±0.1
8	治螟磷	96.0±5.7	97.0±1.4	93.0±1.4
9	二嗪农	96.5±4.9	97.5±0.7	94.5±2.1
10	地虫硫磷	98.0±1.4	98.5±4.9	95.0±1.4
11	乙拌磷	96.5±4.9	97.0±1.4	93.5±2.1
12	异稻瘟净	96.0±4.2	98.0±0.1	95.0±2.8
13	除线磷	96.5±4.9	97.0±1.4	94.5±2.1
14	久效磷	88.0±5.7	90.5±0.7	86.5±2.1
15	乐果	95.0±5.7	96.5±0.7	93.0±2.8
16	皮蝇磷	96.0±5.7	97.0±1.4	93.5±2.1
17	甲基立枯磷	96.5±4.9	97.5±0.7	94.0±2.8
18	毒死蜱	96.5±4.9	97.5±0.7	95.0±2.8
19	甲基对硫磷	96.0±5.7	97.0±1.4	94.0±2.8
20	倍硫磷	97.0±5.7	98.0±1.4	94.5±2.1
21	马拉硫磷	97.0±5.7	98.0±1.4	95.0±1.4
22	溴硫磷	98.0±5.7	98.0±2.8	95.0±1.4
23	杀螟硫磷	100±5.7	99.0±4.2	96.0±0.1
24	对硫磷	96.5±4.9	97.5±0.7	94.5±2.1
25	育畜磷	96.0±5.7	97.0±1.4	94.0±2.8
26	水胺硫磷	95.0±5.7	96.5±0.7	93.0±2.8
27	稻丰散	96.5±6.4	99.0±1.4	96.0±2.8
28	甲拌磷砜	96.0±5.7	97.5±0.7	94.0±2.8
29	丙硫磷	97.0±4.2	98.5±0.7	95.5±2.1
30	脱叶磷	97.0±5.7	97.5±0.7	95.5±2.1
31	杀虫畏	94.5±4.9	95.0±1.4	90.5±2.1

序号	目标化合物	加标回收率（%）		
		定容至 5.00 mL	定容至 2.00 mL	定容至 1.00 mL
32	丙溴磷	96.0±5.7	96.5±0.7	93.0±2.8
33	地胺磷	94.5±4.9	95.5±0.7	93.0±2.8
34	三硫磷	97.0±5.7	98.5±0.7	95.0±2.8
35	三唑磷	96.5±4.9	97.5±0.7	94.5±2.1

5.6.5 空白试样的制备

用石英砂代替样品，按照与试样的制备相同的步骤制备空白试样。

5.7 分析步骤

5.7.1 仪器参考条件

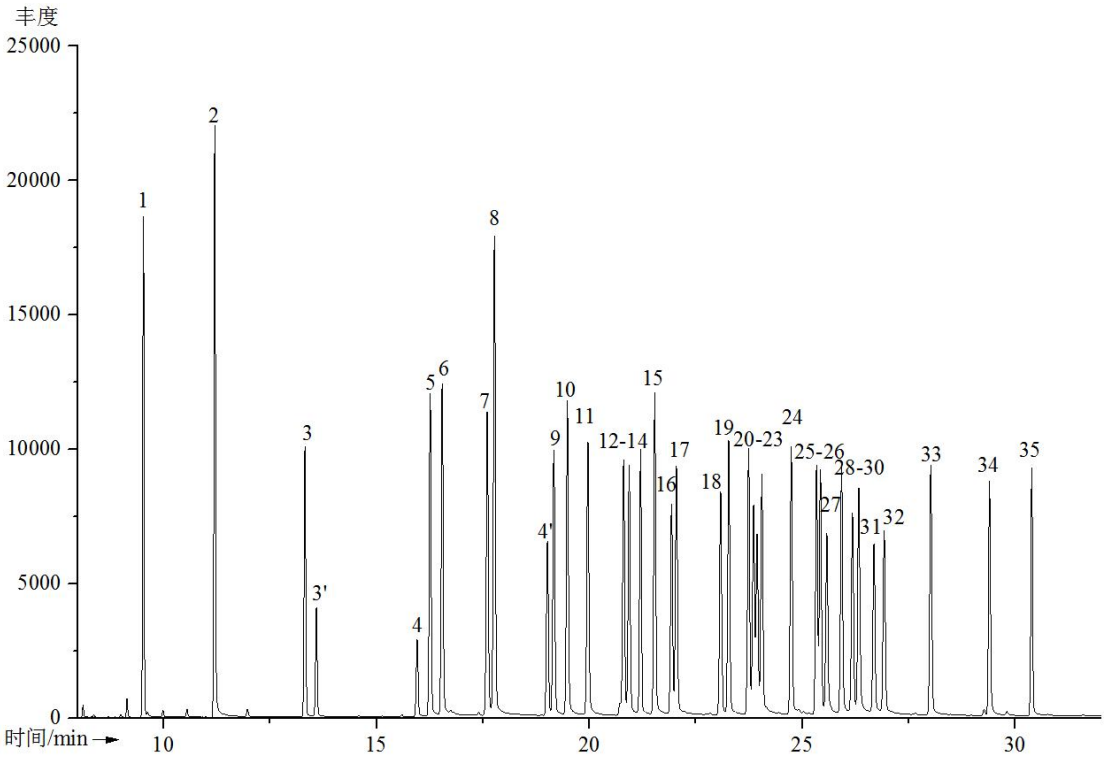
（一）色谱柱的选择

标准编制组考察了浓度为 5.0 μg/mL 的 35 种有机磷标准溶液在不同色谱柱上的分离能力。其中 14%氰丙基苯基-86%甲基聚硅氧烷（DB-1701）及 5%苯基-95%甲基聚硅氧烷（DB-5）色谱柱规格均为 30 m（柱长）×0.25 mm（内径）×0.25 μm（膜厚）。

气相色谱参数：进样口温度 270 ℃，不分流进样 0.75 min，柱流速 1.0 mL/min；40 ℃保持 1 min，以 30 ℃/min 升温至 130 ℃，以 5 ℃/min 升温至 250 ℃，再以 10 ℃/min 升温至 280 ℃保持 8 min。FPD 参数：温度 250 ℃，空气流量 60 mL/min，氢气流量 60 mL/min，氮气流量 60 mL/min。

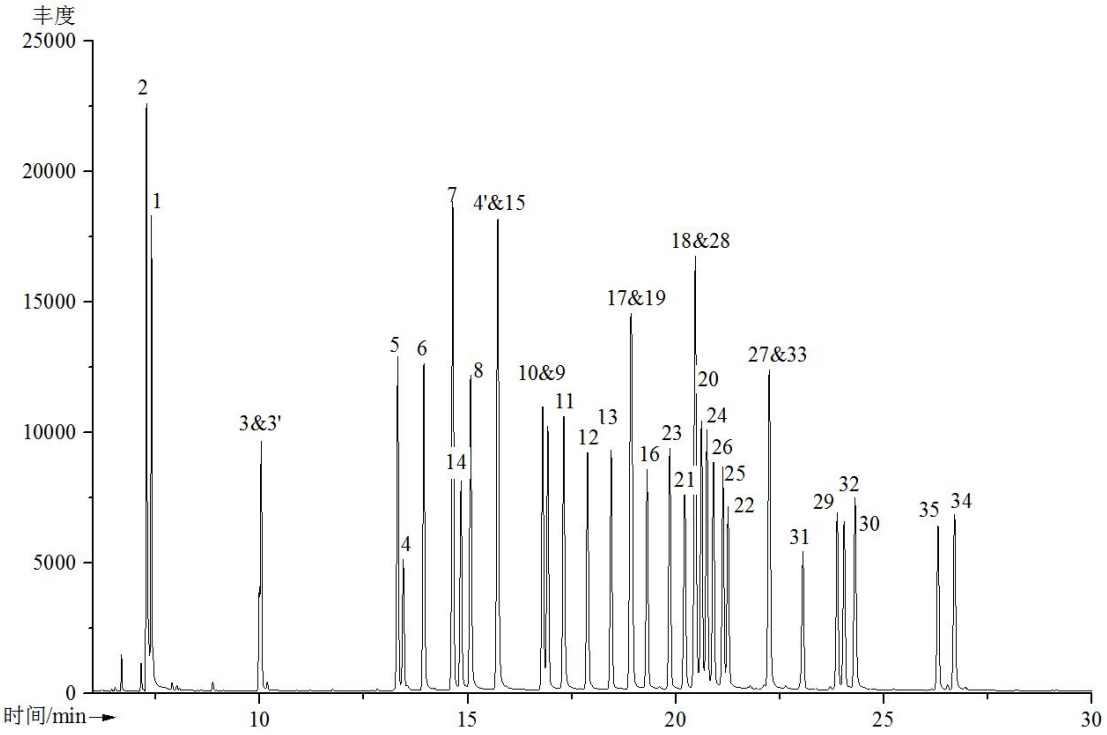
35 种有机磷农药在 DB-1701 上色谱分离见图 5-1，在 DB-5 上色谱分离见图 5-2，保留时间汇总结果见表 5-12。由结果可知，35 种有机磷组分在 DB-5 色谱柱上有 4 组物质存在共流出的情况，即（4）内吸磷及（15）乐果、（17）甲基立枯磷及（19）甲基对硫磷、（18）毒死蜱及（28）甲拌磷砜、（27）稻丰散及（33）地胺磷。

35 种有机磷农药在 DB-1701 色谱柱上则有相对较好的分离度。对于在 DB-1701 上分离度相对较小的物质，例如（20）倍硫磷、（21）马拉硫磷、（22）溴硫磷、（23）杀螟硫磷，（25）育畜磷、（26）水胺硫磷，在 DB-5 色谱柱能够有效分离。



1——敌敌畏；2——甲胺磷；3——（E）-速灭磷；3’——（Z）-速灭磷；4——内吸磷-O；4’——内吸磷-S；5——虫线磷；6——灭克磷；7——甲拌磷；8——治螟磷；9——二嗪农；10——地虫硫磷；11——乙拌磷；12——异稻瘟净；13——除线磷；14——久效磷；15——乐果；16——皮蝇磷；17——甲基立枯磷；18——毒死蜱；19——甲基对硫磷；20——倍硫磷；21——马拉硫磷；22——溴硫磷；23——杀螟硫磷；24——对硫磷；25——育畜磷；26——水胺硫磷；27——稻丰散；28——甲拌磷砜；29——丙硫磷；30——脱叶磷；31——杀虫畏；32——丙溴磷；33——地胺磷；34——三硫磷；35——三唑磷。

图 5-1　35 种有机磷农药在 DB-1701 色谱柱上的出峰顺序



1——敌敌畏；2——甲胺磷；3——（E）-速灭磷；3’——（Z）-速灭磷；4——内吸磷-O；4’——内吸磷-S；5——虫线磷；6——灭克磷；7——甲拌磷；8——治螟磷；9——二嗪农；10——地虫硫磷；11——乙拌磷；12——异稻瘟净；13——除线磷；14——久效磷；15——乐果；16——皮蝇磷；17——甲基立枯磷；18——毒死蜱；19——甲基对硫磷；20——倍硫磷；21——马拉硫磷；22——溴硫磷；23——杀螟硫磷；24——对硫磷；25——育畜磷；26——水胺硫磷；27——稻丰散；28——甲拌磷砜；29——丙硫磷；30——脱叶磷；31——杀虫畏；32——丙溴磷；33——地胺磷；34——三硫磷；35——三唑磷。

图 5-2　35 种有机磷农药在 DB-5 色谱柱上的出峰顺序

因此，标准编制组推荐选择 DB-1701 色谱柱作为 35 种有机磷农药的分析色谱柱，并且建议当分析色谱柱上有目标化合物检出时，应采用另一根极性不同的色谱柱辅助定性或采用气相色谱质谱联用仪定性。

表 5-12　35 种有机磷农药在不同色谱柱上的保留时间

序号	目标化合物	保留时间（min）	
		DB-1701	DB-5
1	敌敌畏	9.49	7.40
2	甲胺磷	11.17	7.29
3	速灭磷	13.27 及 13.54	9.99 及 10.04
4	内吸磷	15.89 及 18.95	13.45 及 15.74
5	虫线磷	16.20	13.32
6	灭克磷	16.48	13.95
7	甲拌磷	17.54	15.07
8	治螟磷	17.70	14.64
9	二嗪农	19.09	16.93
10	地虫硫磷	19.42	16.81
11	乙拌磷	19.89	17.31
12	异稻瘟净	20.73	17.88
13	除线磷	20.86	18.45
14	久效磷	21.13	14.86
15	乐果	21.46	15.74
16	皮蝇磷	21.86	19.32
17	甲基立枯磷	21.97	18.94
18	毒死蜱	23.01	20.48
19	甲基对硫磷	23.20	18.94
20	倍硫磷	23.66	20.63
21	马拉硫磷	23.77	20.22
22	溴硫磷	23.87	21.26
23	杀螟硫磷	23.97	19.86
24	对硫磷	24.66	20.76
25	育畜磷	25.26	21.15
26	水胺硫磷	25.35	20.92
27	稻丰散	25.49	22.26
28	甲拌磷砜	25.84	20.48
29	丙硫磷	26.10	23.89
30	脱叶磷	26.25	24.31
31	杀虫畏	26.61	23.06
32	丙溴磷	26.84	24.05
33	地胺磷	27.94	22.26
34	三硫磷	29.32	26.71
35	三唑磷	30.32	26.31

（二）检测器的比较

标准编制组比较了脉冲式火焰光度检测器（PFPD）、火焰光度检测器（FPD）和氮磷

检测器（NPD）在分析能力上的区别。采用 0.1 μg/mL 标准溶液浓度作为精密度试验浓度，平行分析 6 次，计算其相对标准偏差。同时进行信噪比分析，比较结果见表 5-13。仪器参数如下：

气相色谱参数：进样口温度 270 ℃，柱流速 1.0 mL/min；40 ℃保持 1 min，以 30 ℃/min 升温至 130 ℃，以 5 ℃/min 升温至 250 ℃，再以 10 ℃/min 升温至 280 ℃保持 8 min。

PFPD 参数：温度 350 ℃，燃烧室 1 空气流量 15 mL/min，燃烧室 2 空气流量 8.5 mL/min，氢气流量 13 mL/min，光电倍增管电压 510 V，触发电位 200 mV，门延迟 3.6 ms，门宽度 10.0 ms。

FPD 参数：温度 300 ℃，空气流量 60 mL/min，氢气流量 60 mL/min，氮气流量 60 mL/min。

NPD 参数：温度 300 ℃，空气流量 60 mL/min，氢气流量 3 mL/min，氮气流量（恒定柱流＋尾吹）10 mL/min。

由表 5-13 结果可知，PFPD、FPD 及 NPD 均能对有机磷农药有很好的响应能力，在精密度上，PFPD 及 FPD 略优于 NPD；在信噪比优越性上，PFPD＞FPD＞NPD，但差异不是非常明显。由于 PFPD 检测器在生态环境监测领域内应用较少，难以找到合适的验证单位，最终未对 PFPD 检测器进行方法验证。

表 5-13　不同检测器分析性能比较

序号	目标化合物	精密度（%）			信噪比		
		PFPD	FPD	NPD	PFPD	FPD	NPD
1	敌敌畏	4	2	20	215	167	149
2	甲胺磷	5	3	8	246	146	123
3	速灭磷	5～7	2～6	5～13	45～141	33～83	20～68
4	内吸磷	6～8	1～3	2～8	28～118	34～58	18～54
5	虫线磷	5	1	2	202	138	127
6	灭克磷	5	1	7	192	131	108
7	甲拌磷	5	0.4	3	171	116	89
8	治螟磷	4	0.4	7	266	201	144
9	二嗪农	4	1	5	150	113	102
10	地虫硫磷	5	1	6	185	124	102
11	乙拌磷	4	1	6	163	107	86
12	异稻瘟净	6	1	2	110	102	70
13	除线磷	4	1	6	133	103	79
14	久效磷	8	13	10	100	41	55
15	乐果	4	3	3	138	107	97
16	皮蝇磷	4	1	2	103	83	58
17	甲基立枯磷	4	1	7	126	104	77
18	毒死蜱	4	1	2	109	95	74
19	甲基对硫磷	4	1	7	119	102	76
20	倍硫磷	5	1	1	143	104	77
21	马拉硫磷	6	2	5	94	73	66

序号	目标化合物	精密度（%）			信噪比		
		PFPD	FPD	NPD	PFPD	FPD	NPD
22	溴硫磷	7	1	5	82	57	51
23	杀螟硫磷	7	1	9	111	88	74
24	对硫磷	7	1	6	123	112	80
25	育畜磷	9	10	3	115	72	64
26	水胺硫磷	6	4	5	117	89	59
27	稻丰散	5	2	20	78	62	27
28	甲拌磷砜	7	2	6	120	85	70
29	丙硫磷	6	1	4	114	78	67
30	脱叶磷	9	1	9	118	82	80
31	杀虫畏	3	4	13	76	48	37
32	丙溴磷	7	1	11	87	65	49
33	地胺磷	8	2	3	130	89	64
34	三硫磷	6	1	9	135	85	83
35	三唑磷	5	2	11	143	83	88

5.7.2 溶剂体系对色谱分析的影响

本标准采用丙酮作为标准物质溶剂、丙酮-正己烷溶液作为提取溶剂、二氯甲烷作为凝胶色谱净化流动相、乙腈-甲苯溶液作为固相萃取净化的洗脱剂。标准编制组比较了浓度为1.0 μg/mL 的 35 种有机磷标准溶液在不同溶剂中的色谱行为，见图 5-3。对比发现，除乙腈-甲苯溶液外，35 种有机磷组分在其它三种溶剂体系中色谱行为没有显著差别。为了研究不同溶剂中标准曲线的差别，标准编制组进一步采用不同溶剂配制了 0.5 μg/mL、1.0 μg/mL、2.0 μg/mL、5.0 μg/mL、10.0 μg/mL 的标准系列溶液，按照相同的仪器分析条件绘制相应的标准曲线，相关信息汇总见表 5-14。通过比较标准曲线的斜率及相关系数可知，虽然 35 种有机磷农药在不同的溶剂中灵敏度接近，但是在丙酮、丙酮-正己烷溶液中标准曲线相关系数明显优于二氯甲烷。根据以上结果，标准编制组建议在试样上机前需将溶剂转化为丙酮后，再进行仪器分析，以保证数据的可比性。

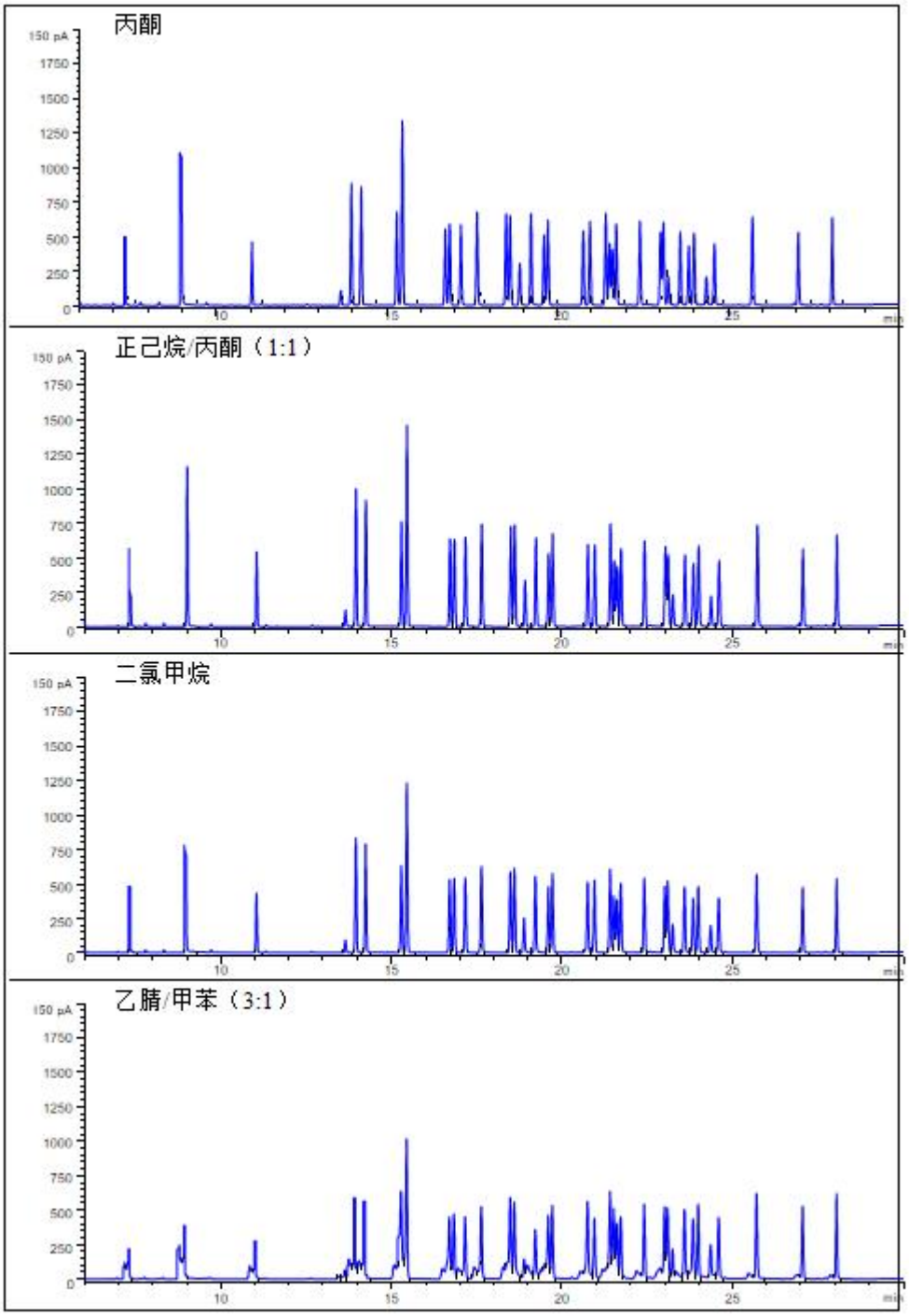


图 5-3　不同溶剂中 35 种有机磷农药的出峰情况

表 5-14　不同溶剂中 35 种有机磷农药的标准曲线

序号	目标化合物	丙酮		丙酮-正己烷溶液		二氯甲烷	
		标准曲线	相关系数	标准曲线	相关系数	标准曲线	相关系数
1	敌敌畏	y=1206x-145	0.9999	y=1148x+23.8	0.9997	y=1249x-361	0.997
2	甲胺磷	y=2948x-338	0.9999	y=2788x-381	0.9996	y=2762x-1058	0.996

序号	目标化合物	丙酮		丙酮-正己烷溶液		二氯甲烷	
		标准曲线	相关系数	标准曲线	相关系数	标准曲线	相关系数
3	速灭磷	y=1372x-149 y=1373x-4.2	0.9999 0.9999	y=1341x+38.9 y=1341x+1.1	0.9996 0.9996	y=1440x-398 y=1434x-10.4	0.998 0.997
4	内吸磷	y=2005x-98.1 y=2020x-431	0.997 0.998	y=2143x-127 y=2172x-600	0.993 0.995	y=2466x-263 y=2413x-1044	0.996 0.997
5	虫线磷	y=2682x-98.6	0.9999	y=2636x+149	0.9996	y=2812x-672	0.998
6	灭克磷	y=2581x-464	0.9996	y=2790x-230	0.9998	y=2922x-1002	0.997
7	甲拌磷	y=2600x-674	0.9990	y=2506x-392	0.9997	y=2606x-1068	0.995
8	治螟磷	y=4279x-232	0.9999	y=4189x+216	0.9996	y=4503x-1112	0.998
9	二嗪农	y=1928x-245	0.9997	y=1893x-13.2	0.9998	y=2040x-614	0.997
10	地虫硫磷	y=2138x-414	0.9995	y=2076x-152	0.9999	y=2188x-748	0.997
11	乙拌磷	y=2720x-1052	0.996	y=2657x-762	0.998	y=2752x-1496	0.991
12	异稻瘟净	y=2272x-165	0.9999	y=2221x+15.3	0.9997	y=2339x-649	0.998
13	除线磷	y=2219x-130	0.9999	y=2182x+109	0.9996	y=2353x-605	0.998
14	久效磷	y=1039x-38.0	0.9991	y=1074x-90.5	0.9994	y=1148x-430	0.997
15	乐果	y=2109x+36.0	0.998	y=2203x-87.7	0.9994	y=2569x-1168	0.994
16	皮蝇磷	y=1676x-33.4	0.9998	y=1674x+86.3	0.9994	y=1666x-215	0.9998
17	甲基立枯磷	y=2040x-114	0.9999	y=2026x+82.3	0.9996	y=2201x-601	0.998
18	毒死蜱	y=1847x-95.1	0.9999	y=1835x+116	0.9995	y=2013x-506	0.998
19	甲基对硫磷	y=1854x+148	0.998	y=1899x-74.0	0.9996	y=2126x-685	0.997
20	倍硫磷	y=2347x-345	0.9996	y=2339x-130	0.9999	y=2493x-852	0.996
21	马拉硫磷	y=1610x-394	0.998	y=1617x-256	0.9991	y=1712x-726	0.993
22	溴硫磷	y=1386x-289	0.997	y=1408x-191	0.998	y=1524x-646	0.992
23	杀螟硫磷	y=1822x-184	0.9994	y=1855x-265	0.9993	y=2043x-816	0.993
24	对硫磷	y=1993x-43.8	0.9999	y=1993x-122	0.9998	y=2164x-657	0.997
25	育畜磷	y=1864x-151	0.9999	y=1869x-14.2	0.9997	y=2007x-607	0.998
26	水胺硫磷	y=1690x+421	0.998	y=1913x+22.1	0.998	y=2090x-586	0.997
27	稻丰散	y=903x-189	0.9999	y=890x-72.7	0.9996	y=959x-361	0.997
28	甲拌磷砜	y=1972x-338	0.9998	y=2012x-269	0.9999	y=2223x-1020	0.994
29	丙硫磷	y=1607x-269	0.9997	y=1602x-98.7	0.9999	y=1637x-474	0.998
30	脱叶磷	y=2323x-712	0.998	y=2306x-488	0.9996	y=2470x-1240	0.993
31	杀虫畏	y=743x-31.5	0.9995	y=778x-17.8	0.9995	y=832x-225	0.998
32	丙溴磷	y=1609x-127	0.9999	y=1603x-11.0	0.9997	y=1718x-497	0.998
33	地胺磷	y=2537x-526	0.9994	y=2508x-310	0.9998	y=2548x-940	0.996
34	三硫磷	y=1891x-419	0.9994	y=1891x-261	0.9999	y=1946x-753	0.996
35	三唑磷	y=1754x-8.7	0.9998	y=1764x-34.9	0.9996	y=1852x-527	0.998

5.7.3 标准曲线的建立

《土壤和沉积物　有机磷类和拟除虫菊酯类等 47 种农药的测定　气相色谱-质谱法》

（HJ 1023-2019）[18]中使用正己烷或二氯甲烷作为溶剂配制浓度为 10.0、20.0、50.0、75.0、100.0 mg/L 的标准系列。《水质　28 种有机磷农药的测定　气相色谱-质谱法》（HJ 1189-2021）[19]中用丙酮-正己烷混合溶液配制浓度为 1.0、2.0、5.0、10.0、50.0、100 μg/mL 的标准系列。《固体废物　有机磷农药的测定　气相色谱法》（HJ 768-2018）[23]中使用正己烷作为溶剂配制浓度为 20、100、250、500、1000、2000 μg/L 的标准系列。

我国现行有效的《土壤环境质量　建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》（GB 36600-2018）生态环境风险管控标准，规定了敌敌畏最低筛选值（第一类用地）为 1.8 mg/kg，乐果最低筛选值（第一类用地）为 86 mg/kg。此外，美国环保署规定了居住用地有机磷农药最低筛选值为 0.63 mg/kg，工业用地有机磷农药最低筛选值为 7.9 mg/kg。因此，本标准的标准曲线浓度范围应能覆盖我国及国外现行生态环境风险管控标准的要求，同时尽可能满足土壤和沉积物调查的需求。

综合以上因素考虑，标准编制组分别取适量的有机磷农药标准贮备液，用丙酮稀释配制成质量浓度分别为 0.20、0.50、1.00、2.00、5.00、10.0、12.0 μg/mL 的标准系列溶液，线性相关性结果（表 5-15）表明目标化合物在该线性范围内相关性均大于等于 0.995。此外，当取样量为 10.0 g，定容体积为 5.00 mL 时，对应样品浓度为 0.1~6.0 mg/kg，满足目前土壤生态环境风险管控要求。

表 5-15　标准曲线相关性

序号	目标化合物	曲线相关性	序号	目标化合物	曲线相关性
1	敌敌畏	0.9999	19	甲基对硫磷	0.9996
2	甲胺磷	0.9980	20	倍硫磷	0.9997
3	速灭磷	0.9998	21	马拉硫磷	0.9994
4	内吸磷	0.9999	22	溴硫磷	0.9998
5	虫线磷	0.9993	23	杀螟硫磷	0.9994
6	灭克磷	0.9980	24	对硫磷	0.9999
7	甲拌磷	0.9999	25	育畜磷	0.9996
8	治螟磷	0.9998	26	水胺硫磷	0.9997
9	二嗪农	0.9999	27	稻丰散	0.9970
10	地虫硫磷	0.9994	28	甲拌磷砜	0.9980
11	乙拌磷	0.9980	29	丙硫磷	0.9992
12	异稻瘟净	0.9999	30	脱叶磷	0.9950
13	除线磷	0.9998	31	杀虫畏	0.9991
14	久效磷	0.9970	32	丙溴磷	0.9996
15	乐果	0.9970	33	地胺磷	0.998
16	皮蝇磷	0.9998	34	三硫磷	0.9990
17	甲基立枯磷	0.9999	35	三唑磷	0.9994
18	毒死蜱	0.9999	--	--	--

因此，标准编制组对标准曲线的建立作出如下规定：分别取适量的有机磷农药标准贮备液，用丙酮稀释配制成质量浓度分别为 0.20 μg/mL、0.50 μg/mL、1.00 μg/mL、2.00 μg/mL、

5.00 μg/mL、10.0 μg/mL、12.0 μg/mL 的标准系列溶液（此为参考浓度）。

按照仪器参考条件由低浓度到高浓度依次对标准系列溶液分析，记录目标化合物的保留时间和峰面积。以目标化合物的质量浓度为横坐标，对应的峰面积为纵坐标，建立标准曲线。其中，对于含有同分异构体的目标化合物，应对其所有同分异构体的面积加和作为该目标化合物的面积计算。

5.7.4 试样测定

按照与标准曲线建立相同的仪器条件测定试样。若试样中目标化合物浓度超出标准曲线上限时，重新取试样并用丙酮稀释后测定。

5.7.5 空白试验

按照与试样测定相同的步骤测定空白试样。

5.8 结果表示与计算

5.8.1 定性分析

根据标准物质各组分的保留时间进行定性。如对结果有疑问，可采用另一根极性不同的色谱柱或气相色谱-质谱法进一步定性确认。

5.8.2 定量分析

5.8.2.1 结果计算

有机分析的主流定量方法主要有外标法和内标法。外标法是指以目标化合物标准物质配制一系列浓度，在完全相同的仪器条件及进样量的情况下对标准物质及试样进行单独分析，根据标准曲线方程及试样中目标化合物的信号，确定试样中目标化合物含量的一种直接的定量方法。相对于外标法而言，内标法是一种间接的定量方法。该方法是指在分析测定试样中目标化合物含量时，加入一种内标物质以校准和消除由于仪器波动而对分析结果产生的影响，以增加分析结果的准确度。在采用内标法时，内标物的选择需要满足以下要求：（1）应为样品中不含有的组分；（2）与目标化合物有基本相同或尽可能一致的物理化学性质（如化学结构、极性、挥发性及在溶剂中的溶解度等）、色谱行为和响应特征；（3）内标物在样品中能够充分溶解；（4）内标物和目标化合物之间不会发生物理化学反应；（5）与气相色谱质谱联用分析方法不同的是，在气相色谱分析方法中，内标物的色谱峰必须能够与目标化合物充分分离。

目前现行有效的环境监测分析方法标准中，气相色谱质谱联用分析方法均采用内标法进行定量，内标物的选择通常是目标化合物的氘代物，这类内标物通常与相应的目标化合物有类似的色谱行为，用气相色谱分析方法分析时内标物与目标化合物的色谱峰不能基线分离，因此气相色谱法较少采用内标法进行定量。目前现行有效环境监测分析方法标准中，多组分分析气相色谱法大部分采用外标法进行定量。

因此，标准编制组采用外标法进行定量。即根据建立的标准曲线，按照目标化合物的峰面积，采用外标法定量。

土壤样品中的目标化合物质量分数，按照公式（1）计算：

$$w_{1i}=\frac{\rho_i\times V\times D}{m_1\times w_{\mathrm{dm}}} \quad (1)$$

式中：w_{1i}——土壤样品中目标化合物 i 的质量分数，mg/kg；

ρ_i——由标准曲线测得的试样中目标化合物 i 的质量浓度，μg/mL；

V——试样的定容体积，mL；

D——稀释倍数；

m_1——土壤样品的称取量，g；

w_{dm}——土壤样品的干物质含量，%。

沉积物样品中的目标化合物质量分数，按照公式（2）计算：

$$w_{2i}=\frac{\rho_i\times V\times D}{m_2\times\left(1-w_{\mathrm{H_2O}}\right)} \quad (2)$$

式中： w_{2i}——沉积物样品中目标化合物 i 的质量分数，mg/kg；

ρ_i——由标准曲线测得的试样中目标化合物 i 的质量浓度，μg/mL；

V——试样的定容体积，mL；

D——稀释倍数；

m_2——沉积物样品的称取量，g；

$w_{\mathrm{H_2O}}$——沉积物样品的含水率，%。

5.8.2.2 结果表示

测定结果小数点后保留位数应与方法检出限一致，最多保留 3 位有效数字。

5.8.3 方法参数

5.8.3.1 检出限

本标准的检出限确定方法参照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）的相关规定，以 10.0 g 石英砂为基体，加入有机磷农药的标准溶液（样品浓度 0.125 mg/kg），使用火焰光度检测器（FPD）及氮磷检测器（NPD）分别进行 7 次平行测定，计算其标准偏差 S，并用公式 MDL=$t_{(n\text{-}1,0.99)}\times S$ 计算方法检出限，其中 $t_{(6,0.99)}$为 3.143。测定下限规定为 4 倍 MDL。检出限和测定下限测定结果见表 5-16 和表 5-17。结果表明，两种检测器得到的检出限均在 0.03 mg/kg～0.04 mg/kg，样品浓度测定平均值与方法检出限的比值均在 3～5 倍范围内，满足 HJ 168-2020 的相关要求，即对于目标化合物为多组分的分析方法，一般要求至少有 50%的目标化合物样品浓度在 3～5 倍计算出的方法检出限的范围内，同时，至少要 90%的目标化合物样品浓度在 1～10 倍计算出的方法检出限的范围内，其余不多于 10%的目标化合物样品浓度应不超过 20 倍计算出的方法检出限。

此外，实验结果表明，即使在试样分析方面，FPD 的性噪比及精密度略优于 NPD，但是在实际样品分析方面，前处理的影响会大于仪器本身。另外，结果表明用本方法得出的检出限明显优于 HJ 1023-2019 气质法。

表 5-16　方法检出限和测定下限（FPD 检测器）

单位：mg/kg（除倍数外）

序号	目标化合物	测定结果							测定平均值	*S*	检出限	测定下限	测定平均值与检出限的倍数
		R1	R2	R3	R4	R5	R6	R7					
1	敌敌畏	0.126	0.147	0.119	0.122	0.130	0.123	0.149	0.131	0.012	0.04	0.16	3
2	甲胺磷	0.125	0.119	0.105	0.122	0.119	0.111	0.119	0.117	0.007	0.03	0.12	5
3	速灭磷	0.125	0.128	0.105	0.124	0.120	0.108	0.130	0.120	0.010	0.03	0.12	4
4	内吸磷	0.124	0.128	0.103	0.121	0.118	0.102	0.130	0.118	0.011	0.04	0.16	3
5	虫线磷	0.124	0.129	0.104	0.124	0.119	0.105	0.128	0.119	0.010	0.04	0.16	4
6	灭克磷	0.125	0.130	0.103	0.125	0.120	0.102	0.130	0.119	0.012	0.04	0.16	3
7	甲拌磷	0.126	0.126	0.100	0.123	0.119	0.108	0.125	0.118	0.010	0.04	0.16	4
8	治螟磷	0.125	0.127	0.103	0.124	0.121	0.103	0.128	0.119	0.011	0.04	0.16	3
9	二嗪农	0.125	0.128	0.104	0.125	0.122	0.099	0.129	0.119	0.012	0.04	0.16	3
10	地虫硫磷	0.126	0.126	0.102	0.123	0.120	0.101	0.125	0.118	0.011	0.04	0.16	3
11	乙拌磷	0.125	0.126	0.103	0.123	0.117	0.100	0.126	0.117	0.011	0.04	0.16	3
12	异稻瘟净	0.126	0.127	0.105	0.125	0.123	0.099	0.126	0.119	0.012	0.04	0.16	3
13	除线磷	0.124	0.125	0.104	0.126	0.121	0.102	0.126	0.118	0.011	0.04	0.16	4
14	久效磷	0.124	0.117	0.101	0.123	0.120	0.107	0.119	0.116	0.009	0.03	0.12	4
15	乐果	0.125	0.120	0.103	0.122	0.122	0.102	0.122	0.117	0.010	0.03	0.12	4
16	皮蝇磷	0.127	0.126	0.105	0.125	0.122	0.103	0.126	0.119	0.011	0.03	0.12	4
17	甲基立枯磷	0.127	0.128	0.105	0.126	0.122	0.102	0.129	0.120	0.011	0.04	0.16	3

序号	目标化合物	测定结果							测定平均值	*S*	检出限	测定下限	测定平均值与检出限的倍数
		R1	R2	R3	R4	R5	R6	R7					
18	毒死蜱	0.125	0.124	0.105	0.124	0.123	0.101	0.125	0.118	0.010	0.04	0.16	4
19	甲基对硫磷	0.123	0.119	0.104	0.122	0.122	0.100	0.121	0.116	0.010	0.04	0.16	4
20	倍硫磷	0.127	0.127	0.106	0.126	0.123	0.106	0.128	0.120	0.010	0.04	0.16	4
21	马拉硫磷	0.127	0.124	0.105	0.125	0.122	0.103	0.127	0.119	0.010	0.04	0.16	4
22	溴硫磷	0.126	0.123	0.104	0.124	0.120	0.101	0.126	0.118	0.011	0.04	0.16	4
23	杀螟硫磷	0.125	0.122	0.105	0.124	0.121	0.098	0.124	0.117	0.011	0.04	0.16	3
24	对硫磷	0.128	0.121	0.105	0.123	0.123	0.098	0.123	0.117	0.011	0.04	0.16	3
25	育畜磷	0.126	0.126	0.105	0.123	0.123	0.099	0.126	0.118	0.011	0.04	0.16	3
26	水胺硫磷	0.127	0.124	0.105	0.123	0.123	0.096	0.125	0.117	0.012	0.04	0.16	3
27	稻丰散	0.128	0.125	0.106	0.125	0.126	0.095	0.129	0.119	0.013	0.05	0.20	3
28	甲拌磷砜	0.125	0.125	0.105	0.123	0.122	0.111	0.126	0.120	0.008	0.03	0.12	5
29	丙硫磷	0.126	0.126	0.106	0.123	0.122	0.109	0.126	0.120	0.009	0.03	0.12	4
30	脱叶磷	0.129	0.128	0.104	0.126	0.122	0.104	0.125	0.120	0.011	0.04	0.16	3
31	杀虫畏	0.127	0.121	0.104	0.115	0.094	0.101	0.098	0.109	0.012	0.04	0.20	3
32	丙溴磷	0.128	0.124	0.106	0.123	0.121	0.099	0.124	0.118	0.011	0.04	0.16	3
33	地胺磷	0.125	0.123	0.103	0.122	0.121	0.116	0.122	0.119	0.008	0.03	0.12	5
34	三硫磷	0.126	0.124	0.105	0.122	0.122	0.103	0.123	0.118	0.010	0.03	0.12	4
35	三唑磷	0.125	0.124	0.106	0.122	0.124	0.107	0.125	0.119	0.009	0.03	0.12	4

表 5-17　方法检出限和测定下限（NPD 检测器）

单位：mg/kg（除倍数外）

序号	目标化合物	测定结果							测定平均值	*S*	检出限	测定下限	测定平均值与检出限的倍数
		R1	R2	R3	R4	R5	R6	R7					
1	敌敌畏	0.102	0.113	0.119	0.116	0.127	0.121	0.102	0.114	0.010	0.03	0.12	4
2	甲胺磷	0.089	0.097	0.109	0.113	0.121	0.105	0.110	0.106	0.011	0.04	0.16	3
3	速灭磷	0.101	0.114	0.123	0.112	0.120	0.114	0.106	0.113	0.007	0.03	0.12	5
4	内吸磷	0.112	0.124	0.133	0.128	0.129	0.121	0.118	0.124	0.007	0.03	0.12	5
5	虫线磷	0.091	0.104	0.110	0.107	0.107	0.101	0.094	0.102	0.007	0.03	0.12	5
6	灭克磷	0.100	0.117	0.124	0.121	0.120	0.115	0.106	0.115	0.009	0.03	0.12	4
7	甲拌磷	0.100	0.115	0.124	0.123	0.123	0.115	0.108	0.115	0.009	0.03	0.12	4
8	治螟磷	0.100	0.116	0.124	0.122	0.123	0.117	0.110	0.116	0.009	0.03	0.12	4
9	二嗪农	0.102	0.116	0.123	0.120	0.119	0.114	0.109	0.115	0.007	0.03	0.12	5
10	地虫硫磷	0.101	0.118	0.124	0.123	0.122	0.117	0.110	0.117	0.008	0.03	0.12	5
11	乙拌磷	0.102	0.119	0.126	0.127	0.125	0.120	0.114	0.119	0.009	0.03	0.12	4
12	异稻瘟净	0.101	0.116	0.122	0.120	0.113	0.110	0.106	0.113	0.008	0.03	0.12	5
13	除线磷	0.102	0.118	0.124	0.122	0.117	0.114	0.108	0.115	0.008	0.03	0.12	5
14	久效磷	0.101	0.108	0.110	0.102	0.083	0.076	0.080	0.094	0.014	0.03	0.12	2
15	乐果	0.102	0.115	0.120	0.117	0.108	0.105	0.102	0.110	0.007	0.03	0.12	5
16	皮蝇磷	0.103	0.116	0.122	0.120	0.114	0.110	0.106	0.113	0.007	0.03	0.12	5
17	甲基立枯磷	0.101	0.117	0.122	0.119	0.112	0.110	0.106	0.112	0.007	0.03	0.12	5
18	毒死蜱	0.102	0.116	0.123	0.122	0.121	0.114	0.111	0.115	0.007	0.03	0.12	5
19	甲基对硫磷	0.105	0.125	0.131	0.140	0.140	0.135	0.135	0.130	0.012	0.04	0.16	3
20	倍硫磷	0.101	0.115	0.120	0.123	0.118	0.111	0.111	0.114	0.007	0.03	0.12	5

序号	目标化合物	测定结果							测定平均值	*S*	检出限	测定下限	测定平均值与检出限的倍数
		R1	R2	R3	R4	R5	R6	R7					
21	马拉硫磷	0.101	0.117	0.124	0.124	0.119	0.112	0.110	0.115	0.008	0.03	0.12	4
22	溴硫磷	0.101	0.120	0.125	0.131	0.125	0.119	0.116	0.120	0.010	0.03	0.12	4
23	杀螟硫磷	0.100	0.125	0.129	0.119	0.125	0.120	0.115	0.119	0.010	0.03	0.12	4
24	对硫磷	0.101	0.135	0.137	0.122	0.134	0.129	0.124	0.126	0.012	0.04	0.16	3
25	育畜磷	0.101	0.118	0.123	0.122	0.105	0.100	0.096	0.109	0.011	0.04	0.16	3
26	水胺硫磷	0.102	0.115	0.122	0.129	0.109	0.103	0.102	0.112	0.011	0.04	0.16	3
27	稻丰散	0.101	0.118	0.123	0.129	0.106	0.101	0.099	0.111	0.012	0.04	0.16	3
28	甲拌磷砜	0.099	0.117	0.123	0.125	0.105	0.099	0.098	0.109	0.012	0.04	0.16	3
29	丙硫磷	0.101	0.117	0.123	0.125	0.110	0.105	0.102	0.112	0.010	0.04	0.16	4
30	脱叶磷	0.099	0.120	0.125	0.122	0.110	0.104	0.092	0.110	0.012	0.04	0.16	3
31	杀虫畏	0.100	0.119	0.125	0.112	0.097	0.090	0.097	0.106	0.013	0.04	0.16	3
32	丙溴磷	0.098	0.123	0.095	0.101	0.090	0.091	0.088	0.098	0.012	0.04	0.16	3
33	地胺磷	0.104	0.113	0.113	0.112	0.098	0.093	0.092	0.104	0.009	0.03	0.12	4
34	三硫磷	0.102	0.119	0.124	0.126	0.124	0.117	0.114	0.118	0.008	0.03	0.12	5
35	三唑磷	0.104	0.114	0.122	0.126	0.135	0.126	0.124	0.122	0.010	0.03	0.12	4

5.8.3.2 准确度

实验室内，选取目标化合物均未检出的石英砂、土壤、湖泊沉积物以及海洋沉积物样品作为基体加标样品。分别称取 10.0 g 不同样品进行加标实验，添加量分别为：低浓度 0.25 mg/kg、中浓度 1.00 mg/kg 和高浓度 5.00 mg/kg，经提取、净化后，浓缩定容至 5.00 mL，试样用气相色谱仪分析，分别计算各类型加标样品的精密度及正确度。由表 5-18～表 5-21 可知，实验室内目标化合物相对偏差为0.8%～39.6%，目标化合物加标回收率范围为43.4%～139%。

表 5-18 石英砂样品精密度与正确度结果

序号	目标化合物	加标浓度（mg/kg）	测定结果（mg/kg）						均值（mg/kg）	RSD（%）	回收率（%）
			R1	R2	R3	R4	R5	R6			
1	敌敌畏	0.25	0.23	0.21	0.25	0.21	0.21	0.23	0.23	7.0	90.2
		1.00	0.93	0.94	0.88	0.87	0.95	0.87	0.91	4.1	90.6
		5.00	4.43	4.51	4.43	4.40	4.43	4.41	4.43	0.8	88.7
2	甲胺磷	0.25	0.25	0.26	0.28	0.27	0.25	0.27	0.26	5.5	105
		1.00	1.04	1.05	0.93	0.88	1.03	0.92	0.98	7.3	97.5
		5.00	4.87	4.99	4.87	4.85	4.88	4.89	4.89	1.1	97.9
3	速灭磷	0.25	0.27	0.26	0.27	0.25	0.23	0.27	0.26	5.6	103
		1.00	1.08	1.08	1.02	1.01	1.09	1.01	1.05	3.6	105
		5.00	5.12	5.20	5.06	5.00	5.03	5.06	5.08	1.4	102
4	内吸磷	0.25	0.26	0.26	0.25	0.24	0.23	0.26	0.25	6.2	99.9
		1.00	1.03	1.03	0.96	0.95	1.07	0.97	1.00	5.0	100
		5.00	5.06	5.12	4.95	4.93	4.98	4.97	5.00	1.5	100
5	虫线磷	0.25	0.27	0.26	0.26	0.24	0.22	0.26	0.25	6.8	100
		1.00	1.03	1.04	0.98	0.98	1.06	0.98	1.01	3.5	101
		5.00	5.07	5.13	4.98	4.95	4.99	5.01	5.02	1.3	100
6	灭克磷	0.25	0.26	0.26	0.26	0.24	0.23	0.26	0.25	4.9	101
		1.00	0.98	0.99	0.94	0.94	1.02	0.94	0.97	3.4	97.1
		5.00	5.05	5.14	4.98	5.00	5.02	4.99	5.03	1.2	101
7	甲拌磷	0.25	0.26	0.25	0.26	0.23	0.20	0.25	0.24	9.0	97.0
		1.00	0.96	0.97	0.91	0.90	0.99	0.92	0.94	3.9	94.3
		5.00	5.07	5.14	4.95	5.01	5.03	4.94	5.02	1.5	100
8	治螟磷	0.25	0.26	0.26	0.26	0.24	0.23	0.26	0.25	5.5	99.9
		1.00	1.01	1.02	0.96	0.95	1.05	0.96	0.99	4.0	99.3
		5.00	5.09	5.17	5.04	5.04	5.07	5.05	5.07	1.0	101
9	二嗪农	0.25	0.27	0.26	0.26	0.25	0.23	0.26	0.26	5.0	102
		1.00	1.06	1.06	1.01	0.99	1.10	1.01	1.04	4.1	104
		5.00	5.21	5.28	5.13	5.10	5.14	5.15	5.17	1.3	103
10	地虫硫磷	0.25	0.27	0.26	0.26	0.24	0.23	0.26	0.25	5.3	102
		1.00	1.01	1.02	0.97	0.96	1.05	0.97	1.00	3.6	99.6
		5.00	5.22	5.32	5.14	5.18	5.18	5.15	5.20	1.3	104
11	乙拌磷	0.25	0.27	0.26	0.26	0.25	0.23	0.27	0.26	5.4	102
		1.00	0.99	0.99	0.93	0.91	1.02	0.93	0.96	4.6	96.3
		5.00	5.25	5.34	5.14	5.16	5.17	5.12	5.20	1.6	104

序号	目标化合物	加标浓度（mg/kg）	测定结果（mg/kg）						均值（mg/kg）	RSD（%）	回收率（%）
			R1	R2	R3	R4	R5	R6			
12	异稻瘟净	0.25	0.28	0.28	0.27	0.26	0.24	0.27	0.27	5.7	106
		1.00	1.09	1.10	1.03	1.02	1.19	1.04	1.08	5.9	108
		5.00	5.29	5.32	5.15	5.11	5.15	5.17	5.20	1.6	104
13	除线磷	0.25	0.26	0.26	0.26	0.25	0.24	0.26	0.26	4.3	102
		1.00	1.06	1.05	1.00	0.99	1.09	1.00	1.03	3.9	103
		5.00	5.20	5.28	5.13	5.11	5.13	5.14	5.16	1.2	103
14	久效磷	0.25	0.33	0.34	0.37	0.35	0.33	0.36	0.35	4.3	139
		1.00	1.26	1.26	1.19	1.15	1.25	1.16	1.21	4.2	121
		5.00	5.52	5.66	5.52	5.41	5.45	5.47	5.51	1.6	110
15	乐果	0.25	0.28	0.28	0.28	0.28	0.25	0.29	0.28	4.4	111
		1.00	1.07	1.07	1.01	1.00	1.09	1.02	1.04	3.5	104
		5.00	4.88	5.00	4.82	4.82	4.83	4.80	4.86	1.5	97.2
16	皮蝇磷	0.25	0.27	0.27	0.27	0.25	0.24	0.27	0.26	4.0	104
		1.00	1.13	1.13	1.06	1.04	1.18	1.07	1.10	4.9	110
		5.00	6.53	6.64	6.44	6.27	6.30	6.44	6.44	2.1	129
17	甲基立枯磷	0.25	0.26	0.27	0.26	0.25	0.24	0.26	0.26	4.1	103
		1.00	1.05	1.05	0.99	0.99	1.09	1.00	1.03	4.0	103
		5.00	5.20	5.31	5.16	5.14	5.16	5.17	5.19	1.2	104
18	毒死蜱	0.25	0.27	0.26	0.26	0.25	0.24	0.26	0.26	4.4	103
		1.00	1.10	1.10	1.03	1.02	1.13	1.04	1.07	4.1	107
		5.00	5.32	5.36	5.21	5.18	5.20	5.21	5.25	1.4	105
19	甲基对硫磷	0.25	0.26	0.24	0.26	0.24	0.24	0.26	0.25	4.5	100
		1.00	1.03	1.02	0.95	0.94	1.04	0.97	0.99	4.3	99.1
		5.00	5.11	5.19	4.96	4.87	4.85	4.97	4.99	2.7	99.8
20	倍硫磷	0.25	0.27	0.26	0.26	0.25	0.24	0.26	0.26	3.7	103
		1.00	1.04	1.04	0.98	0.97	1.06	0.99	1.01	3.9	101
		5.00	5.32	5.37	5.19	5.20	5.20	5.17	5.24	1.6	105
21	马拉硫磷	0.25	0.27	0.27	0.27	0.25	0.24	0.27	0.26	4.2	105
		1.00	0.99	0.99	0.94	0.93	1.00	0.95	0.97	3.2	96.8
		5.00	5.44	5.53	5.35	5.35	5.38	5.32	5.40	1.5	108
22	溴硫磷	0.25	0.26	0.25	0.27	0.25	0.25	0.27	0.26	3.7	104
		1.00	0.96	0.96	0.91	0.90	0.96	0.92	0.93	3.0	93.4
		5.00	5.31	5.39	5.21	5.17	5.18	5.20	5.24	1.7	105
23	杀螟硫磷	0.25	0.26	0.24	0.26	0.25	0.24	0.26	0.25	3.6	101
		1.00	0.98	0.97	0.92	0.90	0.98	0.93	0.95	3.6	94.7
		5.00	5.25	5.34	5.15	5.06	5.07	5.15	5.17	2.1	103
24	对硫磷	0.25	0.25	0.23	0.26	0.24	0.23	0.24	0.24	3.7	96.9
		1.00	1.02	1.02	0.95	0.94	1.04	0.96	0.99	4.4	98.8
		5.00	5.06	5.13	4.90	4.79	4.77	4.91	4.93	2.9	98.5
25	育畜磷	0.25	0.27	0.27	0.27	0.26	0.25	0.27	0.26	3.9	106
		1.00	1.15	1.15	1.08	1.07	1.17	1.10	1.12	3.9	112
		5.00	5.47	5.52	5.37	5.33	5.35	5.37	5.40	1.4	108
26	水胺硫磷	0.25	0.27	0.28	0.27	0.26	0.25	0.26	0.27	3.8	106
		1.00	1.07	1.07	1.01	0.99	1.10	1.02	1.04	4.2	104
		5.00	5.14	5.20	5.06	5.03	5.04	5.02	5.08	1.4	102

序号	目标化合物	加标浓度（mg/kg）	测定结果（mg/kg）						均值（mg/kg）	RSD（%）	回收率（%）
			R1	R2	R3	R4	R5	R6			
27	稻丰散	0.25	0.28	0.30	0.28	0.26	0.25	0.27	0.27	6.0	108
		1.00	1.02	1.02	0.97	0.96	1.06	0.98	1.00	4.0	100
		5.00	5.22	5.29	5.12	5.11	5.10	5.06	5.15	1.7	103
28	甲拌磷砜	0.25	0.28	0.27	0.28	0.27	0.25	0.27	0.27	3.4	108
		1.00	1.03	1.03	0.98	0.97	1.06	0.99	1.01	3.5	101
		5.00	5.43	4.95	5.32	4.81	4.81	5.28	5.10	5.4	102
29	丙硫磷	0.25	0.27	0.27	0.26	0.25	0.24	0.26	0.26	4.3	104
		1.00	1.10	1.11	1.04	1.02	1.15	1.05	1.08	4.6	108
		5.00	5.39	6.47	5.30	6.27	6.28	5.24	5.83	9.8	117
30	脱叶磷	0.25	0.28	0.27	0.27	0.26	0.25	0.27	0.27	3.7	106
		1.00	1.01	1.01	0.96	0.95	1.04	0.97	0.99	3.3	98.9
		5.00	5.39	5.52	5.35	5.39	5.39	5.31	5.39	1.3	108
31	杀虫畏	0.25	0.27	0.27	0.27	0.27	0.25	0.28	0.27	3.2	107
		1.00	1.19	1.19	1.11	1.10	1.20	1.12	1.15	4.0	115
		5.00	5.41	5.48	5.34	5.26	5.26	5.32	5.35	1.6	107
32	丙溴磷	0.25	0.27	0.26	0.26	0.26	0.24	0.26	0.26	3.4	104
		1.00	1.11	1.11	1.05	1.03	1.14	1.06	1.08	4.1	108
		5.00	5.37	5.44	5.27	5.24	5.25	5.25	5.30	1.5	106
33	地胺磷	0.25	0.27	0.27	0.27	0.27	0.25	0.26	0.26	3.2	106
		1.00	1.11	1.11	1.04	1.03	1.13	1.05	1.08	3.9	108
		5.00	5.42	5.48	5.30	5.21	5.31	5.20	5.32	2.1	106
34	三硫磷	0.25	0.28	0.27	0.27	0.25	0.25	0.26	0.26	4.3	105
		1.00	1.04	1.04	0.98	0.97	1.10	0.99	1.02	4.8	102
		5.00	5.42	5.48	5.29	5.32	5.32	5.22	5.34	1.8	107
35	三唑磷	0.25	0.28	0.29	0.28	0.27	0.26	0.28	0.28	3.5	111
		1.00	1.14	1.13	1.07	1.06	1.18	1.07	1.11	4.3	111
		5.00	5.34	5.39	5.25	5.22	5.23	5.21	5.27	1.4	105

表 5-19　土壤样品精密度与正确度结果

序号	目标化合物	加标浓度（mg/kg）	测定结果（mg/kg）						均值（mg/kg）	RSD（%）	回收率（%）
			R1	R2	R3	R4	R5	R6			
1	敌敌畏	0.25	0.14	0.14	0.12	0.15	0.13	0.12	0.14	8.6	54.0
		1.00	0.81	0.70	0.92	0.79	0.87	0.78	0.81	9.3	81.0
		5.00	3.65	4.62	4.27	4.58	4.15	3.66	4.16	10.3	83.1
2	甲胺磷	0.25	0.21	0.18	0.19	0.09	0.10	0.07	0.14	39.6	55.8
		1.00	0.64	0.51	0.64	0.53	0.64	0.54	0.58	11.0	58.2
		5.00	3.28	3.19	4.23	4.56	3.76	2.94	3.66	17.4	73.2
3	速灭磷	0.25	0.23	0.20	0.22	0.24	0.23	0.20	0.22	8.4	88.4
		1.00	1.03	0.85	1.04	0.89	1.07	0.92	0.97	9.6	96.6
		5.00	5.13	5.19	5.27	5.56	5.43	4.47	5.17	7.4	103
4	内吸磷	0.25	0.16	0.17	0.20	0.14	0.16	0.28	0.18	28.0	73.3
		1.00	0.76	0.58	0.82	0.63	0.75	0.68	0.70	12.8	70.1

序号	目标化合物	加标浓度（mg/kg）	测定结果（mg/kg）						均值（mg/kg）	RSD（%）	回收率（%）
			R1	R2	R3	R4	R5	R6			
		5.00	4.18	3.23	3.88	3.83	3.85	3.08	3.68	11.6	73.5
5	虫线磷	0.25	0.23	0.20	0.21	0.24	0.23	0.20	0.22	7.6	87.2
		1.00	1.04	0.87	1.05	0.92	1.05	0.94	0.98	8.0	97.8
		5.00	5.22	5.18	5.24	5.45	5.43	4.55	5.18	6.3	104
6	灭克磷	0.25	0.23	0.20	0.22	0.24	0.23	0.20	0.22	7.1	88.0
		1.00	1.05	0.87	1.06	0.92	1.06	0.93	0.98	8.5	98.3
		5.00	5.29	5.27	5.30	5.52	5.51	4.51	5.23	7.1	105
7	甲拌磷	0.25	0.21	0.15	0.18	0.21	0.21	0.16	0.19	14.4	75.2
		1.00	0.99	0.66	0.88	0.71	1.00	0.74	0.83	17.7	83.0
		5.00	5.08	4.72	4.98	5.18	5.17	3.14	4.71	16.7	94.2
8	治螟磷	0.25	0.23	0.20	0.21	0.24	0.23	0.20	0.22	7.2	87.1
		1.00	1.06	0.88	1.06	0.93	1.07	0.95	0.99	8.3	99.2
		5.00	5.30	5.30	5.34	5.54	5.54	4.60	5.27	6.6	105
9	二嗪农	0.25	0.24	0.21	0.23	0.24	0.23	0.22	0.23	5.1	91.6
		1.00	1.08	0.90	1.07	0.94	1.07	0.95	1.00	8.0	100
		5.00	5.27	5.27	5.27	5.48	5.47	4.59	5.23	6.3	105
10	地虫硫磷	0.25	0.23	0.20	0.22	0.24	0.23	0.20	0.22	7.3	88.3
		1.00	1.07	0.88	1.07	0.93	1.07	0.94	0.99	8.6	99.2
		5.00	5.36	5.29	5.36	5.58	5.58	4.57	5.29	7.1	106
11	乙拌磷	0.25	0.17	0.20	0.15	0.14	0.16	0.15	0.16	13.9	64.6
		1.00	0.79	0.62	0.85	0.62	0.77	0.72	0.73	12.9	72.9
		5.00	4.24	3.14	3.85	3.83	3.84	3.09	3.67	12.4	73.3
12	异稻瘟净	0.25	0.25	0.22	0.25	0.26	0.25	0.21	0.24	7.6	96.5
		1.00	1.12	0.92	1.12	0.97	1.13	0.99	1.04	8.8	104
		5.00	5.43	5.40	5.44	5.62	5.61	4.80	5.38	5.6	108
13	除线磷	0.25	0.24	0.21	0.23	0.25	0.23	0.20	0.23	7.1	91.1
		1.00	1.08	0.90	1.08	0.95	1.08	0.96	1.01	8.1	101
		5.00	5.26	5.22	5.26	5.44	5.47	4.74	5.23	5.0	105
14	久效磷	0.25	0.32	0.27	0.32	0.27	0.33	0.21	0.29	15.9	115
		1.00	5.83	5.53	6.25	6.45	6.17	4.65	5.81	11.3	116
		5.00	1.16	0.86	1.12	0.88	1.22	0.95	1.03	15.1	103
15	乐果	0.25	0.29	0.25	0.28	0.32	0.31	0.26	0.28	9.1	113
		1.00	1.17	0.93	1.22	1.02	1.22	1.02	1.10	11.4	110
		5.00	5.75	5.78	5.85	6.06	5.99	4.77	5.70	8.3	114
16	皮蝇磷	0.25	0.24	0.22	0.24	0.25	0.25	0.21	0.24	6.9	94.6
		1.00	1.11	0.92	1.11	0.96	1.12	0.98	1.03	8.7	103
		5.00	5.40	5.44	5.49	5.67	5.62	4.75	5.40	6.2	108
17	甲基立枯磷	0.25	0.24	0.21	0.23	0.25	0.24	0.21	0.23	7.2	91.7
		1.00	1.09	0.91	1.09	0.94	1.09	0.97	1.01	8.5	101
		5.00	5.39	5.40	5.43	5.62	5.61	4.64	5.35	6.7	107
18	毒死蜱	0.25	0.24	0.21	0.24	0.25	0.24	0.21	0.23	7.8	93.1

序号	目标化合物	加标浓度（mg/kg）	测定结果（mg/kg）						均值（mg/kg）	RSD（%）	回收率（%）
			R1	R2	R3	R4	R5	R6			
		1.00	1.10	0.91	1.10	0.96	1.10	0.98	1.02	8.1	102
		5.00	5.41	5.41	5.45	5.64	6.08	4.76	5.46	7.8	109
19	甲基对硫磷	0.25	0.24	0.22	0.24	0.26	0.26	0.21	0.24	8.2	95.5
		1.00	1.09	0.89	1.10	0.95	1.11	0.96	1.02	9.4	102
		5.00	5.48	5.36	5.58	5.72	5.20	4.71	5.34	6.7	107
20	倍硫磷	0.25	0.22	0.15	0.19	0.21	0.22	0.17	0.19	14.7	77.5
		1.00	1.02	0.67	0.90	0.73	1.01	0.73	0.85	18.4	84.5
		5.00	5.20	4.71	5.05	5.29	5.27	3.00	4.75	18.6	95.1
21	马拉硫磷	0.25	0.25	0.22	0.24	0.26	0.25	0.22	0.24	7.5	95.7
		1.00	1.14	0.93	1.14	0.99	1.15	1.00	1.06	9.1	106
		5.00	5.55	5.60	5.64	5.86	5.80	4.15	5.43	11.8	109
22	溴硫磷	0.25	0.25	0.23	0.25	0.26	0.26	0.22	0.24	6.7	97.3
		1.00	1.11	0.92	1.11	0.98	1.14	0.99	1.04	8.5	104
		5.00	5.39	5.42	5.54	5.71	5.60	3.90	5.26	12.9	105
23	杀螟硫磷	0.25	0.24	0.22	0.24	0.26	0.25	0.22	0.24	7.2	95.5
		1.00	1.09	0.90	1.10	0.96	1.10	0.97	1.02	8.5	102
		5.00	5.27	5.33	5.38	5.51	5.46	4.11	5.18	10.2	104
24	对硫磷	0.25	0.24	0.21	0.23	0.24	0.24	0.21	0.23	6.4	91.8
		1.00	1.07	0.89	1.07	0.94	1.06	0.95	1.00	8.1	99.8
		5.00	5.24	5.26	5.30	5.43	5.42	4.56	5.20	6.2	104
25	育畜磷	0.25	0.25	0.22	0.25	0.26	0.25	0.22	0.24	6.3	97.3
		1.00	1.09	0.92	1.09	0.97	1.10	0.98	1.03	7.6	103
		5.00	5.34	5.45	5.44	5.63	5.59	4.81	5.38	5.6	108
26	水胺硫磷	0.25	0.24	0.20	0.22	0.22	0.23	0.20	0.22	6.9	88.0
		1.00	1.08	0.88	1.04	0.93	1.06	0.92	0.98	8.5	98.4
		5.00	5.24	4.95	5.19	5.48	5.45	4.47	5.13	7.3	103
27	稻丰散	0.25	0.27	0.22	0.28	0.28	0.27	0.25	0.26	9.0	105
		1.00	1.18	0.96	1.20	1.02	1.21	1.04	1.10	9.8	110
		5.00	5.65	5.61	5.72	5.97	5.90	4.73	5.60	8.0	112
28	甲拌磷砜	0.25	0.25	0.22	0.25	0.26	0.26	0.22	0.24	8.1	97.1
		1.00	1.14	0.91	1.15	0.97	1.15	0.98	1.05	10.2	105
		5.00	5.61	5.60	5.64	5.90	5.87	4.49	5.52	9.4	110
29	丙硫磷	0.25	0.24	0.21	0.23	0.25	0.24	0.21	0.23	7.5	91.8
		1.00	1.09	0.90	1.09	0.95	1.09	0.96	1.01	8.5	101
		5.00	5.27	5.24	5.32	5.47	5.41	5.36	5.35	1.6	107
30	脱叶磷	0.25	0.24	0.20	0.23	0.24	0.23	0.20	0.22	7.5	89.6
		1.00	1.13	0.89	1.11	0.96	1.12	0.97	1.03	9.9	103
		5.00	5.27	5.18	5.27	5.53	5.52	4.14	5.15	10.0	103
31	杀虫畏	0.25	0.27	0.23	0.28	0.28	0.29	0.24	0.26	9.0	106
		1.00	1.18	0.92	1.17	0.96	1.21	0.98	1.07	12.3	107
		5.00	6.01	6.08	6.22	6.41	6.26	5.13	6.02	7.6	120

序号	目标化合物	加标浓度（mg/kg）	测定结果（mg/kg）						均值（mg/kg）	RSD（%）	回收率（%）
			R1	R2	R3	R4	R5	R6			
32	丙溴磷	0.25	0.24	0.21	0.22	0.25	0.24	0.20	0.23	8.7	90.8
		1.00	1.12	0.91	1.11	0.95	1.12	0.96	1.03	9.8	103
		5.00	5.44	5.54	5.59	5.77	5.68	4.77	5.47	6.5	109
33	地胺磷	0.25	0.19	0.24	0.20	0.22	0.23	0.24	0.22	8.9	88.0
		1.00	0.98	0.94	1.01	0.99	1.06	1.01	1.00	3.9	100
		5.00	5.06	5.13	5.34	5.57	5.43	4.83	5.23	5.2	105
34	三硫磷	0.25	0.25	0.21	0.24	0.25	0.26	0.21	0.24	8.2	94.6
		1.00	1.11	0.88	1.09	0.94	1.13	0.94	1.02	10.6	102
		5.00	5.56	5.39	5.61	5.83	5.68	4.49	5.43	8.9	109
35	三唑磷	0.25	0.28	0.27	0.31	0.32	0.31	0.27	0.29	7.2	117
		1.00	1.23	1.10	1.31	1.15	1.28	1.17	1.21	6.7	121
		5.00	5.91	6.25	6.22	6.36	6.16	5.91	6.14	3.0	123

表 5-20　湖泊沉积物精密度与正确度结果

序号	目标化合物	加标浓度（mg/kg）	测定结果（mg/kg）						均值（mg/kg）	RSD（%）	回收率（%）
			R1	R2	R3	R4	R5	R6			
1	敌敌畏	0.25	0.14	0.12	0.13	0.14	0.14	0.13	0.13	7.0	52.5
		1.00	0.77	0.87	0.92	0.86	0.84	0.79	0.84	6.2	84.0
		5.00	3.19	4.21	4.14	4.23	3.71	3.70	3.86	10.6	77.3
2	甲胺磷	0.25	0.20	0.17	0.18	0.08	0.09	0.08	0.13	39.0	53.9
		1.00	0.57	0.61	0.63	0.60	0.58	0.56	0.59	4.7	59.1
		5.00	2.65	2.88	3.92	3.88	3.00	2.97	3.22	17.0	64.4
3	速灭磷	0.25	0.21	0.20	0.21	0.22	0.21	0.21	0.21	2.4	83.6
		1.00	0.93	1.01	1.04	1.01	0.95	0.94	0.98	4.5	98.0
		5.00	4.19	4.62	4.89	4.77	4.53	4.50	4.58	5.3	91.7
4	内吸磷	0.25	0.14	0.12	0.13	0.18	0.14	0.17	0.15	16.6	59.4
		1.00	0.62	0.98	0.77	0.73	0.78	0.68	0.76	16.3	76.2
		5.00	4.61	3.66	5.79	6.14	4.77	5.13	5.02	17.7	100
5	虫线磷	0.25	0.21	0.20	0.21	0.21	0.21	0.20	0.21	2.4	82.5
		1.00	0.95	1.03	1.07	1.02	0.97	0.96	1.00	4.7	100
		5.00	4.32	4.62	4.88	4.69	4.57	4.54	4.60	4.1	92.1
6	灭克磷	0.25	0.21	0.21	0.21	0.22	0.21	0.20	0.21	2.1	84.0
		1.00	0.96	1.04	1.08	1.03	0.98	0.96	1.01	4.8	101
		5.00	4.25	4.63	4.87	4.68	4.55	4.50	4.58	4.5	91.7
7	甲拌磷	0.25	0.16	0.15	0.16	0.18	0.15	0.17	0.16	7.2	64.3
		1.00	0.73	0.79	0.82	0.81	0.75	0.75	0.78	4.9	77.5
		5.00	3.47	3.52	4.08	2.98	3.13	3.09	3.38	12.0	67.5
8	治螟磷	0.25	0.21	0.20	0.21	0.22	0.21	0.20	0.21	2.3	83.2
		1.00	0.97	1.05	1.08	1.04	0.99	0.97	1.02	4.6	102

序号	目标化合物	加标浓度（mg/kg）	测定结果（mg/kg）						均值（mg/kg）	RSD（%）	回收率（%）
			R1	R2	R3	R4	R5	R6			
		5.00	4.37	4.71	4.96	4.75	4.64	4.60	4.67	4.2	93.4
9	二嗪农	0.25	0.22	0.22	0.22	0.22	0.21	0.21	0.22	2.1	86.1
		1.00	0.99	1.05	1.09	1.04	0.97	0.98	1.02	4.9	102
		5.00	4.36	4.68	4.89	4.71	4.61	4.57	4.64	3.7	92.8
10	地虫硫磷	0.25	0.21	0.21	0.21	0.22	0.21	0.20	0.21	2.2	84.4
		1.00	0.97	1.04	1.08	1.03	0.99	0.96	1.01	4.7	101
		5.00	4.31	4.67	4.89	4.73	4.59	4.54	4.62	4.2	92.4
11	乙拌磷	0.25	0.15	0.15	0.17	0.19	0.18	0.17	0.17	8.0	67.8
		1.00	0.66	0.60	0.56	0.77	0.63	0.71	0.66	12.0	65.7
		5.00	4.76	3.89	6.01	4.42	3.86	3.67	4.43	19.6	88.7
12	异稻瘟净	0.25	0.23	0.23	0.23	0.24	0.23	0.22	0.23	2.2	92.0
		1.00	1.02	1.09	1.13	1.08	1.03	1.02	1.06	4.3	106
		5.00	4.49	5.15	4.96	4.84	4.70	4.65	4.80	4.9	96.0
13	除线磷	0.25	0.22	0.22	0.22	0.22	0.22	0.21	0.22	2.1	86.9
		1.00	0.99	1.07	1.10	1.05	1.01	0.98	1.03	4.5	103
		5.00	4.27	4.46	4.84	4.81	4.52	4.48	4.56	4.9	91.3
14	久效磷	0.25	0.29	0.27	0.27	0.22	0.25	0.21	0.25	12.3	100
		1.00	0.93	0.98	1.01	1.03	0.93	1.02	0.99	4.5	98.6
		5.00	4.34	4.53	5.17	5.06	4.59	4.51	4.70	7.1	94.0
15	乐果	0.25	0.26	0.26	0.26	0.27	0.26	0.26	0.26	2.2	106
		1.00	1.01	1.12	1.18	1.10	1.08	1.05	1.09	5.5	109
		5.00	4.36	4.95	5.03	4.90	4.68	4.60	4.75	5.3	95.1
16	皮蝇磷	0.25	0.23	0.23	0.23	0.23	0.22	0.22	0.23	2.3	90.3
		1.00	1.00	1.07	1.11	1.07	1.02	1.01	1.04	4.3	104
		5.00	4.46	4.84	5.00	4.87	4.72	4.64	4.75	4.0	95.1
17	甲基立枯磷	0.25	0.22	0.22	0.23	0.23	0.22	0.21	0.22	2.9	88.0
		1.00	0.99	1.06	1.10	1.06	1.01	0.99	1.04	4.4	104
		5.00	4.38	4.74	4.96	4.77	4.73	4.60	4.70	4.1	93.9
18	毒死蜱	0.25	0.22	0.22	0.23	0.23	0.22	0.22	0.22	2.5	89.4
		1.00	1.01	1.08	1.11	1.06	1.02	1.00	1.05	4.4	105
		5.00	4.50	4.85	4.98	4.87	4.76	4.71	4.78	3.5	95.6
19	甲基对硫磷	0.25	0.22	0.23	0.23	0.23	0.22	0.22	0.23	2.2	90.1
		1.00	0.97	1.04	1.08	1.04	0.99	1.00	1.02	4.0	102
		5.00	4.43	4.84	4.91	4.83	4.63	4.56	4.70	4.1	94.0
20	倍硫磷	0.25	0.16	0.16	0.17	0.18	0.14	0.17	0.16	8.4	65.8
		1.00	0.73	0.80	0.84	0.80	0.77	0.74	0.78	5.1	77.9
		5.00	3.43	3.44	3.90	2.74	2.93	2.93	3.23	13.6	64.6
21	马拉硫磷	0.25	0.23	0.23	0.24	0.24	0.23	0.22	0.23	2.1	92.1
		1.00	1.03	1.11	1.15	1.10	1.05	1.03	1.08	4.5	108
		5.00	3.95	4.32	4.43	4.25	4.16	4.09	4.20	4.0	84.1
22	溴硫磷	0.25	0.24	0.23	0.24	0.24	0.23	0.22	0.23	2.4	93.0

序号	目标化合物	加标浓度（mg/kg）	测定结果（mg/kg）						均值（mg/kg）	RSD（%）	回收率（%）
			R1	R2	R3	R4	R5	R6			
		1.00	1.01	1.07	1.11	1.07	1.02	1.03	1.05	3.7	105
		5.00	3.68	4.03	4.06	4.00	3.84	3.81	3.9	3.8	78.1
23	杀螟硫磷	0.25	0.23	0.23	0.23	0.23	0.23	0.22	0.23	2.6	91.1
		1.00	0.99	1.05	1.10	1.05	1.01	1.00	1.03	3.9	103
		5.00	3.89	4.23	4.28	4.23	4.06	4.02	4.12	3.7	82.4
24	对硫磷	0.25	0.22	0.22	0.23	0.22	0.22	0.21	0.22	2.6	87.7
		1.00	0.98	1.04	1.08	1.03	0.99	0.98	1.02	4.1	102
		5.00	4.32	4.77	4.85	4.74	4.53	4.47	4.61	4.4	92.2
25	育畜磷	0.25	0.24	0.24	0.24	0.24	0.23	0.23	0.24	2.5	94.4
		1.00	1.01	1.08	1.12	1.07	1.03	1.02	1.06	4.1	106
		5.00	4.42	4.98	5.00	4.79	4.64	4.75	4.76	4.6	95.3
26	水胺硫磷	0.25	0.22	0.21	0.22	0.21	0.20	0.20	0.21	4.9	84.1
		1.00	0.95	1.03	1.07	1.00	0.98	0.94	1.00	4.8	99.6
		5.00	4.05	4.54	4.72	4.22	4.13	4.39	4.34	6.0	86.8
27	稻丰散	0.25	0.26	0.26	0.27	0.26	0.26	0.24	0.26	4.1	104
		1.00	1.07	1.15	1.20	1.15	1.10	1.09	1.13	4.4	113
		5.00	4.00	5.00	5.07	4.34	4.17	4.69	4.55	9.8	90.9
28	甲拌磷砜	0.25	0.23	0.23	0.23	0.23	0.23	0.22	0.23	2.2	91.5
		1.00	1.01	1.09	1.13	1.08	1.03	1.02	1.06	4.5	106
		5.00	3.80	4.85	4.93	4.20	4.04	4.45	4.38	10.3	87.6
29	丙硫磷	0.25	0.22	0.22	0.22	0.22	0.22	0.21	0.22	2.2	87.5
		1.00	0.99	1.05	1.10	1.05	1.00	0.99	1.03	4.1	103
		5.00	5.06	4.71	4.79	5.49	5.34	5.29	5.11	6.1	102
30	脱叶磷	0.25	0.21	0.21	0.22	0.22	0.21	0.20	0.21	2.6	85.2
		1.00	0.99	1.07	1.11	1.06	1.01	1.01	1.04	4.4	104
		5.00	3.84	4.59	4.69	4.23	4.09	4.09	4.26	7.7	85.1
31	杀虫畏	0.25	0.24	0.24	0.25	0.24	0.23	0.23	0.24	2.2	96.0
		1.00	0.98	1.05	1.09	1.06	1.00	1.02	1.03	3.8	103
		5.00	4.72	5.24	5.24	5.18	4.90	4.96	5.04	4.2	101
32	丙溴磷	0.25	0.21	0.21	0.21	0.22	0.20	0.21	0.21	2.5	83.8
		1.00	0.99	1.05	1.10	1.06	1.01	1.01	1.04	3.8	104
		5.00	4.48	4.94	4.96	4.91	4.73	4.74	4.79	3.8	95.9
33	地胺磷	0.25	0.26	0.25	0.26	0.25	0.24	0.24	0.25	3.0	101
		1.00	1.05	1.13	1.18	1.13	1.08	1.10	1.11	3.9	111
		5.00	4.65	5.18	5.16	5.18	4.94	4.89	5.00	4.2	100
34	三硫磷	0.25	0.23	0.22	0.23	0.22	0.22	0.22	0.22	2.2	88.5
		1.00	0.96	1.03	1.09	1.03	0.99	0.99	1.02	4.3	102
		5.00	4.33	4.76	4.75	4.62	4.45	4.40	4.55	4.0	91.0
35	三唑磷	0.25	0.29	0.29	0.29	0.28	0.29	0.27	0.29	3.0	115
		1.00	1.20	1.26	1.32	1.27	1.21	1.25	1.25	3.6	125
		5.00	5.15	5.94	5.58	6.36	5.89	5.82	5.79	7.0	116

表 5-21　海洋沉积物精密度与正确度结果

序号	目标化合物	加标浓度（mg/kg）	测定结果（mg/kg）						均值（mg/kg）	RSD（%）	回收率（%）
			R1	R2	R3	R4	R5	R6			
1	敌敌畏	0.25	0.23	0.23	0.21	0.22	0.21	0.19	0.22	6.6	86.4
		1.00	0.80	0.74	0.78	0.77	0.76	0.81	0.77	3.1	77.4
		5.00	5.35	4.27	3.94	4.14	4.19	4.30	4.36	11.4	87.3
2	甲胺磷	0.25	0.22	0.14	0.12	0.09	0.10	0.09	0.13	36.4	51.6
		1.00	0.53	0.38	0.47	0.41	0.40	0.42	0.43	12.8	43.4
		5.00	2.84	3.39	2.41	2.11	2.22	2.14	2.52	20.1	50.4
3	速灭磷	0.25	0.26	0.25	0.23	0.25	0.25	0.24	0.25	3.8	98.0
		1.00	0.74	0.70	0.72	0.70	0.73	0.77	0.73	3.7	72.9
		5.00	5.27	4.21	3.93	3.96	3.88	3.81	4.18	13.2	83.6
4	内吸磷	0.25	0.15	0.16	0.16	0.17	0.17	0.15	0.16	5.6	65.0
		1.00	0.93	0.91	0.92	0.86	0.89	0.93	0.91	2.9	90.7
		5.00	3.99	3.81	3.74	3.88	3.63	3.90	3.83	3.3	76.5
5	虫线磷	0.25	0.23	0.23	0.22	0.23	0.23	0.21	0.22	3.5	89.7
		1.00	0.96	0.94	0.94	0.89	0.91	0.95	0.93	3.0	93.1
		5.00	5.07	4.80	5.02	4.94	4.60	5.07	4.92	3.7	98.3
6	灭克磷	0.25	0.23	0.23	0.21	0.23	0.23	0.21	0.22	3.2	89.4
		1.00	0.95	0.92	0.93	0.88	0.90	0.94	0.92	3.1	92.0
		5.00	4.88	4.82	5.04	4.91	4.62	5.03	4.89	3.2	97.7
7	甲拌磷	0.25	0.17	0.20	0.20	0.21	0.21	0.19	0.20	7.1	78.8
		1.00	0.98	0.95	0.97	0.91	0.92	0.97	0.95	2.9	95.1
		5.00	4.58	4.48	4.69	4.67	4.25	4.65	4.55	3.7	91.1
8	治螟磷	0.25	0.25	0.24	0.23	0.24	0.24	0.23	0.24	3.2	96.1
		1.00	1.00	0.98	0.98	0.92	0.95	0.99	0.97	3.0	97.0
		5.00	5.07	4.83	5.00	4.98	4.65	5.05	4.93	3.3	98.6
9	二嗪农	0.25	0.25	0.24	0.23	0.24	0.24	0.23	0.24	3.0	95.7
		1.00	1.03	1.00	1.00	0.94	0.97	1.01	0.99	3.1	99.2
		5.00	5.14	4.86	5.07	5.10	4.77	5.07	5.00	3.0	100
10	地虫硫磷	0.25	0.24	0.23	0.22	0.23	0.23	0.22	0.23	3.1	91.0
		1.00	0.97	0.95	0.95	0.90	0.92	0.96	0.94	3.1	94.2
		5.00	5.05	4.87	5.09	5.12	4.74	5.11	5.00	3.2	99.9
11	乙拌磷	0.25	0.13	0.17	0.18	0.19	0.18	0.16	0.17	11.8	67.7
		1.00	0.95	0.93	0.94	0.88	0.90	0.94	0.92	3.1	92.2
		5.00	4.25	4.16	4.11	4.27	3.92	4.31	4.17	3.4	83.4

序号	目标化合物	加标浓度（mg/kg）	测定结果（mg/kg）						均值（mg/kg）	RSD（%）	回收率（%）
			R1	R2	R3	R4	R5	R6			
12	异稻瘟净	0.25	0.24	0.24	0.23	0.24	0.24	0.23	0.23	2.9	93.5
		1.00	0.99	0.97	0.97	0.91	0.95	0.99	0.96	3.1	96.1
		5.00	5.10	4.83	5.05	5.08	4.76	5.03	4.98	2.9	99.5
13	除线磷	0.25	0.24	0.24	0.23	0.24	0.24	0.22	0.23	2.9	93.3
		1.00	1.01	0.98	0.98	0.93	0.95	1.00	0.97	3.0	97.4
		5.00	5.02	4.76	5.05	5.01	4.71	5.06	4.93	3.2	98.7
14	久效磷	0.25	0.25	0.28	0.16	0.14	0.14	0.14	0.18	33.8	73.7
		1.00	0.76	0.58	0.70	0.63	0.61	0.65	0.66	9.8	65.6
		5.00	4.96	5.41	4.52	4.27	3.97	4.39	4.58	11.3	91.7
15	乐果	0.25	0.25	0.25	0.23	0.24	0.24	0.23	0.24	3.7	96.1
		1.00	0.97	0.93	0.94	0.89	0.94	0.98	0.94	3.3	94.2
		5.00	4.78	4.52	4.95	5.01	4.42	4.97	4.78	5.2	95.5
16	皮蝇磷	0.25	0.24	0.23	0.22	0.23	0.23	0.21	0.23	4.4	90.7
		1.00	0.97	0.93	0.91	0.89	0.91	0.95	0.93	3.1	92.8
		5.00	4.88	4.63	4.19	4.45	4.54	4.36	4.51	5.2	90.2
17	甲基立枯磷	0.25	0.24	0.24	0.23	0.24	0.24	0.23	0.24	2.9	94.8
		1.00	1.02	1.00	0.99	0.94	0.97	1.01	0.99	3.0	98.9
		5.00	5.09	4.82	5.08	5.10	4.76	5.11	4.99	3.2	99.9
18	毒死蜱	0.25	0.24	0.24	0.23	0.24	0.23	0.22	0.23	2.8	93.5
		1.00	1.00	0.97	0.97	0.92	0.95	0.99	0.97	3.0	96.9
		5.00	5.06	4.79	4.97	5.04	4.73	4.99	4.93	2.8	98.6
19	甲基对硫磷	0.25	0.23	0.23	0.22	0.23	0.23	0.21	0.23	3.6	91.2
		1.00	0.96	0.93	0.92	0.89	0.93	0.96	0.93	3.0	93.3
		5.00	4.81	4.55	4.64	4.85	4.48	4.71	4.67	3.1	93.4
20	倍硫磷	0.25	0.23	0.23	0.22	0.22	0.23	0.21	0.22	3.7	89.2
		1.00	0.95	0.93	0.92	0.87	0.90	0.94	0.92	3.0	92.0
		5.00	4.79	4.76	4.92	5.04	4.50	4.98	4.83	4.0	96.7
21	马拉硫磷	0.25	0.24	0.24	0.23	0.22	0.23	0.21	0.23	5.6	90.8
		1.00	0.91	0.87	0.87	0.83	0.86	0.90	0.88	3.1	87.5
		5.00	4.45	4.72	4.84	5.02	4.24	4.97	4.71	6.5	94.2
22	溴硫磷	0.25	0.22	0.22	0.21	0.19	0.22	0.17	0.20	9.5	81.7
		1.00	0.82	0.81	0.78	0.77	0.79	0.81	0.80	2.8	79.8
		5.00	4.07	4.64	4.63	4.93	3.84	4.77	4.48	9.5	89.7
23	杀螟硫磷	0.25	0.24	0.23	0.22	0.21	0.23	0.20	0.22	6.7	89.1
		1.00	0.89	0.87	0.86	0.83	0.86	0.89	0.87	2.9	86.5

序号	目标化合物	加标浓度（mg/kg）	测定结果（mg/kg）						均值（mg/kg）	RSD（%）	回收率（%）
			R1	R2	R3	R4	R5	R6			
		5.00	4.31	4.65	4.77	4.97	4.04	4.83	4.60	7.7	91.9
24	对硫磷	0.25	0.26	0.26	0.25	0.26	0.26	0.25	0.25	2.7	102
		1.00	1.06	1.04	1.03	0.98	1.03	1.07	1.03	3.0	103
		5.00	4.92	4.64	4.85	5.02	4.59	4.81	4.81	3.4	96.1
25	育畜磷	0.25	0.24	0.25	0.23	0.24	0.24	0.24	0.24	2.8	96.7
		1.00	0.93	0.90	0.92	0.87	0.95	0.98	0.92	4.0	92.4
		5.00	4.49	4.40	4.35	4.54	4.31	4.44	4.42	1.9	88.4
26	水胺硫磷	0.25	0.23	0.24	0.22	0.23	0.23	0.22	0.23	2.9	91.0
		1.00	0.82	0.80	0.80	0.77	0.84	0.87	0.82	4.2	81.6
		5.00	3.92	4.13	4.08	4.22	4.03	4.07	4.08	2.4	81.5
27	稻丰散	0.25	0.21	0.21	0.20	0.22	0.24	0.23	0.22	7.5	88.0
		1.00	0.94	1.00	1.11	0.98	1.07	1.19	1.05	8.8	105
		5.00	5.19	5.11	5.58	5.84	5.18	5.81	5.45	6.1	109
28	甲拌磷砜	0.25	0.25	0.24	0.23	0.24	0.24	0.23	0.24	3.9	95.3
		1.00	0.98	0.96	0.95	0.90	0.94	0.98	0.95	3.1	95.0
		5.00	4.81	4.66	4.92	5.30	4.60	5.22	4.92	5.9	98.4
29	丙硫磷	0.25	0.23	0.23	0.22	0.23	0.22	0.22	0.22	2.5	89.5
		1.00	0.98	0.95	0.95	0.89	0.93	0.97	0.95	3.1	94.5
		5.00	5.02	4.82	5.11	5.15	4.77	5.05	4.99	3.1	99.7
30	脱叶磷	0.25	0.24	0.25	0.23	0.24	0.24	0.23	0.24	2.8	95.2
		1.00	1.00	0.97	0.97	0.91	0.96	1.00	0.97	3.2	96.9
		5.00	4.87	4.79	5.25	5.15	4.73	5.00	4.96	4.2	99.3
31	杀虫畏	0.25	0.26	0.27	0.24	0.25	0.26	0.25	0.26	3.6	102
		1.00	1.00	0.99	0.96	0.95	1.00	1.05	0.99	3.4	99.1
		5.00	4.79	4.72	4.79	4.98	4.67	4.83	4.80	2.2	95.9
32	丙溴磷	0.25	0.26	0.26	0.24	0.25	0.26	0.25	0.25	3.1	101
		1.00	0.95	0.93	0.92	0.89	0.96	0.99	0.94	3.7	94.0
		5.00	4.29	4.38	4.35	4.48	4.31	4.36	4.36	1.6	87.2
33	地胺磷	0.25	0.23	0.24	0.19	0.20	0.19	0.20	0.21	9.7	83.0
		1.00	0.84	0.82	0.83	0.79	0.85	0.88	0.84	3.6	83.6
		5.00	4.48	4.41	4.22	4.34	4.20	4.34	4.33	2.5	86.6
34	三硫磷	0.25	0.23	0.23	0.22	0.22	0.22	0.22	0.22	2.6	88.9
		1.00	0.96	0.95	0.94	0.89	0.93	0.97	0.94	3.1	93.8
		5.00	4.95	4.81	5.00	5.16	4.76	5.02	4.95	3.0	99.0
35	三唑磷	0.25	0.25	0.26	0.24	0.24	0.25	0.24	0.25	3.0	98.1

序号	目标化合物	加标浓度（mg/kg）	测定结果（mg/kg）						均值（mg/kg）	RSD（%）	回收率（%）
			R1	R2	R3	R4	R5	R6			
		1.00	1.03	1.01	0.99	0.95	1.00	1.03	1.00	3.0	100
		5.00	4.99	4.73	4.88	5.04	4.73	4.87	4.88	2.6	97.5

5.8.3.3 污染场地土壤样品测试

分别取 6 份受马拉硫磷污染物的农田土壤以及 6 份敌敌畏生产企业周边土壤，经提取、净化后，浓缩定容至 5.00 mL，试样用气相色谱仪分析，具体结果见表 5-22。实验结果显示，马拉硫磷实验室内相对标准偏差为 4.4%，敌敌畏实验室内相对标准偏差为 16.0%。

表 5-22 污染场地土壤样品测试结果统计表

土壤类型	目标化合物	测定结果（mg/kg）						均值（mg/kg）	RSD（%）
		R1	R2	R3	R4	R5	R6		
农田土壤	马拉硫磷	0.49	0.46	0.46	0.48	0.50	0.52	0.49	4.4
企业周边土壤	敌敌畏	1.97	1.70	1.54	2.21	1.58	2.19	1.87	16.0

5.9 质量保证和质量控制

5.9.1 空白试验

高浓度的样品分析后，有机磷农药可能吸附在玻璃器皿上，进而导致交叉污染。使用前应将玻璃器皿清洗干净，并用丙酮、二氯甲烷、正己烷依次淋洗，去除干扰。按照材料和试剂的相关要求，保证试剂纯度，对材料进行严格的预处理，在分析过程中应对实验室空白进行考察。

因此本标准规定，每 20 个样品或每批次样品（少于 20 个）至少分析 1 个实验室空白。测定结果中目标化合物质量分数应低于方法检出限。

5.9.2 标准曲线

《固体废物 有机磷农药的测定 气相色谱法》（HJ 768-2015）规定用线性拟合曲线进行校准，其相关系数应大于或等于 0.999，否则应重新绘制校准曲线。本标准 6 家验证实验室提供的结果中，35 种有机磷农药校准曲线的线性相关系数范围为 0.995~1.0000，具体详见附件一《方法验证报告》。

因此本标准规定，每次分析样品前均应建立不少于 5 个点（不包含零点）的标准曲线，采用线性回归法计算结果，标准曲线的相关系数≥0.995。

5.9.3 连续校准

由于本标准采用外标法定量，存在仪器响应不稳定的情况，测定结果具有不确定性。因

此为了避免仪器信号漂移带来的不确定性，《固体废物　有机磷农药的测定　气相色谱法》（HJ 768-2015）规定：每批样品（最多 20 个样品）分析用标准曲线中间点浓度进行标准曲线核查，其测定结果相对偏差应控制在±30%以内，否则应重新绘制标准曲线。

根据 6 家实验室的方法验证统计数据，中间点浓度（2.0 μg/mL）测定误差为-9.9%～18%。结合 6 家实验室的方法验证统计数据以及相关行业标准的规定，最终本标准对连续校准的质量控制要求为，每 20 个样品或每批次样品（少于 20 个）应分析 1 次标准曲线中间浓度点，其测定结果与理论浓度值相对误差应在±30%以内。否则，应重新建立标准曲线。

5.9.4　平行样

平行样的测定可以作为方法精密度的质控手段。《固体废物　有机磷农药的测定　气相色谱法》（HJ 768-2015）规定每批样品（最多 20 个样品）应至少进行 1 次平行测定，平行样品测定结果相对偏差应在 30%以内。《土壤和沉积物　有机磷类和拟除虫菊酯类等 47 种农药的测定　气相色谱-质谱法》（HJ 1023-2019）同样规定了每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）应分析一个平行样，平行样分析结果相对偏差≤30%。

根据 6 家实验室的方法验证统计数据，35 种有机磷农药实验室内相对标准偏差为 0.6%～29%，实验室间相对标准偏差为 3.5%～23%。结合 6 家实验室的方法验证统计数据以及相关行业标准的规定，最终本标准对平行样测定的质量控制要求为，每 20 个样品或每批次样品（少于 20 个）应至少分析 1 个平行样。当测定结果大于方法测定下限时，平行样测定结果的相对偏差应在±40%以内。

5.9.5　基体加标和基体加标平行

由于目前暂无市售土壤有机磷农药有证标准物质，因此本标准采用基体加标的方式作为正确度质控手段。《固体废物　有机磷农药的测定　气相色谱法》（HJ 768-2015）规定每批样品（最多 20 个样品）应至少进行 1 次实际样品加标和 1 次加标平行。实际样品加标回收率应在 50%~140%之间，加标平行样的测定结果相对偏差应在 30%以内。若加标回收率达不到要求，而加标平行符合要求，则说明样品存在基体效应，需在结果中注明。《土壤和沉积物　有机磷类和拟除虫菊酯类等 47 种农药的测定　气相色谱-质谱法》（HJ 1023-2019）则规定每 20 个样品或每批次样品（少于 20 个）应分析一个基体加标样品，加标回收率应在 55%~140%之间。

根据 6 家实验室的方法验证统计数据，35 种有机磷农药基体加标回收率范围为 39.0%～126%，加标回收率最终值分别为 48.5%±18.0%～107%±23.8%。

综上，本标准规定每 20 个样品或每批次样品（少于 20 个）应至少进行 1 次实际样品加标和 1 次加标平行。实际样品加标回收率应在 30%~140%之间，加标平行样的测定结果相对偏差应在±40%以内。

6　方法比对

6.1　方法比对方案

6.1.1 比对方法的选择

国内现行土壤和沉积物中有机磷农药的分析方法有《水、土中有机磷农药测定的气相色谱法》（GB/T 14552-2003）[16]及《土壤和沉积物　有机磷类和拟除虫菊酯类等 47 种农药的测定　气相色谱-质谱法》（HJ 1023-2019）[18]。

由于 HJ 1023-2019 与本标准大部分目标化合物重合，且技术原理相近，因此标准编制组选用 HJ 1023-2019 进行方法比对。

6.1.2 比对样品的来源

本标准适用于土壤和沉积物中有机磷农药的测定，因此需对这 2 种介质同时开展方法比对。标准编制组通过基体加标的方式分别获得 7 组浓度水平相近的土壤及沉积物样品作为比对样品。

6.1.3 比对结果的评价

标准编制组采用本标准作为新方法、HJ 1023-2019 作为比对方法，对上述 7 组土壤及沉积物样品分别进行平行双样测定，平行双样测定的平均值分别记做新方法的测得值（A）和比对方法测得值（B），并计算得到该浓度样品测定结果配对差值（d）、配对差值的算术平均值$\overline{d}$、标准偏差 S_d 以及检验统计量 t 值。若双侧检验 $P< \alpha$（显著性水平）=0.05，则 2 种方法的测定结果有显著差异；反之，则 2 种方法的测定结果没有显著差异。

6.2 方法比对过程及结论

6.2.1 方法比对试验数据

土壤及沉积物方法比对试验数据结果分别见表 6-1 和表 6-2。

6.2.2 方法比对结论

土壤和沉积物方法比对结果表明，两种介质中目标化合物浓度数据的配对检验 t 值范围为 0.09～2.43，小于 $t_{(6,0.95)}$=2.45。因此，本方法与 HJ 1023-2019 两种方法的测定结果无显著性差异，本方法稳定、可靠，能满足定量分析的要求。

表 6-1　土壤样品配对记录表

单位：mg/kg（t 除外）

序号	目标化合物	样品编号	新方法测得值 A	比对方法测得值 B	配对差值 $d=A-B$	配对差值平均值 $\bar{d}$	配对差值标准偏差 S_d	t
1	敌敌畏	1	0.83	0.87	−0.04	0.12	0.15	2.05
		2	1.21	1.25	−0.04			
		3	1.47	1.47	0.00			
		4	1.72	1.68	0.04			
		5	1.85	2.03	−0.18			
		6	2.15	2.54	−0.39			
		7	2.32	2.53	−0.21			
2	甲胺磷	1	0.63	0.64	−0.01	0.08	0.13	1.66
		2	0.91	0.99	−0.08			
		3	1.13	1.10	0.03			
		4	1.34	1.27	0.07			
		5	1.47	1.59	−0.12			
		6	1.74	2.07	−0.33			
		7	1.81	1.96	−0.15			
3	速灭磷	1	0.98	1.10	−0.12	0.04	0.29	0.33
		2	1.43	1.69	−0.26			
		3	1.75	1.93	−0.18			
		4	2.07	2.20	−0.13			
		5	2.23	1.92	0.31			
		6	2.63	2.09	0.54			
		7	2.88	2.78	0.10			
4	内吸磷	1	1.03	1.07	−0.04	0.20	0.25	2.11
		2	1.50	1.53	−0.03			
		3	1.82	1.86	−0.04			
		4	2.14	2.11	0.03			
		5	2.32	2.56	−0.24			
		6	2.73	3.36	−0.63			
		7	2.97	3.42	−0.45			
5	虫线磷	1	1.05	1.03	0.02	0.14	0.30	1.26
		2	1.53	1.50	0.03			
		3	1.84	1.70	0.14			
		4	2.15	1.98	0.17			
		5	2.32	2.73	−0.41			
		6	2.71	3.30	−0.59			
		7	2.95	3.31	−0.36			
6	灭克磷	1	1.03	1.05	−0.02	0.20	0.22	2.33
		2	1.51	1.65	−0.14			
		3	1.83	1.87	−0.04			

序号	目标化合物	样品编号	新方法测得值 A	比对方法测得值 B	配对差值 $d=A-B$	配对差值平均值 $\bar{d}$	配对差值标准偏差 S_d	t
		4	2.16	2.12	0.04			
		5	2.34	2.60	−0.26			
		6	2.74	3.31	−0.57			
		7	2.99	3.38	−0.39			
7	甲拌磷	1	1.00	0.95	0.05	0.18	0.20	2.40
		2	1.48	1.66	−0.18			
		3	1.82	1.94	−0.12			
		4	2.14	2.05	0.09			
		5	2.33	2.63	−0.30			
		6	2.78	3.20	−0.42			
		7	3.06	3.44	−0.38			
8	治螟磷	1	1.04	1.03	0.01	0.10	0.18	1.52
		2	1.52	1.52	0.00			
		3	1.85	1.82	0.03			
		4	2.15	2.07	0.08			
		5	2.33	2.70	−0.37			
		6	2.77	3.08	−0.31			
		7	3.02	3.20	−0.18			
9	二嗪农	1	1.06	1.10	−0.04	0.17	0.21	2.25
		2	1.54	1.66	−0.12			
		3	1.86	1.89	−0.03			
		4	2.17	2.14	0.03			
		5	2.35	2.52	−0.17			
		6	2.76	3.31	−0.55			
		7	3.00	3.34	−0.34			
10	地虫硫磷	1	1.03	1.10	−0.07	0.13	0.18	1.96
		2	1.51	1.55	−0.04			
		3	1.85	1.77	0.08			
		4	2.17	2.14	0.03			
		5	2.36	2.76	−0.40			
		6	2.79	3.03	−0.24			
		7	3.06	3.35	−0.29			
11	乙拌磷	1	0.98	1.09	−0.11	0.17	0.20	2.17
		2	1.46	1.51	−0.05			
		3	1.80	1.79	0.01			
		4	2.13	2.06	0.07			
		5	2.33	2.61	−0.28			
		6	2.78	3.27	−0.49			
		7	3.06	3.39	−0.33			
12	异稻瘟净	1	1.08	1.06	0.02	0.14	0.30	1.24
		2	1.58	1.47	0.11			

序号	目标化合物	样品编号	新方法测得值 A	比对方法测得值 B	配对差值 $d=A-B$	配对差值平均值 $\bar{d}$	配对差值标准偏差 S_d	t
		3	1.92	1.83	0.09			
		4	2.22	2.13	0.09			
		5	2.39	2.61	−0.22			
		6	2.79	3.43	−0.64			
		7	3.01	3.46	−0.45			
13	除线磷	1	1.05	1.08	−0.03	0.17	0.19	2.38
		2	1.53	1.64	−0.11			
		3	1.86	1.88	−0.02			
		4	2.17	2.14	0.03			
		5	2.36	2.68	−0.32			
		6	2.78	3.26	−0.48			
		7	3.02	3.31	−0.29			
14	久效磷	1	0.94	0.96	−0.02	0.20	0.28	1.87
		2	1.37	1.38	−0.01			
		3	1.75	1.72	0.03			
		4	2.11	2.07	0.04			
		5	2.34	2.69	−0.35			
		6	2.80	3.46	−0.66			
		7	3.01	3.43	−0.42			
15	乐果	1	1.04	1.07	−0.03	0.21	0.24	2.33
		2	1.53	1.71	−0.18			
		3	1.88	1.95	−0.07			
		4	2.26	2.25	0.01			
		5	2.48	2.64	−0.16			
		6	2.92	3.58	−0.66			
		7	3.19	3.59	-0.40			
16	皮蝇磷	1	1.05	1.04	0.01	0.13	0.19	1.87
		2	1.53	1.59	−0.06			
		3	1.86	1.86	0.00			
		4	2.17	2.11	0.06			
		5	2.36	2.65	−0.29			
		6	2.78	3.23	−0.45			
		7	3.02	3.22	−0.20			
17	甲基立枯磷	1	1.06	1.11	−0.05	0.15	0.24	1.71
		2	1.55	1.36	0.19			
		3	1.89	1.95	−0.06			
		4	2.20	2.20	0.00			
		5	2.40	2.82	−0.42			
		6	2.82	3.27	−0.45			
		7	3.06	3.35	−0.29			
18	毒死蜱	1	1.06	1.08	−0.02	0.15	0.21	1.89

序号	目标化合物	样品编号	新方法测得值 A	比对方法测得值 B	配对差值 $d=A-B$	配对差值平均值 $\bar{d}$	配对差值标准偏差 S_d	t
		2	1.54	1.61	−0.07			
		3	1.87	1.85	0.02			
		4	2.17	2.10	0.07			
		5	2.37	2.65	−0.28			
		6	2.78	3.30	−0.52			
		7	3.02	3.28	−0.26			
19	甲基对硫磷	1	1.06	1.02	0.04	0.23	0.37	1.60
		2	1.56	1.48	0.08			
		3	1.90	1.85	0.05			
		4	2.19	2.19	0.00			
		5	2.42	2.67	−0.25			
		6	2.85	3.69	−0.84			
		7	3.09	3.73	−0.64			
20	倍硫磷	1	1.05	1.10	−0.05	0.14	0.19	2.01
		2	1.53	1.65	−0.12			
		3	1.87	1.94	−0.07			
		4	2.19	2.18	0.01			
		5	2.38	2.63	−0.25			
		6	2.82	3.34	−0.52			
		7	3.27	3.28	−0.01			
21	马拉硫磷	1	1.05	1.08	−0.03	0.07	0.32	0.58
		2	1.55	1.65	−0.10			
		3	1.89	1.91	−0.02			
		4	2.24	2.16	0.08			
		5	2.44	2.80	−0.36			
		6	2.90	3.41	−0.51			
		7	3.88	3.40	0.48			
22	溴硫磷	1	1.06	1.00	0.06	0.07	0.35	0.54
		2	1.55	1.53	0.02			
		3	1.89	1.79	0.10			
		4	2.20	2.03	0.17			
		5	2.40	2.67	−0.27			
		6	2.83	3.16	−0.33			
		7	3.91	3.17	0.74			
23	杀螟硫磷	1	1.06	1.05	0.01	0.16	0.28	1.49
		2	1.55	1.56	−0.01			
		3	1.88	1.90	−0.02			
		4	2.21	2.15	0.06			
		5	2.40	2.68	−0.28			
		6	2.82	3.58	−0.76			
		7	3.42	3.54	−0.12			

序号	目标化合物	样品编号	新方法测得值 A	比对方法测得值 B	配对差值 $d=A-B$	配对差值平均值 $\bar{d}$	配对差值标准偏差 S_d	t
24	对硫磷	1	1.08	1.04	0.04	0.18	0.35	1.40
		2	1.56	1.50	0.06			
		3	1.88	1.83	0.05			
		4	2.18	2.15	0.03			
		5	2.37	2.51	−0.14			
		6	2.79	3.60	−0.81			
		7	3.03	3.55	−0.52			
25	育畜磷	1	1.05	1.01	0.04	0.20	0.27	1.93
		2	1.52	1.69	−0.17			
		3	1.86	1.84	0.02			
		4	2.16	2.11	0.05			
		5	2.38	2.72	−0.34			
		6	2.79	3.49	−0.70			
		7	3.08	3.39	−0.31			
26	水胺硫磷	1	1.05	1.09	−0.04	0.23	0.27	2.20
		2	1.53	1.68	−0.14			
		3	1.86	1.78	0.08			
		4	2.11	2.18	−0.07			
		5	2.40	2.67	−0.27			
		6	2.70	3.43	−0.73			
		7	3.03	3.45	−0.42			
27	稻丰散	1	1.00	1.08	−0.08	0.18	0.21	2.19
		2	1.50	1.62	−0.12			
		3	1.86	1.87	−0.01			
		4	2.09	2.13	−0.04			
		5	2.43	2.64	−0.21			
		6	2.72	3.35	−0.63			
		7	3.21	3.35	−0.14			
28	甲拌磷砜	1	1.02	1.10	−0.08	0.18	0.22	2.21
		2	1.51	1.51	0.00			
		3	1.85	1.96	−0.11			
		4	2.20	2.14	0.06			
		5	2.41	2.70	−0.29			
		6	2.89	3.48	−0.59			
		7	3.18	3.44	−0.26			
29	丙硫磷	1	1.04	1.03	0.01	0.10	0.16	1.70
		2	1.52	1.58	−0.06			
		3	1.85	1.84	0.01			
		4	2.17	2.09	0.08			
		5	2.38	2.64	−0.26			
		6	2.82	3.19	−0.37			

序号	目标化合物	样品编号	新方法测得值 A	比对方法测得值 B	配对差值 $d=A-B$	配对差值平均值 $\bar{d}$	配对差值标准偏差 S_d	t
		7	3.08	3.22	−0.14			
30	脱叶磷	1	0.98	1.06	−0.08	0.15	0.18	2.29
		2	1.48	1.55	−0.07			
		3	1.81	1.80	0.01			
		4	2.17	2.13	0.04			
		5	2.40	2.74	−0.34			
		6	2.89	3.33	−0.44			
		7	3.20	3.39	−0.19			
31	杀虫畏	1	1.04	1.05	0.01	0.16	0.24	1.78
		2	1.52	1.61	0.09			
		3	1.87	1.88	0.01			
		4	2.21	2.16	0.05			
		5	2.43	2.54	−0.11			
		6	2.87	3.49	−0.62			
		7	3.12	3.47	−0.35			
32	丙溴磷	1	1.03	1.07	−0.04	0.18	0.20	2.32
		2	1.51	1.61	−0.10			
		3	1.84	1.88	−0.04			
		4	2.16	2.12	0.04			
		5	2.38	2.63	−0.25			
		6	2.81	3.33	−0.52			
		7	3.05	3.36	−0.31			
33	地胺磷	1	1.04	1.05	−0.01	0.07	0.15	1.35
		2	1.53	1.61	−0.08			
		3	1.89	1.85	0.04			
		4	2.24	2.12	0.12			
		5	2.47	2.64	−0.17			
		6	2.94	3.26	−0.32			
		7	3.21	3.30	−0.09			
34	三硫磷	1	1.02	1.10	−0.08	0.12	0.16	2.07
		2	1.51	1.60	−0.09			
		3	1.85	1.80	0.05			
		4	2.18	2.13	0.05			
		5	2.40	2.62	−0.22			
		6	2.86	3.27	−0.41			
		7	3.15	3.33	−0.18			
35	三唑磷	1	1.06	1.10	−0.04	0.03	0.18	0.43
		2	1.55	1.53	0.02			
		3	1.91	1.77	0.14			
		4	2.25	2.08	0.17			
		5	2.48	2.53	−0.05			

序号	目标化合物	样品编号	新方法测得值 A	比对方法测得值 B	配对差值 $d=A-B$	配对差值平均值 $\bar{d}$	配对差值标准偏差 S_d	t
		6	2.93	3.30	−0.37			
		7	3.19	3.26	−0.07			

表 6-2　沉积物配对测定记录表

单位：mg/kg（t 除外）

序号	目标化合物	样品编号	新方法测得值 A	比对方法测得值 B	配对差值 $d=A-B$	配对差值平均值 $\bar{d}$	配对差值标准偏差 S_d	t
1	敌敌畏	1	0.88	0.90	−0.02	0.02	0.07	0.57
		2	1.23	1.20	0.03			
		3	1.52	1.43	0.09			
		4	1.75	1.75	0.00			
		5	1.93	1.94	0.01			
		6	2.11	2.24	−0.13			
		7	2.45	2.55	−0.10			
2	甲胺磷	1	0.68	0.68	0.00	0.00	0.06	0.13
		2	0.95	0.91	0.04			
		3	1.18	1.09	0.09			
		4	1.37	1.37	0.00			
		5	1.55	1.57	−0.02			
		6	1.72	1.78	−0.06			
		7	1.88	1.97	−0.09			
3	速灭磷	1	1.06	1.17	−0.11	0.15	0.16	2.39
		2	1.47	1.56	−0.09			
		3	1.82	1.69	0.13			
		4	2.10	2.29	−0.19			
		5	2.34	2.60	−0.26			
		6	2.59	2.98	−0.39			
		7	3.05	3.16	−0.11			
4	内吸磷	1	1.10	1.13	−0.03	0.09	0.12	1.90
		2	1.53	1.52	0.01			
		3	1.89	1.80	0.09			
		4	2.17	2.25	−0.08			
		5	2.40	2.54	−0.14			
		6	2.66	2.88	−0.22			
		7	3.11	3.36	−0.25			
5	虫线磷	1	1.12	1.03	0.09	0.03	0.17	0.52
		2	1.55	1.44	0.11			
		3	1.92	1.75	0.17			
		4	2.18	2.18	0.00			

序号	目标化合物	样品编号	新方法测得值 A	比对方法测得值 B	配对差值 $d=A-B$	配对差值平均值 $\bar{d}$	配对差值标准偏差 S_d	t
		5	2.41	2.50	−0.09			
		6	2.67	2.89	−0.22			
		7	3.09	3.38	−0.29			
6	灭克磷	1	1.10	1.10	0.00	0.08	0.14	1.58
		2	1.52	1.53	−0.01			
		3	1.90	1.78	0.12			
		4	2.18	2.24	−0.06			
		5	2.43	2.53	−0.10			
		6	2.68	2.94	−0.25			
		7	3.14	3.40	−0.26			
7	甲拌磷	1	1.07	1.17	−0.10	0.11	0.14	2.00
		2	1.50	1.58	−0.08			
		3	1.88	1.88	0.00			
		4	2.17	2.03	0.14			
		5	2.43	2.62	−0.19			
		6	2.71	2.97	−0.26			
		7	3.20	3.46	−0.26			
8	治螟磷	1	1.12	1.07	0.05	0.04	0.08	1.52
		2	1.54	1.47	0.07			
		3	1.91	1.74	0.17			
		4	2.19	2.13	0.06			
		5	2.44	2.44	0.00			
		6	2.71	2.78	−0.07			
		7	3.17	3.15	0.02			
9	二嗪农	1	1.13	1.14	−0.01	0.08	0.12	1.71
		2	1.56	1.55	0.01			
		3	1.92	1.84	0.08			
		4	2.21	2.27	−0.06			
		5	2.43	2.53	−0.10			
		6	2.70	2.95	−0.25			
		7	3.15	3.36	−0.21			
10	地虫硫磷	1	1.10	1.13	−0.03	0.07	0.10	2.00
		2	1.53	1.55	−0.02			
		3	1.91	1.84	0.07			
		4	2.21	2.27	−0.06			
		5	2.44	2.53	−0.09			
		6	2.72	2.95	−0.23			
		7	3.21	3.36	−0.15			
11	乙拌磷	1	1.06	1.15	−0.09	0.08	0.11	1.97
		2	1.49	1.56	−0.07			
		3	1.86	1.84	0.02			

序号	目标化合物	样品编号	新方法测得值 A	比对方法测得值 B	配对差值 $d=A-B$	配对差值平均值 $\bar{d}$	配对差值标准偏差 S_d	t
		4	2.17	2.27	−0.10			
		5	2.41	2.33	0.08			
		6	2.70	2.95	−0.25			
		7	3.21	3.39	−0.17			
12	异稻瘟净	1	1.15	1.12	0.03	0.08	0.18	1.14
		2	1.61	1.54	0.07			
		3	1.97	1.84	0.13			
		4	2.26	2.28	−0.02			
		5	2.48	2.63	−0.15			
		6	2.72	3.03	−0.31			
		7	3.22	3.51	−0.29			
13	除线磷	1	1.12	1.13	0.01	0.07	0.12	1.52
		2	1.56	1.57	−0.01			
		3	1.92	1.83	0.09			
		4	2.21	2.22	−0.01			
		5	2.43	2.56	−0.13			
		6	2.70	2.93	−0.23			
		7	3.16	3.35	−0.19			
14	久效磷	1	1.04	1.05	−0.01	0.10	0.14	1.93
		2	1.48	1.47	0.01			
		3	1.83	1.79	0.04			
		4	2.17	2.24	−0.07			
		5	2.48	2.60	−0.12			
		6	2.76	3.01	−0.25			
		7	3.16	3.50	−0.34			
15	乐果	1	1.13	1.15	−0.02	0.08	0.12	1.76
		2	1.59	1.59	0.00			
		3	1.98	1.90	0.08			
		4	2.34	2.37	−0.03			
		5	2.61	2.73	−0.12			
		6	2.90	3.13	−0.23			
		7	3.40	3.63	−0.23			
16	皮蝇磷	1	1.13	1.10	0.03	0.01	0.08	0.45
		2	1.56	1.52	0.04			
		3	1.93	1.82	0.11			
		4	2.22	2.24	−0.02			
		5	2.45	2.46	−0.01			
		6	2.72	2.84	−0.12			
		7	3.17	3.29	−0.12			
17	甲基立枯磷	1	1.14	1.16	−0.02	0.08	0.10	2.03
		2	1.58	1.59	−0.01			

序号	目标化合物	样品编号	新方法测得值 A	比对方法测得值 B	配对差值 $d=A-B$	配对差值平均值 $\bar{d}$	配对差值标准偏差 S_d	t
		3	1.95	1.88	0.07			
		4	2.25	2.31	−0.06			
		5	2.47	2.61	−0.14			
		6	2.75	2.98	−0.23			
		7	3.21	3.38	−0.17			
18	毒死蜱	1	1.13	1.13	0.00	0.05	0.12	1.15
		2	1.57	1.55	0.02			
		3	1.93	1.82	0.11			
		4	2.23	2.23	0.00			
		5	2.44	2.52	−0.08			
		6	2.71	2.92	−0.21			
		7	3.17	3.37	−0.20			
19	甲基对硫磷	1	1.13	1.09	0.04	0.18	0.28	1.67
		2	1.60	1.55	0.05			
		3	1.97	1.89	0.08			
		4	2.28	2.33	−0.05			
		5	2.51	2.76	−0.25			
		6	2.78	3.25	−0.47			
		7	3.25	3.89	−0.64			
20	倍硫磷	1	1.13	1.13	−0.01	0.07	0.11	1.57
		2	1.57	1.57	0.00			
		3	1.93	1.86	0.07			
		4	2.24	2.28	−0.04			
		5	2.47	2.64	−0.17			
		6	2.74	3.00	−0.26			
		7	3.43	3.49	−0.06			
21	马拉硫磷	1	1.13	1.13	0.00	0.07	0.24	0.73
		2	1.58	1.55	0.03			
		3	1.97	1.84	0.13			
		4	2.28	2.28	0.00			
		5	2.52	2.62	−0.10			
		6	2.83	3.00	−0.17			
		7	4.05	3.48	0.57			
22	溴硫磷	1	1.14	1.05	0.09	0.19	0.31	1.66
		2	1.59	1.50	0.09			
		3	1.96	1.75	0.21			
		4	2.25	2.18	0.07			
		5	2.48	2.48	0.00			
		6	2.78	2.78	0.00			
		7	4.12	3.25	0.87			
23	杀螟	1	1.14	1.12	0.02	0.10	0.15	1.86

序号	目标化合物	样品编号	新方法测得值 A	比对方法测得值 B	配对差值 $d=A-B$	配对差值平均值 $\bar{d}$	配对差值标准偏差 S_d	t
	硫磷	2	1.59	1.57	0.02			
		3	1.96	1.92	0.04			
		4	2.26	2.36	−0.10			
		5	2.48	2.69	−0.21			
		6	2.76	3.12	−0.36			
		7	3.58	3.73	−0.15			
24	对硫磷	1	1.14	1.05	0.09	0.19	0.28	1.78
		2	1.59	1.58	0.01			
		3	1.95	1.92	0.03			
		4	2.24	2.29	−0.05			
		5	2.45	2.75	−0.30			
		6	2.71	3.16	−0.45			
		7	3.18	3.81	−0.63			
25	育畜磷	1	1.13	1.08	0.05	0.08	0.16	1.35
		2	1.57	1.52	0.05			
		3	1.90	1.81	0.09			
		4	2.25	2.28	−0.03			
		5	2.46	2.65	−0.19			
		6	2.75	3.01	−0.26			
		7	3.19	3.50	−0.31			
26	水胺硫磷	1	1.13	1.15	−0.01	0.15	0.18	2.18
		2	1.58	1.58	0.00			
		3	1.88	1.86	0.02			
		4	2.25	2.30	−0.05			
		5	2.38	2.63	−0.25			
		6	2.73	3.03	−0.30			
		7	3.07	3.51	−0.44			
27	稻丰散	1	1.11	1.15	−0.04	0.14	0.16	2.32
		2	1.55	1.54	0.01			
		3	1.85	1.89	−0.04			
		4	2.28	2.34	−0.06			
		5	2.38	2.67	−0.29			
		6	2.86	3.01	−0.15			
		7	3.08	3.52	−0.44			
28	甲拌磷砜	1	1.10	1.17	−0.07	0.07	0.14	1.33
		2	1.54	1.59	−0.05			
		3	1.93	1.90	0.03			
		4	2.26	2.12	0.14			
		5	2.51	2.58	−0.07			
		6	2.80	3.06	−0.26			
		7	3.32	3.53	−0.21			

序号	目标化合物	样品编号	新方法测得值 A	比对方法测得值 B	配对差值 $d=A-B$	配对差值平均值 $\bar{d}$	配对差值标准偏差 S_d	t
29	丙硫磷	1	1.11	1.10	0.01	0.00	0.08	0.09
		2	1.55	1.55	0.00			
		3	1.92	1.80	0.12			
		4	2.23	2.22	0.01			
		5	2.45	2.50	−0.05			
		6	2.74	2.89	−0.15			
		7	3.23	3.22	0.01			
30	脱叶磷	1	1.06	1.12	−0.06	0.06	0.07	2.43
		2	1.51	1.54	−0.03			
		3	1.90	1.84	0.06			
		4	2.23	2.28	−0.05			
		5	2.48	2.57	−0.09			
		6	2.80	2.96	−0.16			
		7	3.37	3.47	−0.10			
31	杀虫畏	1	1.13	1.13	0.00	0.14	0.17	2.22
		2	1.58	1.61	−0.03			
		3	1.95	1.91	0.04			
		4	2.28	2.36	−0.08			
		5	2.52	2.71	−0.19			
		6	2.80	3.14	−0.34			
		7	3.29	3.68	−0.38			
32	丙溴磷	1	1.12	1.12	0.00	0.08	0.12	1.79
		2	1.55	1.57	−0.02			
		3	1.92	1.85	0.07			
		4	2.23	2.25	−0.02			
		5	2.45	2.60	−0.15			
		6	2.73	2.97	−0.24			
		7	3.20	3.43	−0.23			
33	地胺磷	1	1.14	1.12	0.02	0.07	0.08	2.28
		2	1.60	1.50	0.10			
		3	1.98	1.78	0.20			
		4	2.33	2.19	0.14			
		5	2.59	2.63	−0.04			
		6	2.86	2.87	0.01			
		7	3.40	3.30	0.10			
34	三硫磷	1	1.10	1.14	−0.04	0.06	0.08	1.80
		2	1.54	1.57	−0.03			
		3	1.92	1.85	0.07			
		4	2.24	2.25	−0.01			
		5	2.47	2.59	−0.12			
		6	2.76	2.95	−0.19			

序号	目标化合物	样品编号	新方法测得值 A	比对方法测得值 B	配对差值 $d=A-B$	配对差值平均值 $\bar{d}$	配对差值标准偏差 S_d	t
		7	3.29	3.38	−0.09			
35	三唑磷	1	1.16	1.10	0.06	0.06	0.09	1.75
		2	1.62	1.52	0.10			
		3	1.99	1.78	0.21			
		4	2.33	2.20	0.13			
		5	2.57	2.54	0.03			
		6	2.85	2.90	0.05			
		7	3.34	3.38	−0.04			

7 方法验证

按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）的要求，组织 6 家有资质的实验室进行验证。根据影响方法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、精密度以及正确度验证等。

7.1 验证单位基本情况

参与方法验证的单位、验证人员的基本情况见表 7-1。验证实验室使用的前处理方式和仪器设备见表 7-2。

表 7-1 参加验证的实验室及人员情况登记表

序号	姓名	性别	年龄	职务或职称	所学专业	参加分析工作年份	单位
1	郭佳惠	男	31	工程师	环境工程	8 年	浙江省杭州生态环境监测中心
	李剑英	女	29	助理工程师	环境工程	6 年	
	曾青青	女	32	工程师	能源、环境与化学工程	2 年	
	汪凌佳	女	39	工程师	资源环境科学	16 年	
2	王晖	男	42	副主任/工程师	无机化学	15 年	浙江省台州生态环境监测中心
	丁苗	女	37	主任/工程师	有机化学	11 年	
	尹东光	男	38	工程师	化学	13 年	
3	杜兰	女	40	高级工程师	环境科学	13 年	重庆市生态环境监测中心
	张飙为	男	29	工程师	应用化学	7 年	
	张玎铃	女	32	工程师	应用化学	7 年	
4	徐艳艳	女	31	工程师	环境科学	2.5 年	杭州谱育科技发展有限公司
	赵华勇	男	36	工程师	应用化学	12 年	
5	郑丽敏	女	33	工程师	化学工程	8 年	广东省生态环境监测中心
	刘紫怡	女	32	工程师	食品科学与工程	8 年	
	陈 蓉	女	32	工程师	应用化学	9 年	
6	廖爱仙	女	40	高级工程师	环境科学	18 年	浙江环境监测

	傅丽莉	女	27	助理工程师	环境科学与工程	2 年	工程有限公司
	韩晓璐	女	34	高级工程师	环境工程	10 年	
	邹德靓	女	32	工程师	环境科学与工程	2 年	
	张玥	女	27	助理工程师	化学工程	2 年	
	张月红	女	29	工程师	环境工程	4 年	

表 7-2　验证单位的前处理方式和仪器设备

序号	验证单位	前处理方式	气相色谱仪品牌及型号	检测器类型
1	浙江省杭州生态环境监测中心	加速溶剂萃取+索氏提取	安捷伦 6890N	FPD
2	浙江省台州生态环境监测中心	加速溶剂萃取+索氏提取	赛默飞 Trace1610	NPD
3	重庆市生态环境监测中心	加速溶剂萃取+索氏提取	岛津 GC-2030	FPD
4	杭州谱育科技发展有限公司	加速溶剂萃取+索氏提取	谱育科技 GC 2000	FPD
5	广东省生态环境监测中心	加速溶剂萃取+索氏提取	赛默飞 TRACE1300	FPD
6	浙江环境监测工程有限公司	加速溶剂萃取+索氏提取	安捷伦 8860 GC	NPD

7.2　方法验证方案

7.2.1　方法检出限、测定下限验证

对加标质量分数为 0.125 mg/kg 的空白石英砂（石英砂中均未检出目标化合物）分别进行 7 次平行测定后，计算方法检出限。检出限值计算出来后，验证实验室按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》HJ 168-2020 的相关规定判断其合理性，即对于目标化合物为多组分的分析方法，一般要求至少有 50%的目标化合物样品浓度在 3～5 倍计算出的方法检出限的范围内，同时，至少要 90%的目标化合物样品浓度在 1～10 倍计算出的方法检出限的范围内，其余不多于 10%的目标化合物样品浓度应不超过 20 倍计算出的方法检出限。若满足上述条件，说明初次用于测定检出限的样品浓度比较合适。

对于初次加标样品测定平均值与检出限比值大于 5 的目标化合物，应降低空白石英砂的加标浓度，重新进行平行分析，直至比值满足要求。对于初次加标样品测定平均值与检出限比值小于 3 的目标化合物，应增加空白石英砂的加标浓度，重新进行平行分析，直至比值满足要求。各家验证单位最终选择比值在 3～5 之间的检出限作为该目标化合物的检出限。

以 6 家验证实验室检出限测定值中的最大值作为本方法的方法检出限。以 4 倍检出限为目标化合物的测定下限。

7.2.2　方法准确度

分别称取 6 份 10.0 g 的空白石英砂、土壤样品和沉积物样品进行精密度测定。样品中均未检出目标化合物，分别按照低、中、高 3 种浓度进行加标，加标质量分数分别为：低浓度

加标浓度为 0.25 mg/kg、中浓度加标浓度为 1.00 mg/kg、高浓度加标浓度为 5.00 mg/kg。加标后，按照本标准建立的方法体系进行样品提取、净化、定容，仪器分析。分别计算各类型加标样品的平均值、标准偏差、相对标准偏差，以及加标回收率。对各验证实验室的数据进行汇总统计分析，计算实验室间相对标准偏差、重复性限和再现性限，以及加标回收率的均值及偏差。

7.3 方法验证过程

考虑标准的普适性，筛选 2 个省级站、2 个省驻市中心站以及 2 个第三方实验室开展方法验证。方法验证实验室地理位置覆盖全国典型地理区域，均通过检验检测机构资质认定或实验室认可，且具备方法验证实验条件。

标准编制组向验证单位提供方法草案、验证方案、标准溶液、实际样品、有证标准物质和验证报告格式。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。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。方法检出限、测定下限、精密度、正确度等方法特性指标均按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）的相关规定进行验证测试。标准编制组对方法验证实验数据进行汇总，给出验证结论，具体见附件一《方法验证报告》。

7.4 方法验证结论

7.4.1 方法检出限及测定下限

本标准采用《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）附录 A.1.1 方法确定检出限，6 家验证实验室使用石英砂进行空白试验，石英砂中均未检出目标化合物，根据 6 家验证实验室确定的方法检出限，选取最高值作为本标准的方法检出限。同时，将验证所得检出限与现行土壤生态环境管理要求进行对比，结果表明该方法检出限可满足相关管理要求。方法检出限、测定下限以及管理要求清单见表 7-3。

表 7-3 方法检出限和测定下限

序号	目标化合物	方法检出限（mg/kg）	测定下限（mg/kg）	土壤生态环境管理相关要求
1	敌敌畏	0.04	0.16	GB 36600-2018 第一类用地筛选值 1.8 mg/kg
2	甲胺磷	0.04	0.16	EPA 居住用地筛选值 3.2 mg/kg
3	速灭磷	0.04	0.16	/
4	内吸磷	0.03	0.12	EPA 居住用地筛选值 2.5 mg/kg
5	虫线磷	0.04	0.16	/
6	灭克磷	0.03	0.12	/
7	甲拌磷	0.03	0.12	EPA 居住用地筛选值 13 mg/kg
8	治螟磷	0.03	0.12	EPA 居住用地筛选值 32 mg/kg
9	二嗪农	0.03	0.12	EPA 居住用地筛选值 44 mg/kg

10	地虫硫磷	0.03	0.12	EPA 居住用地筛选值 130 mg/kg
11	乙拌磷	0.03	0.12	EPA 居住用地筛选值 2.5 mg/kg
12	异稻瘟净	0.04	0.16	/
13	除线磷	0.04	0.16	/
14	久效磷	0.05	0.20	/
15	乐果	0.04	0.16	GB 36600-2018 第一类用地筛选值 86 mg/kg
16	皮蝇磷	0.04	0.16	EPA 居住用地筛选值 3900 mg/kg
17	甲基立枯磷	0.04	0.16	/
18	毒死蜱	0.04	0.16	EPA 居住用地筛选值 63 mg/kg
19	甲基对硫磷	0.04	0.16	EPA 居住用地筛选值 16 mg/kg
20	倍硫磷	0.04	0.16	/
21	马拉硫磷	0.04	0.16	EPA 居住用地筛选值 1300 mg/kg
22	溴硫磷	0.04	0.16	EPA 居住用地筛选值 390 mg/kg
23	杀螟硫磷	0.04	0.16	/
24	对硫磷	0.04	0.16	EPA 居住用地筛选值 380 mg/kg
25	水胺硫磷	0.04	0.16	/
26	育畜磷	0.04	0.16	/
27	稻丰散	0.04	0.16	/
28	甲拌磷砜	0.04	0.16	/
29	丙硫磷	0.04	0.16	/
30	脱叶磷	0.04	0.16	EPA 居住用地筛选值 13 mg/kg
31	杀虫畏	0.04	0.16	/
32	丙溴磷	0.04	0.16	/
33	地胺磷	0.03	0.12	EPA 居住用地筛选值 5.7 mg/kg
34	三硫磷	0.04	0.16	/
35	三唑磷	0.04	0.16	/

因此，最终的方法检出限确定为：当样品取样量为 10.0 g，定容体积为 5.00 mL 时，目标化合物的方法检出限为 0.03 mg/kg～0.05 mg/kg，测定下限为 0.12 mg/kg～0.20 mg/kg。

具体方法检出限验证数据及统计结果详见附件一《方法验证报告》。

7.4.2 方法精密度

6 家实验室分别对有机磷农药加标质量分数为 0.25 mg/kg、1.00 mg/kg 和 5.00 mg/kg 的石英砂样品进行了 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 1.3%～13%、1.6%～8.2%和 1.3%～13%；实验室间相对标准偏差分别为 4.5%～11%、6.0%～14%和 3.5%～12%；重复性限分别为 0.04 mg/kg～0.06 mg/kg、0.11 mg/kg～0.14 mg/kg 和 0.54 mg/kg～0.77 mg/kg；再现性限分别为 0.05 mg/kg～0.10 mg/kg、0.20 mg/kg～0.42 mg/kg 和 0.77 mg/kg～1.76 mg/kg。

6 家实验室分别对有机磷农药加标质量分数为 0.25 mg/kg、1.00 mg/kg 和 5.00 mg/kg 的土壤样品进行了 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 2.0%～12%、1.1%～11%和

0.6%～19%；实验室间相对标准偏差分别为 7.3%～23%、5.0%～20%和 4.0%～14%；重复性限分别为 0.02 mg/kg～0.05 mg/kg、0.07 mg/kg～0.16 mg/kg 和 0.37 mg/kg～0.76 mg/kg；再现性限分别为 0.05 mg/kg～0.11 mg/kg、0.17 mg/kg～0.41 mg/kg 和 0.57 mg/kg～1.82 mg/kg。

6 家实验室分别对有机磷农药加标质量分数为 0.25 mg/kg、1.00 mg/kg 和 5.00 mg/kg 的沉积物样品进行了 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 1.5%～29%、0.9%～15%和 1.4%～20%；实验室间相对标准偏差分别为 6.9%～17%、6.8%～22%和 5.3%～18%；重复性限分别为 0.04 mg/kg～0.09 mg/kg、0.06 mg/kg～0.26 mg/kg 和 0.56 mg/kg～1.44 mg/kg；再现性限分别为 0.06 mg/kg～0.13 mg/kg、0.21 mg/kg～0.50 mg/kg 和 1.09 mg/kg～2.07 mg/kg。

方法验证精密度数据及统计结果详见附件一《方法验证报告》。

7.4.3 方法正确度

6 家实验室分别对有机磷农药加标质量分数为 0.25 mg/kg、1.00 mg/kg 和 5.00 mg/kg 的石英砂样品进行了 6 次重复测定。加标回收率范围分别为 81.2%～126%、78.0%～115%、77.4%～121%，加标回收率最终值分别为 91.0%±8.7%～107%±23.8%、93.7%±13.6%～103%±20.1%和 86.2%±14.4%～104%±12.3%。

6 家实验室分别对有机磷农药加标质量分数为 0.25 mg/kg、1.00 mg/kg 和 5.00 mg/kg 的土壤样品进行了 6 次重复测定。加标回收率范围分别为 45.8%～126%、36.6%～117%、41.0%～114%，加标回收率最终值分别为 57.9%±26.4%～104%±28.8%、48.5%±18.0%～97.8%±17.1%和 49.5%±13.0%～94.0%±10.6%。

6 家实验室分别对有机磷农药加标质量分数为 0.25 mg/kg、1.00 mg/kg 和 5.00 mg/kg 的沉积物样品进行了 6 次重复测定。加标回收率范围分别为 56.3%～116%、39.0%～116%、50.2%～110%，加标回收率最终值分别为 67.4%±15.2%～98.2%±13.6%、55.4%±24.0%～103%±15.5%和 66.5%±24.2%～94.9%±13.4%。

方法验证正确度数据及统计结果详见附件一《方法验证报告》。

8 与开题报告的差异说明

标准制订计划下达时，本标准名称为《土壤和沉积物　有机磷农药的测定　气相色谱法》。经开题论证会专家讨论，标准名称变更为《土壤和沉积物　35 种有机磷农药的测定　气相色谱法》。

征求意见稿标准名称与开题论证一致。

9 参考文献

[1]　中华人民共和国国家卫生健康委员会.GB 2763-2021，食品安全国家标准　食品中农药最大残留限量[S].

[2]　国家市场监督管理总局.GB 5749-2022，生活饮用水卫生标准[S].

[3] 国家环境保护局.GB 3838-2002，地表水环境质量标准[S].
[4] 国家环境保护局.GB 11607-89，渔业水质标准[S].
[5] 国家环境保护局.GB 3097-1997，海水水质标准[S].
[6] 国家质量监督检验检疫总局.GB 14848-2017，地下水质量标准[S].
[7] 国家环境保护局.GB 8978-1996，污水综合排放标准[S].
[8] 国家环境保护局.GB 18918-2002，城镇污水处理厂污染物排放标准[S].
[9] 生态环境部.GB 21523-2024，农药工业水污染物排放标准[S].
[10] 生态环境部. 有机磷类农药工业水污染物排放标准（二次征求意见稿）[S].
[11] 生态环境部.GB 36600-2018，土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）[S].
[12] 国家环境保护总局.GB 5085.3-2007，危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别[S].
[13] 国家环境保护总局.GB 5085.6-2007，危险废物鉴别标准 毒性物质含量鉴别[S].
[14] EPA. Regional Screening Levels (RSLs)-Generic Tables, Tables as of: November 2024. [2024-11-25]. https://www.epa.gov/risk/regional-screening-levels-rsls-generic-tables.
[15] 国家环境保护局.GB 13192-91，水质 有机磷农药的测定 气相色谱法[S].
[16] 国家质量监督检验检疫总局.GB/T 14552-2003，水、土中有机磷农药测定的气相色谱法[S].
[17] 生态环境部.HJ 1071-2019，水质 草甘膦的测定 高效液相色谱法[S].
[18] 生态环境部.HJ 1023-2019，土壤和沉积物 有机磷类和拟除虫菊酯类等 47 种农药的测定 气相色谱-质谱法[S].
[19] 生态环境部.HJ 1189-2021，水质 28 种有机磷农药的测定 气相色谱-质谱法[S].
[20] 生态环境部.HJ 1183-2021，水质 氧化乐果、甲胺磷、乙酰甲胺磷、辛硫磷的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法[S].
[21] 浙江省市场监督管理局.DB33/T 2410-2021，渔业环境中有机磷农药多组分残留量测定气相色谱-串联质谱法[S].
[22] 山东省市场监督管理局.DB37/T 3474-2018，土壤中 12 种有机磷农药及代谢物残留量的测定液相色谱-质谱/质谱法[S].
[23] 环境保护部.HJ 768-2015，固体废物 有机磷农药的测定 气相色谱法[S].
[24] 生态环境部.HJ 963-2018，固体废物 有机磷类和拟除虫菊酯类等 47 种农药的测定气相色谱-质谱法[S].
[25] EPA 8141B-2007 Organophosphorus compounds by gas chromatography [S].
[26] EPA 1699-2007 Pesticides in water, soil, sediment, biosolids, and tissue by HRGC/HRMS [S].
[27] EPA 8270E-2017 Semivolatile organic compounds by gas chromatography/mass spectrometry [S].
[28] EPA 525.2-1995 Determination of organic compounds in drinking water by liquid-solid extraction and capillary column gas chromatography/mass spectrometry [S].

[29] ISO 14182-1999 Animal feeding stuffs-Determination of residues of organophosphorus pesticides-Gas chromatographic method [S].
[30] ISO 16000-31-2014 Indoor Air-Part 31: Measurement of flame retardants and plasticizers based on organophosphorus compounds-Phosphoric acid ester [S].
[31] ASTM D6520-12 Standard practice for the solid phase micro extraction (SPME) of water and its headspace for the analysis of volatile and semi-volatile organic compounds [S].
[32] BS EN 12918-1999 Water quality-Determination of parathion, parathion-methyl and some other organophosphorus compounds in water by dichloromethane analysis [S].
[33] 国家市场监督管理总局.GB/T 5750.9-2023，生活饮用水标准检验方法 第 9 部分：农药指标[S].
[34] 国家质量监督检验检疫总局.GB/T 13595-2004，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[S].
[35] 国家质量监督检验检疫总局.GB/T 14553-2004，粮食、水果和蔬菜中有机磷农药测定的气相色谱法[S].
[36] 国家卫生和计划生育委员会.GB 23200.7-2016，食品安全国家标准 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[S].
[37] 国家卫生和计划生育委员会.GB 23200.8-2016，食品安全国家标准 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[S].
[38] 国家卫生和计划生育委员会.GB 23200.9-2016，食品安全国家标准 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[S].
[39] 国家质量监督检验检疫总局.GB/T 19650-2006，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[S].
[40] 国家质量监督检验检疫总局.GB/T 20769-2008，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[S].
[41] 国家质量监督检验检疫总局.GB/T 20770-2008，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[S].
[42] 国家质量监督检验检疫总局.GB/T 20771-2008，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[S].
[43] 国家质量监督检验检疫总局.GB/T 20772-2008，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[S].
[44] 国家卫生和计划生育委员会.GB 23200.10-2016，食品安全国家标准 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[S].
[45] 国家卫生和计划生育委员会.GB 23200.11-2016，食品安全国家标准 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-质谱法[S].
[46] 国家卫生和计划生育委员会.GB 23200.12-2016，食品安全国家标准 食用菌中 440 种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-质谱法[S].
[47] 国家质量监督检验检疫总局.GB/T 23204-2008，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[S].

[48] 国家卫生和计划生育委员会.GB 23200.13-2016，食品安全国家标准 茶叶中 448 种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-质谱法[S].
[49] 国家卫生和计划生育委员会.GB 23200.14-2016，食品安全国家标准 果蔬汁和果酒中 512 种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-质谱法[S].
[50] 国家质量监督检验检疫总局.GB/T 23207-2008，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[S].
[51] 国家质量监督检验检疫总局.GB/T 23208-2008，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[S].
[52] 国家质量监督检验检疫总局.GB/T 23210-2008，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[S].
[53] 国家质量监督检验检疫总局.GB/T 23211-2008，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[S].
[54] 国家质量监督检验检疫总局.GB/T 23214-2008，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[S].
[55] 国家卫生和计划生育委员会.GB/T 23200.15-2016，食品安全国家标准 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[S].
[56] 国家质量监督检验检疫总局.GB/T 23376-2009，茶叶中农药多残留测定 气相色谱/质谱法[S].
[57] 国家质量监督检验检疫总局. GB/T 23744-2009，饲料中 36 种农药多残留测定 气相色谱-质谱法[S].
[58] 卫生部.GB/T 5009.145-2003，植物性食品中有机磷和氨基甲酸酯类农药多种残留的测定[S].
[59] 卫生部.GB/T 5009.161-2003，动物性食品中有机磷农药多组分残留量的测定[S].
[60] 卫生部. GB/T 5009.20-2003，食品中有机磷农药残留量的测定[S].
[61] 卫生部.GB/T 5009.207-2007，糙米中 50 种有机磷农药残留量的测定[S].
[62] 卫生部.GB/T 5009.218-2008，水果和蔬菜中多种农药残留量的测定[S].
[63] Kjolholt J. Determination of trace amounts of organophosphorus pesticides and related compounds in soils and sediments using capillary gas chromatography and a nitrogen-phosphorus detector[J]. Journal of Chromatography A，1985，325：231.
[64] YANG Z H. Determination of organophosphorus pesticides in soil by dispersive liquid-liquid microextraction and gas chromatography[J]. Journal of Chromatographic Science，2012，50：15.
[65] Merdassa Y. Development of a one-step microwave-assisted extraction method for simultaneous determination of organophosphorus pesticides and fungicides in soils by gas chromatography-mass spectrometry. Talanta，2013，114：227.
[66] Pan L. Organophosphate pesticide agricultural soils from the Yangtze River Delta of China: concentration, distribution, and risk assessment. Research in soil pollution and remediation in china，2018,25:4.

[67] 金珍.气相色谱-质谱法分析蜂蜜中的多种农药残留[J].色谱，2006，24（5）：440.
[68] 王凌.加速溶剂萃取-气相色谱/质谱（ASE-GC/MS）法测定近海沉积物中的有机磷农药[J].中国卫生检验杂志，2007，17（5）：769.
[69] 饶竹.土壤样品中有机磷农药的加速溶剂萃取-气相色谱测定[J].岩矿测试，2010，29（5）：503.
[70] 陈登辉.ASE-GC 法测定土壤中 18 种有机磷农药[J].集美大学学报（自然科学版），2013，18（2）：95.
[71] 许延霞.气质联用检测土壤中有机磷农药的优化研究[J].甘肃农业科技，2017，7：8.
[72] 宋晓娟.快速溶剂萃取-气相色谱-串联质谱法同时测定土壤中有机氯及有机磷农药[J].色谱，2018，36（10）：1038.
[73] 王威.加速溶剂萃取-气相色谱-质谱法同时测定污泥中 37 种有机磷类及拟除虫菊酯类农药[J].理化检验-化学分册，2021，57（7）：591.
[74] 国家环境保护总局.HJ/T 166-2004，土壤环境监测技术规范[S].
[75] 环境保护部.HJ 494-2009，水质　采样技术指导[S].
[76] 国家环境保护总局.HJ/T 91-2002，地表水和污水监测技术规范[S].
[77] 国家质量监督检验检疫总局.GB 17378.3-2007，海洋监测规范　第 3 部分：样品采集、贮存与运输[S].
[78] 生态环境部.HJ 442.4-2020，近岸海域环境监测技术规范　第四部分　近岸海域沉积物监测[S].
[79] 环境保护部.HJ 613-2011，土壤　干物质和水分的测定　重量法[S].
[80] 国家质量监督检验检疫总局.GB 17378.5-2007，海洋监测规范　第 5 部分：沉积物分析[S].
[81] 环境保护部.HJ 783-2016，土壤和沉积物　有机物的提取　加压流体萃取法[S].
[82] EPA 3620C-2014 Florisil cleanup [S].
[83] EPA 3640A-1994 Gel-permeation cleanup [S].
[84] 上海市环境科学学会.T/SSESB 3-2022，土壤和沉积物　冻干法制样技术规范[S].
[85] 国家质量监督检验检疫总局.GB/T 32722-2016，土壤质量　土壤样品长期和短期保存指南[S]。
[86] 陈芒.有机磷农药污染土壤降解修复研究进展[J].环境化学，2023，42（5）：1484.
[87] 武小净.我国主产烟区烟田土壤有机农药残留状况研究[J].土壤，2015，47（5）：979.
[88] 曾阿莹.福州蔬菜基地土壤中有机磷农药残留状况调查[J].亚热带水土保持，2015，27（1）：27.
[89] 黄浩瑜.山东省农田土壤中有机磷农药残留特征与风险评价[J].科技视界，2021，8：183.

附件：

方法验证报告

方法名称：土壤和沉积物　35 种有机磷农药的测定　气相色谱法

项目承担单位：浙江省生态环境监测中心、生态环境部华南环境科学研究所、湖北省生态环境监测中心站、中国环境科学研究院

验证单位：浙江省杭州生态环境监测中心、浙江省台州生态环境监测中心、重庆市生态环境监测中心、杭州谱育科技发展有限公司、广东省生态环境监测中心、浙江环境监测工程有限公司

项目负责人及职称：刘劲松　正高级工程师

通 讯 地 址：杭州市西湖区学院路 117 号　电话：0571-89975337

报告编写人及职称：孙琴琴　工程师

报 告 日 期：2024 年 12 月 31 日

1　原始测试数据

按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）的规定，组织 6 家有资质的实验室对《土壤和沉积物　35 种有机磷农药的测定　气相色谱法》开展方法验证，本方法的 6 家验证单位依次为：1-浙江省杭州生态环境监测中心；2-浙江省台州生态环境监测中心；3-重庆市生态环境监测中心；4-杭州谱育科技发展有限公司；5-广东省生态环境监测中心；6-浙江环境监测工程有限公司。

1.1　实验室基本情况

表 1-1　参加验证的人员情况登记表

序号	姓名	性别	年龄	职务或职称	所学专业	从事相关分析工作年限	单位
1	郭佳惠	男	31	工程师	环境工程	8 年	浙江省杭州生态环境监测中心
	李剑英	女	29	助理工程师	环境工程	6 年	
	曾青青	女	32	工程师	能源、环境与化学工程	2 年	
	汪凌佳	女	39	工程师	资源环境科学	16 年	
2	王晖	男	42	副主任/工程师	无机化学	15 年	浙江省台州生态环境监测中心
	丁苗	女	37	主任/工程师	有机化学	11 年	
	尹东光	男	38	工程师	化学	13 年	
3	杜兰	女	40	高级工程师	环境科学	13 年	重庆市生态环境监测中心
	张飙为	男	29	工程师	应用化学	7 年	
	张玎铃	女	32	工程师	应用化学	7 年	
4	徐艳艳	女	31	工程师	环境科学	2.5 年	杭州谱育科技发展有限公司
	赵华勇	男	36	工程师	应用化学	12 年	
5	郑丽敏	女	33	工程师	化学工程	8 年	广东省生态环境监测中心
	刘紫怡	女	32	工程师	食品科学与工程	8 年	
	陈　蓉	女	32	工程师	应用化学	9 年	
6	廖爱仙	女	40	高级工程师	环境科学	18 年	浙江环境监测工程有限公司
	傅丽莉	女	27	助理工程师	环境科学与工程	2 年	
	韩晓璐	女	34	高级工程师	环境工程	10 年	
	邹德靓	女	32	工程师	环境科学与工程	2 年	
	张玥	女	27	助理工程师	化学工程	2 年	
	张月红	女	29	工程师	环境工程	4 年	

表 1-2　验证单位的前处理方式和仪器设备

序号	验证单位	前处理方式	气相色谱品牌及型号
1	浙江省杭州生态环境监测中心	加速溶剂萃取+索氏提取	安捷伦 6890N
2	浙江省台州生态环境监测中心	加速溶剂萃取+索氏提取	赛默飞 Trace 1610
3	重庆市生态环境监测中心	加速溶剂萃取+索氏提取	岛津 GC-2030

序号	验证单位	前处理方式	气相色谱品牌及型号
4	杭州谱育科技发展有限公司	加速溶剂萃取+索氏提取	谱育科技 GC 2000
5	广东省生态环境监测中心	加速溶剂萃取+索氏提取	赛默飞 Trace 1300
6	浙江环境监测工程有限公司	加速溶剂萃取+索氏提取	安捷伦 8860 GC

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
正己烷	TEDIA HPLC 级、ACS 色谱纯、诺尔施色谱纯、安谱色谱纯、JT BakerHPLC 级	/	/
丙酮	默克 HPLC 级、CNW 色谱纯、ACS 色谱纯、安谱色谱纯、JT Baker 农残级	/	/
二氯甲烷	安谱色谱纯、TEDIA 色谱纯、诺尔施色谱纯、CNW 农残级	/	/
乙腈	默克 HPLC 级、CNW 色谱纯、默克质谱纯、安谱色谱纯、赛默飞色谱纯	/	/
甲苯	安谱色谱纯、ACS 色谱纯、Honeywell 农残级	/	/
无水硫酸钠	国药分析纯、阿拉丁分析纯、成都科隆优级纯、安谱分析纯、沪试分析纯、上海弗霓生物科技有限公司分析纯	高温焙烧	/
石英砂	CNW、安谱、成都科隆优级纯、国药分析纯	高温焙烧	/
注：/表示无此项内容。			

1.2　方法检出限、测定下限测试数据

对加标质量分数为 0.125 mg/kg 的空白石英砂（石英砂中均未检出目标化合物）分别进行 7 次平行测定后，计算方法检出限。方法检出限计算出来后，验证实验室按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ 168-2020）附录 A.1.1 规定判断其合理性，即对于目标化合物为多组分的分析方法，一般要求至少有 50%的目标化合物样品浓度在 3～5 倍计算出的方法检出限的范围内，同时，至少要 90%的目标化合物样品浓度在 1～10 倍计算出的方法检出限的范围内，其余不多于 10%的目标化合物样品浓度应不超过 20 倍计算出的方法检出限。若满足上述条件，说明初次用于测定方法检出限的样品浓度比较合适。

对于初次加标样品测定平均值与检出限比值大于 5 的目标化合物，应降低空白石英砂的加标浓度，重新进行平行分析，直至比值满足要求。对于初次加标样品测定平均值与检出限比值小于 3 的目标化合物，应增加空白石英砂的加标浓度，重新进行平行分析，直至比值满足要求。各家验证单位最终选择比值在 3～5 之间的检出限作为该目标化合物的方法检出限。

以 6 家验证实验室及标准编制单位实验室检出限测定值中的最大值作为本方法的方法检出限。以 4 倍检出限为目标化合物的测定下限。6 家实验室测试数据见表 1-4～表 1-9。

表 1-4　实验室 1 方法检出限、测定下限测试数据表

序号	目标化合物	测定结果（mg/kg）							平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	*t* 值	检出限（mg/kg）	测定下限（mg/kg）
		1	2	3	4	5	6	7					
1	敌敌畏	0.047	0.045	0.046	0.046	0.047	0.047	0.047	0.046	0.001	3.143	0.01	0.04
2	甲胺磷	0.114	0.132	0.110	0.108	0.112	0.140	0.108	0.118	0.013	3.143	0.04	0.16
3	速灭磷	0.045	0.043	0.043	0.043	0.045	0.045	0.044	0.044	0.001	3.143	0.01	0.04
4	内吸磷	0.048	0.049	0.047	0.050	0.049	0.048	0.048	0.048	0.001	3.143	0.01	0.04
5	虫线磷	0.051	0.049	0.049	0.049	0.051	0.051	0.050	0.050	0.001	3.143	0.01	0.04
6	灭克磷	0.050	0.048	0.049	0.048	0.049	0.050	0.050	0.049	0.001	3.143	0.01	0.04
7	甲拌磷	0.050	0.049	0.049	0.050	0.051	0.051	0.050	0.050	0.001	3.143	0.01	0.04
8	治螟磷	0.051	0.049	0.050	0.050	0.051	0.051	0.051	0.050	0.001	3.143	0.01	0.04
9	二嗪农	0.052	0.052	0.051	0.052	0.052	0.052	0.052	0.052	0.001	3.143	0.01	0.04
10	地虫硫磷	0.056	0.051	0.051	0.051	0.051	0.051	0.051	0.052	0.002	3.143	0.01	0.04
11	乙拌磷	0.049	0.049	0.049	0.050	0.050	0.051	0.049	0.050	0.001	3.143	0.01	0.04
12	异稻瘟净	0.048	0.046	0.045	0.047	0.047	0.046	0.046	0.046	0.001	3.143	0.01	0.04
13	除线磷	0.052	0.051	0.051	0.052	0.052	0.052	0.051	0.051	0.001	3.143	0.01	0.04
14	久效磷	0.125	0.147	0.148	0.141	0.149	0.157	0.135	0.143	0.011	3.143	0.04	0.16
15	乐果	0.044	0.042	0.042	0.041	0.043	0.043	0.042	0.042	0.001	3.143	0.01	0.04
16	皮蝇磷	0.050	0.046	0.049	0.046	0.049	0.049	0.047	0.048	0.002	3.143	0.01	0.04
17	甲基立枯磷	0.051	0.049	0.051	0.049	0.051	0.051	0.051	0.050	0.001	3.143	0.01	0.04
18	毒死蜱	0.048	0.050	0.048	0.049	0.048	0.049	0.050	0.049	0.001	3.143	0.01	0.04
19	甲基对硫磷	0.092	0.108	0.113	0.116	0.112	0.117	0.099	0.108	0.009	3.143	0.03	0.12
20	倍硫磷	0.050	0.048	0.049	0.049	0.049	0.050	0.050	0.049	0.001	3.143	0.01	0.04
21	马拉硫磷	0.049	0.048	0.046	0.046	0.047	0.046	0.047	0.047	0.001	3.143	0.01	0.04

序号	目标化合物	测定结果（mg/kg）							平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	*t* 值	检出限（mg/kg）	测定下限（mg/kg）
		1	2	3	4	5	6	7					
22	溴硫磷	0.125	0.111	0.114	0.115	0.114	0.116	0.129	0.118	0.007	3.143	0.03	0.12
23	杀螟硫磷	0.045	0.043	0.042	0.042	0.045	0.042	0.044	0.043	0.001	3.143	0.01	0.04
24	对硫磷	0.090	0.107	0.114	0.114	0.110	0.117	0.096	0.107	0.010	3.143	0.04	0.16
25	育畜磷	0.049	0.049	0.046	0.045	0.046	0.046	0.048	0.047	0.002	3.143	0.01	0.04
26	水胺硫磷	0.045	0.042	0.045	0.044	0.045	0.044	0.043	0.044	0.001	3.143	0.01	0.04
27	稻丰散	0.046	0.045	0.045	0.044	0.045	0.046	0.049	0.046	0.002	3.143	0.01	0.04
28	甲拌磷砜	0.050	0.047	0.046	0.045	0.046	0.048	0.046	0.047	0.002	3.143	0.01	0.04
29	丙硫磷	0.051	0.050	0.051	0.050	0.050	0.051	0.050	0.051	0.001	3.143	0.01	0.04
30	脱叶磷	0.052	0.050	0.050	0.050	0.051	0.050	0.051	0.050	0.001	3.143	0.01	0.04
31	杀虫畏	0.040	0.037	0.039	0.039	0.038	0.040	0.034	0.038	0.002	3.143	0.01	0.04
32	丙溴磷	0.046	0.044	0.044	0.043	0.045	0.044	0.042	0.044	0.001	3.143	0.01	0.04
33	地胺磷	0.046	0.044	0.044	0.044	0.045	0.045	0.044	0.044	0.001	3.143	0.01	0.04
34	三硫磷	0.049	0.049	0.050	0.050	0.050	0.049	0.049	0.049	0.001	3.143	0.01	0.04
35	三唑磷	0.045	0.044	0.041	0.044	0.042	0.044	0.041	0.043	0.002	3.143	0.01	0.04

表 1-5　实验室 2 方法检出限、测定下限测试数据表

序号	目标化合物	测定结果（mg/kg）							平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	*t* 值	检出限（mg/kg）	测定下限（mg/kg）
		1	2	3	4	5	6	7					
1	敌敌畏	0.106	0.117	0.099	0.108	0.120	0.113	0.113	0.111	0.007	3.143	0.03	0.12
2	甲胺磷	0.102	0.115	0.123	0.108	0.118	0.122	0.116	0.115	0.008	3.143	0.03	0.12
3	速灭磷	0.111	0.123	0.105	0.115	0.125	0.127	0.119	0.118	0.008	3.143	0.03	0.12
4	内吸磷	0.115	0.125	0.108	0.117	0.125	0.131	0.121	0.120	0.008	3.143	0.03	0.12
5	虫线磷	0.118	0.129	0.110	0.118	0.128	0.136	0.124	0.123	0.009	3.143	0.03	0.12
6	灭克磷	0.118	0.129	0.111	0.119	0.130	0.134	0.125	0.124	0.008	3.143	0.03	0.12
7	甲拌磷	0.119	0.128	0.111	0.118	0.128	0.132	0.124	0.123	0.007	3.143	0.03	0.12
8	治螟磷	0.119	0.129	0.111	0.119	0.129	0.135	0.126	0.124	0.008	3.143	0.03	0.12
9	二嗪农	0.121	0.131	0.112	0.121	0.132	0.137	0.128	0.126	0.008	3.143	0.03	0.12
10	地虫硫磷	0.126	0.132	0.113	0.119	0.130	0.135	0.134	0.127	0.008	3.143	0.03	0.12
11	乙拌磷	0.117	0.128	0.109	0.118	0.126	0.132	0.123	0.122	0.008	3.143	0.03	0.12
12	异稻瘟净	0.111	0.122	0.105	0.115	0.125	0.131	0.123	0.119	0.009	3.143	0.03	0.12
13	除线磷	0.119	0.131	0.112	0.119	0.132	0.138	0.128	0.125	0.009	3.143	0.03	0.12
14	久效磷	0.103	0.138	0.118	0.125	0.142	0.124	0.118	0.124	0.013	3.143	0.05	0.20
15	乐果	0.113	0.125	0.107	0.113	0.125	0.136	0.121	0.120	0.010	3.143	0.03	0.12
16	皮蝇磷	0.108	0.121	0.102	0.108	0.121	0.127	0.115	0.114	0.009	3.143	0.03	0.12
17	甲基立枯磷	0.119	0.131	0.112	0.120	0.131	0.138	0.125	0.125	0.009	3.143	0.03	0.12
18	毒死蜱	0.115	0.128	0.110	0.119	0.129	0.137	0.124	0.123	0.009	3.143	0.03	0.12
19	甲基对硫磷	0.112	0.129	0.112	0.120	0.129	0.140	0.126	0.124	0.010	3.143	0.04	0.16
20	倍硫磷	0.120	0.131	0.111	0.119	0.130	0.140	0.126	0.125	0.009	3.143	0.03	0.12
21	马拉硫磷	0.115	0.127	0.106	0.115	0.122	0.138	0.120	0.120	0.010	3.143	0.04	0.16

序号	目标化合物	测定结果（mg/kg）							平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	*t* 值	检出限（mg/kg）	测定下限（mg/kg）
		1	2	3	4	5	6	7					
22	溴硫磷	0.111	0.122	0.102	0.109	0.120	0.129	0.115	0.115	0.009	3.143	0.03	0.12
23	杀螟硫磷	0.116	0.130	0.110	0.126	0.137	0.141	0.132	0.128	0.011	3.143	0.04	0.16
24	对硫磷	0.121	0.133	0.116	0.125	0.138	0.146	0.134	0.131	0.010	3.143	0.04	0.16
25	育畜磷	0.115	0.125	0.108	0.115	0.127	0.132	0.120	0.120	0.008	3.143	0.03	0.12
26	水胺硫磷	0.111	0.122	0.106	0.113	0.123	0.130	0.120	0.118	0.008	3.143	0.03	0.12
27	稻丰散	0.113	0.124	0.114	0.114	0.134	0.132	0.120	0.121	0.009	3.143	0.03	0.12
28	甲拌磷砜	0.115	0.126	0.110	0.114	0.132	0.138	0.121	0.122	0.010	3.143	0.04	0.16
29	丙硫磷	0.118	0.130	0.112	0.118	0.129	0.142	0.124	0.125	0.010	3.143	0.04	0.16
30	脱叶磷	0.119	0.132	0.113	0.120	0.131	0.139	0.126	0.126	0.009	3.143	0.03	0.12
31	杀虫畏	0.112	0.123	0.107	0.117	0.121	0.132	0.123	0.119	0.008	3.143	0.03	0.12
32	丙溴磷	0.114	0.124	0.108	0.117	0.123	0.134	0.122	0.120	0.008	3.143	0.03	0.12
33	地胺磷	0.107	0.117	0.097	0.113	0.115	0.134	0.120	0.115	0.012	3.143	0.04	0.16
34	三硫磷	0.118	0.131	0.111	0.119	0.130	0.138	0.125	0.125	0.009	3.143	0.03	0.12
35	三唑磷	0.110	0.119	0.102	0.112	0.123	0.130	0.119	0.116	0.009	3.143	0.03	0.12

表 1-6　实验室 3 方法检出限、测定下限测试数据表

序号	目标化合物	测定结果（mg/kg）							平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	*t* 值	检出限（mg/kg）	测定下限（mg/kg）
		1	2	3	4	5	6	7					
1	敌敌畏	0.105	0.103	0.094	0.088	0.100	0.099	0.128	0.102	0.012	3.143	0.04	0.16
2	甲胺磷	0.116	0.118	0.104	0.109	0.109	0.127	0.126	0.115	0.009	3.143	0.03	0.12
3	速灭磷	0.105	0.102	0.099	0.103	0.112	0.126	0.129	0.111	0.012	3.143	0.04	0.16
4	内吸磷	0.047	0.051	0.047	0.045	0.053	0.050	0.048	0.049	0.003	3.143	0.01	0.04
5	虫线磷	0.050	0.052	0.049	0.047	0.052	0.051	0.050	0.050	0.002	3.143	0.01	0.04
6	灭克磷	0.047	0.054	0.048	0.047	0.052	0.053	0.053	0.051	0.003	3.143	0.01	0.04
7	甲拌磷	0.049	0.049	0.047	0.046	0.050	0.048	0.048	0.048	0.001	3.143	0.01	0.04
8	治螟磷	0.049	0.054	0.048	0.047	0.054	0.053	0.053	0.051	0.003	3.143	0.01	0.04
9	二嗪农	0.050	0.052	0.049	0.047	0.053	0.051	0.051	0.050	0.002	3.143	0.01	0.04
10	地虫硫磷	0.055	0.054	0.050	0.048	0.053	0.053	0.052	0.052	0.002	3.143	0.01	0.04
11	乙拌磷	0.048	0.046	0.047	0.051	0.054	0.052	0.052	0.050	0.003	3.143	0.01	0.04
12	异稻瘟净	0.050	0.051	0.048	0.047	0.051	0.051	0.049	0.050	0.002	3.143	0.01	0.04
13	除线磷	0.051	0.051	0.049	0.048	0.052	0.051	0.050	0.050	0.001	3.143	0.01	0.04
14	久效磷	0.127	0.152	0.148	0.142	0.144	0.146	0.148	0.144	0.008	3.143	0.03	0.12
15	乐果	0.051	0.051	0.048	0.046	0.052	0.051	0.051	0.050	0.002	3.143	0.01	0.04
16	皮蝇磷	0.048	0.049	0.047	0.045	0.049	0.049	0.047	0.048	0.001	3.143	0.01	0.04
17	甲基立枯磷	0.049	0.051	0.047	0.045	0.052	0.050	0.050	0.049	0.002	3.143	0.01	0.04
18	毒死蜱	0.051	0.053	0.050	0.049	0.054	0.052	0.051	0.051	0.002	3.143	0.01	0.04
19	甲基对硫磷	0.046	0.044	0.042	0.041	0.050	0.045	0.047	0.045	0.003	3.143	0.01	0.04
20	倍硫磷	0.050	0.051	0.050	0.047	0.052	0.050	0.050	0.050	0.001	3.143	0.01	0.04
21	马拉硫磷	0.055	0.055	0.051	0.052	0.051	0.054	0.051	0.053	0.002	3.143	0.01	0.04

序号	目标化合物	测定结果（mg/kg）							平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	*t* 值	检出限（mg/kg）	测定下限（mg/kg）
		1	2	3	4	5	6	7					
22	溴硫磷	0.050	0.050	0.049	0.047	0.050	0.049	0.048	0.049	0.001	3.143	0.01	0.04
23	杀螟硫磷	0.051	0.054	0.050	0.046	0.055	0.053	0.052	0.052	0.003	3.143	0.01	0.04
24	对硫磷	0.045	0.047	0.045	0.045	0.053	0.049	0.050	0.048	0.003	3.143	0.01	0.04
25	育畜磷	0.049	0.047	0.044	0.044	0.048	0.046	0.045	0.046	0.002	3.143	0.01	0.04
26	水胺硫磷	0.050	0.049	0.047	0.046	0.049	0.048	0.047	0.048	0.001	3.143	0.01	0.04
27	稻丰散	0.051	0.051	0.049	0.047	0.052	0.051	0.050	0.050	0.002	3.143	0.01	0.04
28	甲拌磷砜	0.051	0.050	0.048	0.047	0.052	0.051	0.050	0.050	0.002	3.143	0.01	0.04
29	丙硫磷	0.051	0.051	0.050	0.047	0.051	0.051	0.050	0.050	0.001	3.143	0.01	0.04
30	脱叶磷	0.047	0.047	0.045	0.040	0.048	0.046	0.046	0.045	0.003	3.143	0.01	0.04
31	杀虫畏	0.053	0.054	0.049	0.047	0.054	0.052	0.053	0.052	0.002	3.143	0.01	0.04
32	丙溴磷	0.055	0.055	0.052	0.051	0.058	0.057	0.055	0.055	0.003	3.143	0.01	0.04
33	地胺磷	0.059	0.058	0.055	0.053	0.059	0.058	0.058	0.057	0.002	3.143	0.01	0.04
34	三硫磷	0.116	0.135	0.130	0.137	0.133	0.130	0.124	0.129	0.007	3.143	0.03	0.12
35	三唑磷	0.106	0.145	0.139	0.140	0.136	0.131	0.130	0.132	0.013	3.143	0.04	0.16

表 1-7　实验室 4 方法检出限、测定下限测试数据表

序号	目标化合物	测定结果（mg/kg）							平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	*t* 值	检出限（mg/kg）	测定下限（mg/kg）
		1	2	3	4	5	6	7					
1	敌敌畏	0.090	0.091	0.093	0.099	0.092	0.091	0.100	0.094	0.004	3.143	0.02	0.08
2	甲胺磷	0.157	0.132	0.143	0.133	0.154	0.136	0.144	0.143	0.010	3.143	0.04	0.16
3	速灭磷	0.026	0.030	0.031	0.027	0.027	0.031	0.024	0.028	0.002	3.143	0.01	0.04
4	内吸磷	0.120	0.119	0.114	0.116	0.112	0.121	0.126	0.118	0.005	3.143	0.02	0.08
5	虫线磷	0.036	0.041	0.037	0.040	0.039	0.041	0.036	0.039	0.002	3.143	0.01	0.04
6	灭克磷	0.039	0.042	0.035	0.040	0.039	0.042	0.036	0.039	0.003	3.143	0.01	0.04
7	甲拌磷	0.043	0.047	0.041	0.045	0.044	0.048	0.041	0.044	0.003	3.143	0.01	0.04
8	治螟磷	0.040	0.044	0.042	0.044	0.044	0.047	0.041	0.043	0.002	3.143	0.01	0.04
9	二嗪农	0.049	0.056	0.050	0.053	0.053	0.058	0.051	0.053	0.003	3.143	0.01	0.04
10	地虫硫磷	0.043	0.047	0.044	0.045	0.045	0.049	0.044	0.045	0.002	3.143	0.01	0.04
11	乙拌磷	0.040	0.046	0.040	0.044	0.043	0.044	0.039	0.042	0.003	3.143	0.01	0.04
12	异稻瘟净	0.041	0.045	0.041	0.044	0.043	0.047	0.042	0.043	0.002	3.143	0.01	0.04
13	除线磷	0.037	0.041	0.038	0.041	0.040	0.043	0.039	0.040	0.002	3.143	0.01	0.04
14	久效磷	0.033	0.037	0.033	0.035	0.036	0.035	0.030	0.034	0.002	3.143	0.01	0.04
15	乐果	0.108	0.103	0.107	0.096	0.103	0.106	0.107	0.104	0.004	3.143	0.02	0.08
16	皮蝇磷	0.106	0.107	0.101	0.093	0.103	0.102	0.103	0.102	0.005	3.143	0.02	0.08
17	甲基立枯磷	0.040	0.044	0.041	0.044	0.043	0.045	0.040	0.042	0.002	3.143	0.01	0.04
18	毒死蜱	0.110	0.110	0.113	0.104	0.104	0.110	0.112	0.109	0.004	3.143	0.02	0.08
19	甲基对硫磷	0.103	0.102	0.102	0.093	0.100	0.100	0.102	0.100	0.004	3.143	0.02	0.08
20	倍硫磷	0.039	0.043	0.041	0.042	0.042	0.045	0.042	0.042	0.002	3.143	0.01	0.04
21	马拉硫磷	0.108	0.110	0.109	0.101	0.105	0.106	0.108	0.107	0.003	3.143	0.02	0.08

序号	目标化合物	测定结果（mg/kg）							平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	*t* 值	检出限（mg/kg）	测定下限（mg/kg）
		1	2	3	4	5	6	7					
22	溴硫磷	0.102	0.104	0.097	0.090	0.099	0.098	0.099	0.098	0.004	3.143	0.02	0.08
23	杀螟硫磷	0.110	0.111	0.108	0.100	0.104	0.105	0.107	0.106	0.004	3.143	0.02	0.08
24	对硫磷	0.037	0.042	0.037	0.042	0.041	0.044	0.039	0.040	0.003	3.143	0.01	0.04
25	育畜磷	0.051	0.057	0.053	0.055	0.055	0.056	0.053	0.054	0.002	3.143	0.01	0.04
26	水胺硫磷	0.045	0.057	0.048	0.049	0.052	0.055	0.047	0.050	0.005	3.143	0.02	0.08
27	稻丰散	0.042	0.044	0.042	0.044	0.045	0.045	0.043	0.043	0.001	3.143	0.01	0.04
28	甲拌磷砜	0.040	0.044	0.040	0.044	0.042	0.045	0.042	0.042	0.002	3.143	0.01	0.04
29	丙硫磷	0.037	0.041	0.037	0.041	0.040	0.043	0.038	0.039	0.002	3.143	0.01	0.04
30	脱叶磷	0.035	0.038	0.037	0.038	0.039	0.039	0.036	0.037	0.002	3.143	0.01	0.04
31	杀虫畏	0.119	0.107	0.117	0.107	0.128	0.114	0.123	0.116	0.008	3.143	0.03	0.12
32	丙溴磷	0.049	0.052	0.046	0.050	0.050	0.051	0.047	0.049	0.002	3.143	0.01	0.04
33	地胺磷	0.101	0.103	0.104	0.096	0.096	0.100	0.104	0.101	0.004	3.143	0.02	0.08
34	三硫磷	0.039	0.043	0.039	0.042	0.041	0.044	0.039	0.041	0.002	3.143	0.01	0.04
35	三唑磷	0.044	0.051	0.041	0.045	0.043	0.046	0.042	0.045	0.003	3.143	0.01	0.04

表 1-8　实验室 5 方法检出限、测定下限测试数据表

序号	目标化合物	测定结果（mg/kg）							平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	*t* 值	检出限（mg/kg）	测定下限（mg/kg）
		1	2	3	4	5	6	7					
1	敌敌畏	0.045	0.047	0.042	0.049	0.050	0.046	0.048	0.047	0.003	3.143	0.01	0.04
2	甲胺磷	0.130	0.139	0.128	0.145	0.141	0.126	0.143	0.136	0.008	3.143	0.03	0.12
3	速灭磷	0.122	0.130	0.123	0.140	0.135	0.122	0.136	0.130	0.007	3.143	0.03	0.12
4	内吸磷	0.130	0.141	0.131	0.148	0.143	0.127	0.146	0.138	0.009	3.143	0.03	0.12
5	虫线磷	0.122	0.133	0.121	0.142	0.136	0.122	0.140	0.131	0.009	3.143	0.03	0.12
6	灭克磷	0.125	0.133	0.125	0.143	0.136	0.125	0.138	0.132	0.007	3.143	0.03	0.12
7	甲拌磷	0.043	0.049	0.041	0.046	0.048	0.045	0.046	0.046	0.003	3.143	0.01	0.04
8	治螟磷	0.128	0.141	0.130	0.149	0.144	0.129	0.147	0.138	0.009	3.143	0.03	0.12
9	二嗪农	0.128	0.141	0.130	0.147	0.144	0.126	0.146	0.137	0.009	3.143	0.03	0.12
10	地虫硫磷	0.123	0.136	0.123	0.143	0.137	0.125	0.143	0.133	0.009	3.143	0.03	0.12
11	乙拌磷	0.125	0.136	0.126	0.145	0.141	0.125	0.144	0.135	0.009	3.143	0.03	0.12
12	异稻瘟净	0.125	0.140	0.129	0.148	0.142	0.127	0.151	0.137	0.010	3.143	0.04	0.16
13	除线磷	0.123	0.136	0.127	0.146	0.140	0.126	0.148	0.135	0.010	3.143	0.04	0.16
14	久效磷	0.121	0.136	0.125	0.148	0.142	0.123	0.148	0.135	0.012	3.143	0.04	0.16
15	乐果	0.121	0.140	0.130	0.148	0.142	0.126	0.147	0.136	0.011	3.143	0.04	0.16
16	皮蝇磷	0.122	0.139	0.118	0.144	0.143	0.126	0.147	0.134	0.012	3.143	0.04	0.16
17	甲基立枯磷	0.123	0.138	0.119	0.148	0.141	0.128	0.148	0.135	0.012	3.143	0.04	0.16
18	毒死蜱	0.126	0.141	0.132	0.152	0.141	0.129	0.152	0.139	0.010	3.143	0.04	0.16
19	甲基对硫磷	0.124	0.137	0.127	0.144	0.141	0.126	0.147	0.135	0.009	3.143	0.03	0.12
20	倍硫磷	0.126	0.138	0.130	0.150	0.144	0.128	0.151	0.138	0.010	3.143	0.04	0.16
21	马拉硫磷	0.130	0.146	0.135	0.150	0.147	0.128	0.151	0.141	0.010	3.143	0.04	0.16

序号	目标化合物	测定结果（mg/kg）							平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	*t* 值	检出限（mg/kg）	测定下限（mg/kg）
		1	2	3	4	5	6	7					
22	溴硫磷	0.123	0.135	0.124	0.150	0.145	0.129	0.151	0.137	0.012	3.143	0.04	0.16
23	杀螟硫磷	0.124	0.138	0.128	0.148	0.143	0.126	0.150	0.137	0.011	3.143	0.04	0.16
24	对硫磷	0.124	0.142	0.130	0.151	0.146	0.129	0.151	0.139	0.011	3.143	0.04	0.16
25	育畜磷	0.127	0.144	0.129	0.149	0.149	0.131	0.153	0.140	0.011	3.143	0.04	0.16
26	水胺硫磷	0.125	0.140	0.129	0.155	0.140	0.126	0.151	0.138	0.012	3.143	0.04	0.16
27	稻丰散	0.127	0.139	0.134	0.147	0.146	0.123	0.148	0.138	0.010	3.143	0.04	0.16
28	甲拌磷砜	0.125	0.142	0.133	0.155	0.148	0.129	0.155	0.141	0.012	3.143	0.04	0.16
29	丙硫磷	0.129	0.147	0.134	0.151	0.146	0.130	0.156	0.142	0.011	3.143	0.04	0.16
30	脱叶磷	0.129	0.146	0.129	0.153	0.146	0.129	0.157	0.141	0.012	3.143	0.04	0.16
31	杀虫畏	0.126	0.143	0.130	0.150	0.148	0.132	0.153	0.140	0.011	3.143	0.04	0.16
32	丙溴磷	0.130	0.144	0.133	0.157	0.153	0.132	0.161	0.144	0.013	3.143	0.04	0.16
33	地胺磷	0.121	0.136	0.125	0.148	0.142	0.123	0.150	0.135	0.012	3.143	0.04	0.16
34	三硫磷	0.127	0.147	0.134	0.158	0.151	0.132	0.142	0.141	0.011	3.143	0.04	0.16
35	三唑磷	0.126	0.146	0.130	0.159	0.151	0.130	0.148	0.141	0.013	3.143	0.04	0.16

表 1-9　实验室 6 方法检出限、测定下限测试数据表

序号	目标化合物	测定结果（mg/kg）							平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	*t* 值	检出限（mg/kg）	测定下限（mg/kg）
		1	2	3	4	5	6	7					
1	敌敌畏	0.124	0.131	0.136	0.140	0.131	0.150	0.132	0.135	0.008	3.143	0.03	0.12
2	甲胺磷	0.132	0.130	0.145	0.147	0.134	0.146	0.147	0.140	0.008	3.143	0.03	0.12
3	速灭磷	0.129	0.131	0.140	0.142	0.135	0.147	0.147	0.139	0.007	3.143	0.03	0.12
4	内吸磷	0.059	0.052	0.054	0.058	0.058	0.053	0.059	0.056	0.003	3.143	0.02	0.08
5	虫线磷	0.132	0.133	0.145	0.146	0.138	0.149	0.148	0.142	0.007	3.143	0.03	0.12
6	灭克磷	0.129	0.130	0.140	0.141	0.134	0.149	0.146	0.138	0.008	3.143	0.03	0.12
7	甲拌磷	0.129	0.138	0.145	0.148	0.140	0.149	0.146	0.142	0.007	3.143	0.03	0.12
8	治螟磷	0.127	0.137	0.146	0.147	0.139	0.148	0.150	0.142	0.008	3.143	0.03	0.12
9	二嗪农	0.137	0.131	0.148	0.148	0.142	0.149	0.147	0.143	0.007	3.143	0.03	0.12
10	地虫硫磷	0.140	0.141	0.148	0.149	0.146	0.148	0.128	0.143	0.008	3.143	0.03	0.12
11	乙拌磷	0.134	0.135	0.148	0.148	0.139	0.149	0.148	0.143	0.007	3.143	0.03	0.12
12	异稻瘟净	0.137	0.128	0.149	0.148	0.126	0.149	0.147	0.140	0.010	3.143	0.04	0.16
13	除线磷	0.134	0.136	0.148	0.148	0.129	0.148	0.148	0.142	0.008	3.143	0.03	0.12
14	久效磷	0.057	0.054	0.053	0.059	0.057	0.059	0.052	0.056	0.003	3.143	0.02	0.08
15	乐果	0.140	0.126	0.149	0.148	0.123	0.148	0.149	0.140	0.011	3.143	0.04	0.16
16	皮蝇磷	0.057	0.057	0.057	0.058	0.058	0.054	0.050	0.056	0.003	3.143	0.02	0.08
17	甲基立枯磷	0.058	0.058	0.059	0.055	0.058	0.052	0.052	0.056	0.003	3.143	0.02	0.08
18	毒死蜱	0.124	0.142	0.148	0.146	0.130	0.148	0.149	0.141	0.010	3.143	0.04	0.16
19	甲基对硫磷	0.130	0.138	0.148	0.148	0.132	0.144	0.146	0.141	0.007	3.143	0.03	0.12
20	倍硫磷	0.143	0.130	0.149	0.148	0.149	0.144	0.148	0.144	0.007	3.143	0.03	0.12
21	马拉硫磷	0.058	0.059	0.059	0.058	0.054	0.053	0.052	0.056	0.003	3.143	0.02	0.08

序号	目标化合物	测定结果（mg/kg）							平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	*t* 值	检出限（mg/kg）	测定下限（mg/kg）
		1	2	3	4	5	6	7					
22	溴硫磷	0.137	0.129	0.143	0.139	0.145	0.127	0.135	0.136	0.007	3.143	0.03	0.12
23	杀螟硫磷	0.056	0.055	0.058	0.055	0.049	0.053	0.056	0.055	0.003	3.143	0.01	0.04
24	对硫磷	0.134	0.134	0.145	0.146	0.127	0.144	0.148	0.140	0.008	3.143	0.03	0.12
25	育畜磷	0.141	0.143	0.132	0.149	0.145	0.150	0.131	0.142	0.007	3.143	0.03	0.12
26	水胺硫磷	0.142	0.141	0.127	0.146	0.147	0.134	0.141	0.140	0.007	3.143	0.03	0.12
27	稻丰散	0.143	0.146	0.142	0.148	0.143	0.120	0.140	0.140	0.009	3.143	0.03	0.12
28	甲拌磷砜	0.141	0.143	0.149	0.149	0.145	0.140	0.127	0.142	0.007	3.143	0.03	0.12
29	丙硫磷	0.142	0.143	0.147	0.143	0.148	0.147	0.129	0.143	0.007	3.143	0.03	0.12
30	脱叶磷	0.142	0.144	0.148	0.146	0.146	0.139	0.125	0.141	0.008	3.143	0.03	0.12
31	杀虫畏	0.136	0.108	0.142	0.145	0.141	0.136	0.141	0.135	0.012	3.143	0.04	0.16
32	丙溴磷	0.133	0.116	0.141	0.143	0.139	0.148	0.141	0.137	0.010	3.143	0.04	0.16
33	地胺磷	0.057	0.050	0.057	0.050	0.057	0.054	0.056	0.054	0.003	3.143	0.01	0.04
34	三硫磷	0.136	0.129	0.149	0.149	0.144	0.140	0.140	0.141	0.007	3.143	0.03	0.12
35	三唑磷	0.136	0.145	0.148	0.146	0.149	0.133	0.149	0.144	0.007	3.143	0.03	0.12

1.3 校准曲线测试数据

分别取适量的有机磷农药标准贮备液，用丙酮稀释配制成质量浓度分别为 0.5 μg/mL、1.0 μg/mL、2.0 μg/mL、5.0 μg/mL、10.0 μg/mL 的标准系列溶液，由低浓度到高浓度依次对标准系列溶液分析，记录目标化合物的保留时间和峰面积。以标准系列溶液中目标化合物浓度为横坐标，对应的峰面积为纵坐标，建立标准曲线。对含有同分异构体的目标化合物，例如速灭磷及内吸磷，对其所有同分异构体的面积加和作为该目标化合物的面积计算。

记录校准曲线的方程及相关系数，6 家验证实验室测试数据见表 1-10～表 1-15。

表 1-10 实验室 1 校准曲线测试数据表

序号	目标化合物	标准浓度系列/(μg/mL)	原点参与曲线的方式	相关系数	方程	中间点测定误差
1	敌敌畏	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=5.29\times10^3x-282$	-0.7%
2	甲胺磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9998	$y=6.86\times10^3x-1.63\times10^3$	-2.6%
3	速灭磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999 0.9999	$y=5.49\times10^3x-453$ $y=5.48\times10^3x-160$	-0.5%
4	内吸磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999 0.9999	$y=4.15\times10^3x-3.26$ $y=4.15\times10^3x-23.8$	1.6%
5	虫线磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=4.86\times10^3x+58.9$	1.6%
6	灭克磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9997	$y=4.88\times10^3x-362$	1.0%
7	甲拌磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	1.0000	$y=4.41\times10^3x-102$	0.8%
8	治螟磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=8.58\times10^3x-5.82$	0.4%
9	二嗪农	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=4.51\times10^3x-21.6$	1.4%
10	地虫硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=4.90\times10^3x-158$	1.2%
11	乙拌磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=4.75\times10^3x-138$	1.3%
12	异稻瘟净	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	1.0000	$y=4.13\times10^3x-316$	0.2%
13	除线磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=4.07\times10^3x-104$	1.1%
14	久效磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9995	$y=4.53\times10^3x-1.62\times10^3$	-3.6%
15	乐果	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=4.56\times10^3x-610$	-1.1%
16	皮蝇磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=3.31\times10^3x-6.76$	1.8%
17	甲基立枯磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=4.04\times10^3x+39.6$	1.3%
18	毒死蜱	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=3.35\times10^3x+72.3$	1.9%
19	甲基对硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=3.87\times10^3x-350$	-2.1%
20	倍硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=4.25\times10^3x+25.7$	2.0%
21	马拉硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=3.03\times10^3x-158$	1.8%
22	溴硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=2.78\times10^3x-125$	2.7%
23	杀螟硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9996	$y=4.10\times10^3x-804$	-1.8%
24	对硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=4.12\times10^3x-433$	-3.4%
25	育畜磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=3.73\times10^3x-237$	-0.1%
26	水胺硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9998	$y=4.05\times10^3x-605$	-0.3%
27	稻丰散	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=3.11\times10^3x-433$	-0.6%

序号	目标化合物	标准浓度系列/(μg/mL)	原点参与曲线的方式	相关系数	方程	中间点测定误差
28	甲拌磷砜	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=3.59\times10^3x-188$	0.6%
29	丙硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=3.13\times10^3x-29.4$	1.2%
30	脱叶磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=3.57\times10^3x-246$	0.6%
31	杀虫畏	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=3.02\times10^3x-279$	1.0%
32	丙溴磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=3.31\times10^3x-328$	1.0%
33	地胺磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=4.03\times10^3x-431$	-0.3%
34	三硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=3.06\times10^3x-137$	1.0%
35	三唑磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=3.42\times10^3x-510$	-0.5%
注：原点参与曲线的方式如忽略、包含、强制等。						

表 1-11　实验室 2 校准曲线测试数据表

序号	目标化合物	标准浓度系列/(μg/mL)	原点参与曲线的方式	相关系数	方程	中间点测定误差
1	敌敌畏	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.996	y=2.89x-1.04	-4.6%
2	甲胺磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9998	y=2.79x+0.14	3.9%
3	速灭磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9995	y=2.10x-0.06	3.0%
4	内吸磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9998	y=1.85x+0.17	-0.8%
5	虫线磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9998	y=2.79x+0.40	4.1%
6	灭克磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=2.28x+0.37	4.7%
7	甲拌磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=2.04x+0.38	5.1%
8	治螟磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9997	y=3.26x+0.94	7.2%
9	二嗪农	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=2.30x+0.31	4.1%
10	地虫硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=2.44x+0.38	4.0%
11	乙拌磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=2.18x+0.33	3.5%
12	异稻瘟净	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9998	y=1.75x+0.12	3.9%
13	除线磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.997	y=2.55x-0.73	-2.0%
14	久效磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9993	y=2.05x-0.40	1.0%
15	乐果	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9998	y=2.52x+0.10	3.5%
16	皮蝇磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.995	y=2.22x-0.91	-4.1%
17	甲基立枯磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.997	y=2.67x-0.84	-2.6%
18	毒死蜱	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.995	y=2.50x-1.01	-4.8%
19	甲基对硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9996	y=1.78x-0.09	1.2%
20	倍硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=1.83x+0.20	3.7%
21	马拉硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9998	y=1.42x+0.08	2.1%
22	溴硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.996	y=1.65x-0.57	-3.5%
23	杀螟硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9998	y=1.75x+0.02	2.7%
24	对硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9996	y=1.781x+0.07	3.7%
25	育畜磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=1.62x+0.22	4.8%

序号	目标化合物	标准浓度系列/(μg/mL)	原点参与曲线的方式	相关系数	方程	中间点测定误差
26	水胺硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.996	y=2.32x-0.73	-2.6%
27	稻丰散	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9997	y=1.38x+0.02	2.9%
28	甲拌磷砜	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=1.59x+0.14	2.9%
29	丙硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.997	y=2.24x-0.66	-3.1%
30	脱叶磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	1.0000	y=1.88x+0.21	2.9%
31	杀虫畏	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.995	y=1.71x-0.75	-5.6%
32	丙溴磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.998	y=1.87x-0.44	-2.1%
33	地胺磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9995	y=1.92x-0.10	2.1%
34	三硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.998	y=1.71x-0.26	0.1%
35	三唑磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9997	y=1.78x+0.01	3.0%
注：原点参与曲线的方式如忽略、包含、强制等。						

表 1-12　实验室 3 校准曲线测试数据表

序号	目标化合物	标准浓度系列/(μg/mL)	原点参与曲线的方式	相关系数	方程	中间点测定误差
1	敌敌畏	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=1.57\times10^{6}x+4.77\times10^{4}$	0.7%
2	甲胺磷	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=4.31\times10^{6}x-1.21\times10^{5}$	0.9%
3	速灭磷	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=2.04\times10^{6}x-5.12\times10^{4}$	-0.3%
4	内吸磷	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=1.98\times10^{6}x-7.40\times10^{4}$	-1.6%
5	虫线磷	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=2.668\times10^{6}x-1.35\times10$	0.3%
6	灭克磷	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=3.00\times10^{6}x-1.58\times10^{5}$	-0.3%
7	甲拌磷	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=2.50\times10^{6}x-2.45\times10^{5}$	-1.0%
8	治螟磷	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=4.73\times10^{6}x+9.81\times10^{4}$	1.2%
9	二嗪农	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=2.49\times10^{6}x+6.06\times10^{3}$	1.0%
10	地虫硫磷	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=2.85\times10^{6}x-1.51\times10^{5}$	0.1%
11	乙拌磷	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=2.81\times10^{6}x-1.62\times10^{5}$	0.1%
12	异稻瘟净	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.997	$y=6.25\times10^{5}x+5.67\times10^{5}$	17.8%
13	除线磷	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=2.32\times10^{6}x-2.28\times10^{5}$	0.5%
14	久效磷	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=1.48\times10^{6}x+3.32\times10^{4}$	1.8%
15	乐果	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=2.76\times10^{6}x-1.50\times10^{5}$	1.2%
16	皮蝇磷	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=1.91\times10^{6}x-1.86\times10^{5}$	0.5%
17	甲基立枯磷	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=2.68\times10^{6}x-1.79\times10^{4}$	-0.2%
18	毒死蜱	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=1.95\times10^{6}x-6.89\times10^{4}$	0.4%
19	甲基对硫磷	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=2.28\times10^{6}x-1.08\times10^{5}$	0.7%
20	倍硫磷	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=2.49\times10^{6}x-1.22\times10^{5}$	-0.7%
21	马拉硫磷	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9998	$y=1.76\times10^{6}x-7.50\times10^{4}$	1.8%
22	溴硫磷	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=1.54\times10^{6}x-8.96\times10^{4}$	1.2%
23	杀螟硫磷	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9997	$y=2.31\times10^{6}x+9.76\times10^{4}$	-0.3%
24	对硫磷	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=2.30\times10^{6}x+6.44\times10^{3}$	1.5%
25	育畜磷	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=2.50\times10^{6}x-1.09\times10^{5}$	1.2%

26	水胺硫磷	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9998	$y=1.33\times10^{6}x+1.67\times10^{4}$	1.2%
27	稻丰散	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=1.96\times10^{6}x+8.14\times10^{3}$	0.8%
28	甲拌磷砜	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=2.23\times10^{6}x-4.97\times10^{4}$	0.2%
29	丙硫磷	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=1.92\times10^{6}x-1.30\times10^{5}$	-0.2%
30	脱叶磷	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	$y=2.40\times10^{6}x-2.22\times10^{5}$	-0.3%
31	杀虫畏	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9997	$y=1.03\times10^{6}x+6.90\times10^{4}$	0.5%
32	丙溴磷	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9993	$y=2.16\times10^{6}x+3.47\times10^{4}$	8.1%
33	地胺磷	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9991	$y=1.71\times10^{6}x+7.27\times10^{5}$	7.1%
34	三硫磷	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9993	$y=2.07\times10^{6}x-9.76\times10^{4}$	-4.8%
35	三唑磷	0.50、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9998	$y=2.29\times10^{6}x-1.05\times10^{5}$	-4.7%
注：原点参与曲线的方式如忽略、包含、强制等。						

表 1-13　实验室 4 校准曲线测试数据表

序号	目标化合物	标准浓度系列/(μg/mL)	原点参与曲线的方式	相关系数	方程	中间点测定误差
1	敌敌畏	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=127x-17.5	-1.2%
2	甲胺磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9998	y=692x-147	-3.0%
3	速灭磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9996	y=119x-18.7	-3.3%
4	内吸磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9998	y=69.7x-0.91 y=288x-11.7	-1.7%
5	地胺磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=461x-26.6	-0.1%
6	灭克磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=451x–41.0	-2.0%
7	甲拌磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=413x-37.4	-1.9%
8	治螟磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=812x-43.4	-1.1%
9	二嗪磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=4218x-12.7	-0.8%
10	地虫硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	1.0000	y=4238x-29.4	-1.5%
11	乙拌磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=442x-27.4	-2.3%
12	异稻瘟净	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.995	y=252x+72.5	3.2%
13	除线磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=372x-20.7	-1.0%
14	久效磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9998	y=166x-25.4	-1.4%
15	乐果	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9998	y=454x-50.7	-2.1%
16	皮蝇磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=335x-26.3	-1.3%
17	甲基立枯磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=419x-20.8	-1.4%
18	毒死蜱	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=3299x-8.73	0.0%
19	甲基对硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=381x-23.2	-0.6%
20	倍硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	1.0000	y=446x–23.0	0.3%
21	马拉硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=312x-15.5	-0.9%
22	溴硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	1.0000	y=274x-19.7	-0.5%
23	杀螟硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=388x-28.2	-0.5%
24	对硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9998	y=383x-3.00	0.2%
25	育畜磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=168x-7.71	-0.3%
26	水胺硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=419x-18.7	0.2%
27	稻丰散	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=299x-32.4	-2.1%
28	甲拌磷砜	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=370x-26.2	-1.1%

29	丙硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=288x-25.4	-0.2%
30	脱叶磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9991	y=295x-76.6	-4.0%
31	杀虫畏	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.997	y=78.5x+5.00	-2.1%
32	丙溴磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=300x-17.6	-2.3%
33	虫线磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.997	y=312x+39.9	1.5%
34	三硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=306x-18.5	1.1%
35	三唑磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	1.0000	y=375x-25.1	0.1%
注：原点参与曲线的方式如忽略、包含、强制等。						

表 1-14　实验室 5 校准曲线测试数据表

序号	目标化合物	标准浓度系列/(μg/mL)	原点参与曲线的方式	相关系数	方程	中间点测定误差
1	敌敌畏	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.998	y=10.0x-1.91	-1.0%
2	甲胺磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9991	y=8.78x-1.77	-1.4%
3	速灭磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.998	y=8.52x-1.44	-9.9%
4	内吸磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.997	y=5.28x-1.06	8.4%
5	虫线磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.997	y=7.38x-1.59	-2.5%
6	灭克磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=5.89x-0.57	-1.8%
7	甲拌磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.998	y=5.60x-1.19	-2.4%
8	治螟磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9993	y=11.3x-1.91	-2.5%
9	二嗪农	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.997	y=4.74x-0.85	-3.0%
10	地虫硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.998	y=5.27x-1.31	-4.1%
11	乙拌磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.998	y=5.97x-1.46	-2.7%
12	异稻瘟净	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9998	y=4.87x-0.20	-2.3%
13	除线磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9992	y=6.10x-1.14	-2.5%
14	久效磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.997	y=6.51x-1.50	-5.6%
15	乐果	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9992	y=6.14x-1.25	-2.9%
16	皮蝇磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.998	y=4.70x-0.77	-0.8%
17	甲基立枯磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9990	y=5.60x-0.97	-1.5%
18	毒死蜱	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.997	y=4.80x-0.96	-1.6%
19	甲基对硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.997	y=6.30x-1.53	-3.5%
20	倍硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.997	y=5.96x-1.22	-1.1%
21	马拉硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.998	y=4.19x-1.13	-5.5%
22	溴硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.997	y=4.49x-1.00	-0.4%
23	杀螟硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9997	y=6.16x-1.23	-3.8%
24	对硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.997	y=5.43x-1.08	-2.1%
25	育畜磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.997	y=5.56x-1.29	-2.5%
26	水胺硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.998	y=4.76x-0.52	-1.0%
27	稻丰散	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.998	y=3.57x-1.02	-3.8%
28	甲拌磷砜	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.998	y=4.73x-1.01	-1.8%
29	丙硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9991	y=3.76x-0.65	-2.0%

序号	目标化合物	标准浓度系列/(μg/mL)	原点参与曲线的方式	相关系数	方程	中间点测定误差
30	脱叶磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9999	y=3.08x-0.36	-3.3%
31	杀虫畏	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.998	y=4.20x-0.60	-0.7%
32	丙溴磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.998	y=3.63x-0.49	-0.9%
33	地胺磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.997	y=6.01x-1.26	-3.0%
34	三硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.997	y=3.95x-0.81	-2.0%
35	三唑磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.998	y=3.86x-0.42	-1.9%
注：原点参与曲线的方式如忽略、包含、强制等。						

表 1-15　实验室 6 校准曲线测试数据表

序号	目标化合物	标准浓度系列/(μg/mL)	原点参与曲线的方式	相关系数	方程	中间点测定误差
1	敌敌畏	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.996	$y=1.14\times10^3x+345$	12.4%
2	甲胺磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.996	$y=1.16\times10^3x+300$	12.4%
3	速灭磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.996	$y=1.20\times10^3x+264$	10.1%
4	内吸磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9998	$y=1.16\times10^3x-40.1$	-6.8%
5	虫线磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.997	$y=1.34\times10^3x+268$	7.9%
6	灭克磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.996	$y=1.32\times10^3x+279$	8.8%
7	甲拌磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9993	$y=1.05\times10^3x+86.0$	5.4%
8	治螟磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.997	$y=1.62\times10^3x+509$	16.7%
9	二嗪农	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9997	$y=1.10\times10^3x+17.4$	0.3%
10	地虫硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.998	$y=1.22\times10^3x+130$	4.1%
11	乙拌磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9993	$y=1.22\times10^3x+102$	3.0%
12	异稻瘟净	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9991	$y=1.13\times10^3x+70.4$	2.3%
13	除线磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9991	$y=1.17\times10^3x+82.9$	2.4%
14	久效磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9990	$y=1.21\times10^3x+55.8$	1.3%
15	乐果	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.998	$y=1.30\times10^3x+164$	5.1%
16	皮蝇磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9997	$y=9.33\times10^3x-11.9$	-1.0%
17	甲基立枯磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9993	$y=1.12\times10^3x+47.7$	1.0%
18	毒死蜱	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9996	$y=1.05\times10^3x+1.16$	-0.5%
19	甲基对硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9993	$y=1.16\times10^3x+41.8$	1.0%
20	倍硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.998	$y=1.12\times10^3x+108$	3.2%
21	马拉硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9996	y=969x+17.1	-0.2%
22	溴硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9998	y=875x-31.6	-2.2%
23	杀螟硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9994	$y=1.16\times10^3x+37.3$	0.6%
24	对硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9991	$y=1.08\times10^3x+50.9$	1.4%
25	育畜磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9990	$y=107\times10^3x+40.1$	1.0%
26	水胺硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.998	y=993x+126	4.7%
27	稻丰散	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9997	y=692x-1.76	0.7%
28	甲拌磷砜	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9993	$y=1.06\times10^3x+37.7$	0.6%

序号	目标化合物	标准浓度系列/(μg/mL)	原点参与曲线的方式	相关系数	方程	中间点测定误差
29	丙硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9995	$y=1.03\times10^3x+12.4$	-0.2%
30	脱叶磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.998	$y=1.23\times10^3x+109$	2.9%
31	杀虫畏	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9998	y=900x-65.4	-3.4%
32	丙溴磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9997	y=947x-36.5	-2.1%
33	地胺磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9987	$y=1.30\times10^3x+102$	2.4%
34	三硫磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9996	y=972x+23.7	1.5%
35	三唑磷	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	忽略	0.9993	$y=1.00\times10^3x+44.9$	1.9%
注：原点参与曲线的方式如忽略、包含、强制等。						

1.4　方法精密度测试数据

分别称取 6 份 10.0 g 的空白石英砂、土壤样品和沉积物样品进行精密度测定。样品中均未检出目标化合物，分别按照低、中、高 3 种浓度进行加标，加标质量分数分别为：低浓度 0.25 mg/kg、中浓度 1.00 mg/kg、高浓度 5.00 mg/kg。加标后，按照本标准建立的方法体系进行样品提取、净化、定容，仪器分析。分别计算各类型加标样品的平均值、标准偏差及相对标准偏差。对各验证实验室的数据进行汇总统计分析，计算实验室间相对标准偏差、重复性限和再现性限。测试数据分别见表 1-16～表 1-33。

表 1-16　实验室 1 空白石英砂精密度测试数据

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
1	敌敌畏	0.25	0.24	0.23	0.01	3.0	1.00	0.88	0.93	0.03	3.2	5.00	4.36	4.17	0.55	13.2
			0.22					0.92					4.17			
			0.23					0.93					3.09			
			0.22					0.92					4.43			
			0.22					0.95					4.66			
			0.23					0.97					4.28			
2	甲胺磷	0.25	0.26	0.26	0.003	1.3	1.00	0.96	1.01	0.03	2.9	5.00	4.92	4.93	0.25	5.1
			0.25					1.01					5.38			
			0.26					1.01					4.62			
			0.25					1.02					4.84			
			0.26					1.04					4.95			
			0.26					1.05					4.87			
3	速灭磷	0.25	0.25	0.24	0.004	1.8	1.00	0.92	0.96	0.03	2.6	5.00	5.13	5.01	0.27	5.4
			0.24					0.96					4.97			
			0.24					0.96					4.50			
			0.24					0.96					5.05			
			0.24					0.98					5.29			
			0.24					1.00					5.13			
4	内吸磷	0.25	0.25	0.24	0.01	2.2	1.00	0.90	0.94	0.02	2.6	5.00	5.32	5.28	0.09	1.8

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.23					0.94					5.16			
			0.24					0.94					5.31			
			0.23					0.93					5.17			
			0.24					0.96					5.38			
			0.24					0.97					5.35			
5	虫线磷	0.25	0.24	0.24	0.005	2.0	1.00	0.90	0.93	0.02	2.5	5.00	5.27	5.13	0.22	4.3
			0.23					0.93					5.07			
			0.24					0.93					4.72			
			0.23					0.93					5.15			
			0.24					0.95					5.34			
			0.24					0.97					5.26			
6	灭克磷	0.25	0.24	0.24	0.005	1.9	1.00	0.95	0.98	0.02	2.2	5.00	5.33	5.20	0.20	3.9
			0.23					0.99					5.11			
			0.24					0.98					4.85			
			0.23					0.98					5.18			
			0.24					1.00					5.39			
			0.24					1.01					5.34			
7	甲拌磷	0.25	0.24	0.24	0.01	2.2	1.00	0.91	0.94	0.02	2.1	5.00	5.21	5.22	0.16	3.0
			0.23					0.94					5.01			
			0.24					0.94					5.44			
			0.23					0.94					5.08			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.23					0.95					5.31			
			0.24					0.97					5.26			
8	治螟磷	0.25	0.25	0.24	0.01	2.1	1.00	0.93	0.96	0.02	2.2	5.00	5.25	5.16	0.23	4.4
			0.24					0.96					5.15			
			0.25					0.96					4.72			
			0.24					0.96					5.17			
			0.24					0.98					5.36			
			0.24					0.99					5.28			
9	二嗪农	0.25	0.24	0.24	0.004	1.8	1.00	0.91	0.95	0.02	2.4	5.00	5.32	5.30	0.10	1.9
			0.23					0.95					5.22			
			0.24					0.94					5.22			
			0.23					0.94					5.22			
			0.24					0.96					5.42			
			0.24					0.98					5.43			
10	地虫硫磷	0.25	0.25	0.24	0.01	2.9	1.00	0.92	0.95	0.02	2.3	5.00	5.24	5.28	0.16	3.0
			0.23					0.95					5.12			
			0.24					0.95					5.27			
			0.23					0.95					5.14			
			0.23					0.97					5.38			
			0.23					0.98					5.54			
11	乙拌磷	0.25	0.24	0.23	0.01	2.3	1.00	0.92	0.96	0.02	2.4	5.00	5.28	5.29	0.17	3.2

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.23					0.96					5.18			
			0.24					0.95					5.11			
			0.23					0.95					5.20			
			0.23					0.97					5.42			
			0.23					0.99					5.56			
12	异稻瘟净	0.25	0.26	0.25	0.005	1.8	1.00	0.94	0.98	0.03	2.6	5.00	5.55	5.47	0.10	1.9
			0.25					0.98					5.39			
			0.26					0.97					5.44			
			0.25					0.97					5.33			
			0.26					1.00					5.54			
			0.25					1.02					5.58			
13	除线磷	0.25	0.24	0.23	0.004	1.9	1.00	0.92	0.95	0.02	2.4	5.00	5.29	5.23	0.17	3.2
			0.23					0.95					5.21			
			0.24					0.95					4.96			
			0.23					0.94					5.14			
			0.23					0.96					5.35			
			0.23					0.98					5.44			
14	久效磷	0.25	0.33	0.32	0.02	5.2	1.00	1.03	1.08	0.03	2.8	5.00	5.59	5.37	0.18	3.3
			0.34					1.07					5.49			
			0.31					1.07					5.17			
			0.30					1.07					5.19			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.31					1.11					5.48			
			0.31					1.10					5.30			
15	乐果	0.25	0.25	0.25	0.004	1.8	1.00	0.94	0.99	0.03	2.6	5.00	5.49	5.37	0.10	1.9
			0.24					0.98					5.41			
			0.25					0.99					5.30			
			0.24					0.98					5.20			
			0.25					1.01					5.42			
			0.25					1.01					5.42			
16	皮蝇磷	0.25	0.24	0.24	0.005	2.0	1.00	0.88	0.92	0.02	2.7	5.00	5.64	5.46	0.12	2.3
			0.23					0.92					5.51			
			0.24					0.91					5.43			
			0.23					0.91					5.29			
			0.24					0.93					5.37			
			0.24					0.95					5.52			
17	甲基立枯磷	0.25	0.24	0.24	0.005	2.0	1.00	0.90	0.94	0.02	2.6	5.00	5.74	5.46	0.20	3.6
			0.23					0.94					5.68			
			0.24					0.94					5.28			
			0.23					0.93					5.36			
			0.24					0.96					5.32			
			0.24					0.97					5.38			
18	毒死蜱	0.25	0.24	0.24	0.01	2.2	1.00	0.89	0.93	0.03	2.8	5.00	5.36	5.32	0.07	1.4

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.23					0.93					5.25			
			0.24					0.93					5.33			
			0.23					0.93					5.21			
			0.24					0.94					5.40			
			0.24					0.97					5.36			
19	甲基对硫磷	0.25	0.25	0.25	0.005	2.0	1.00	0.93	0.97	0.03	2.7	5.00	5.50	5.35	0.10	1.9
			0.24					0.97					5.28			
			0.25					0.97					5.32			
			0.24					0.97					5.21			
			0.25					0.98					5.40			
			0.24					1.01					5.41			
20	倍硫磷	0.25	0.24	0.24	0.005	2.0	1.00	0.90	0.93	0.02	2.5	5.00	5.39	5.37	0.08	1.6
			0.23					0.94					5.31			
			0.24					0.93					5.37			
			0.23					0.93					5.24			
			0.24					0.95					5.47			
			0.24					0.97					5.43			
21	马拉硫磷	0.25	0.25	0.25	0.005	2.0	1.00	0.92	0.96	0.02	2.5	5.00	5.35	5.31	0.09	1.8
			0.24					0.95					5.22			
			0.25					0.95					5.42			
			0.24					0.95					5.17			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.25					0.97					5.36			
			0.25					0.99					5.34			
22	溴硫磷	0.25	0.25	0.24	0.01	2.1	1.00	0.90	0.93	0.02	2.6	5.00	5.20	5.15	0.07	1.4
			0.23					0.93					5.09			
			0.24					0.93					5.15			
			0.24					0.93					5.04			
			0.24					0.95					5.23			
			0.24					0.97					5.20			
23	杀螟硫磷	0.25	0.26	0.25	0.01	2.1	1.00	1.00	1.03	0.02	2.2	5.00	4.90	4.94	0.14	2.9
			0.25					1.02					4.83			
			0.25					1.02					5.14			
			0.24					1.02					4.79			
			0.26					1.04					5.09			
			0.25					1.06					4.90			
24	对硫磷	0.25	0.25	0.24	0.004	1.9	1.00	0.95	0.99	0.03	2.5	5.00	5.40	5.37	0.07	1.3
			0.24					1.00					5.31			
			0.24					0.98					5.29			
			0.23					0.98					5.32			
			0.24					1.00					5.46			
			0.24					1.02					5.42			
25	育畜磷	0.25	0.26	0.25	0.005	1.8	1.00	0.92	0.96	0.03	2.6	5.00	5.57	5.49	0.11	1.9

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.25					0.96					5.39			
			0.25					0.95					5.47			
			0.25					0.96					5.35			
			0.25					0.98					5.60			
			0.25					0.99					5.57			
26	水胺硫磷	0.25	0.25	0.25	0.005	2.0	1.00	0.96	0.99	0.02	2.2	5.00	5.43	5.36	0.12	2.3
			0.24					0.99					5.34			
			0.25					0.99					5.18			
			0.24					0.98					5.25			
			0.25					1.01					5.49			
			0.25					1.02					5.44			
27	稻丰散	0.25	0.25	0.24	0.004	1.5	1.00	0.94	0.97	0.02	2.1	5.00	5.35	5.28	0.17	3.2
			0.24					0.96					5.16			
			0.25					0.96					5.01			
			0.24					0.97					5.27			
			0.24					0.98					5.47			
			0.24					1.00					5.40			
28	甲拌磷砜	0.25	0.25	0.24	0.005	1.9	1.00	0.92	0.96	0.02	2.4	5.00	5.62	5.52	0.15	2.7
			0.24					0.96					5.27			
			0.25					0.95					5.48			
			0.24					0.95					5.45			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.24					0.97					5.67			
			0.24					0.99					5.62			
29	丙硫磷	0.25	0.24	0.24	0.004	1.9	1.00	0.91	0.94	0.02	2.5	5.00	5.69	5.58	0.15	2.7
			0.23					0.94					5.31			
			0.24					0.94					5.57			
			0.23					0.94					5.53			
			0.24					0.96					5.72			
			0.24					0.98					5.69			
30	脱叶磷	0.25	0.25	0.25	0.01	2.1	1.00	0.94	0.98	0.02	2.5	5.00	5.80	5.67	0.22	3.9
			0.24					0.98					5.26			
			0.25					0.97					5.71			
			0.24					0.97					5.60			
			0.25					1.00					5.85			
			0.25					1.02					5.78			
31	杀虫畏	0.25	0.26	0.25	0.005	1.9	1.00	0.94	0.97	0.02	2.4	5.00	5.70	5.53	0.16	2.9
			0.24					0.97					5.24			
			0.25					0.96					5.51			
			0.24					0.97					5.51			
			0.25					1.00					5.65			
			0.25					1.01					5.59			
32	丙溴磷	0.25	0.25	0.24	0.004	1.8	1.00	0.95	0.98	0.02	2.4	5.00	5.79	5.56	0.15	2.7

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.24					0.98					5.36			
			0.25					0.97					5.43			
			0.24					0.97					5.55			
			0.25					1.00					5.65			
			0.24					1.01					5.57			
33	地胺磷	0.25	0.26	0.26	0.005	1.9	1.00	0.96	1.00	0.03	3.0	5.00	5.52	5.52	0.16	2.8
			0.26					0.99					5.58			
			0.27					0.99					5.39			
			0.26					1.00					5.29			
			0.26					1.03					5.64			
			0.27					1.04					5.70			
34	三硫磷	0.25	0.25	0.24	0.01	2.8	1.00	0.93	0.97	0.02	2.5	5.00	5.61	5.40	0.14	2.5
			0.23					0.97					5.31			
			0.24					0.96					5.33			
			0.23					0.96					5.23			
			0.24					0.99					5.49			
			0.24					1.00					5.43			
35	三唑磷	0.25	0.27	0.27	0.01	2.0	1.00	0.97	1.02	0.03	2.9	5.00	5.48	5.46	0.10	1.9
			0.26					1.01					5.42			
			0.27					1.00					5.38			
			0.26					1.01					5.32			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.27					1.04					5.58			
			0.27					1.06					5.57			

表 1-17　实验室 2 空白石英砂精密度测试数据

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
1	敌敌畏	0.25	0.24	0.24	0.02	6.8	1.00	0.90	0.87	0.05	5.7	5.00	4.28	4.00	0.15	3.7
			0.26					0.81					3.86			
			0.22					0.88					3.96			
			0.22					0.81					3.96			
			0.22					0.90					3.95			
			0.25					0.93					4.01			
2	甲胺磷	0.25	0.23	0.23	0.02	7.7	1.00	0.90	0.88	0.05	5.9	5.00	4.63	4.11	0.28	6.7
			0.26					0.84					4.08			
			0.21					0.89					4.11			
			0.22					0.79					3.84			
			0.22					0.90					3.92			
			0.24					0.94					4.09			
3	速灭磷	0.25	0.25	0.24	0.02	6.9	1.00	0.90	0.88	0.05	5.7	5.00	4.50	3.99	0.29	7.2
			0.27					0.85					3.98			
			0.23					0.90					4.00			
			0.23					0.80					3.76			
			0.23					0.90					3.67			
			0.25					0.94					4.03			
4	内吸磷	0.25	0.25	0.25	0.02	6.5	1.00	0.91	0.88	0.05	5.1	5.00	4.75	4.27	0.27	6.2
			0.27					0.85					4.17			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.23					0.90					4.18			
			0.23					0.81					3.94			
			0.24					0.91					4.33			
			0.26					0.94					4.23			
5	虫线磷	0.25	0.26	0.25	0.02	6.7	1.00	0.92	0.90	0.05	5.8	5.00	4.70	4.26	0.24	5.6
			0.27					0.86					4.19			
			0.23					0.92					4.20			
			0.23					0.81					3.98			
			0.24					0.93					4.23			
			0.26					0.96					4.25			
6	灭克磷	0.25	0.25	0.25	0.02	6.6	1.00	0.92	0.90	0.05	5.6	5.00	4.65	4.19	0.25	5.9
			0.27					0.86					4.14			
			0.23					0.92					4.13			
			0.23					0.82					3.90			
			0.24					0.92					4.18			
			0.26					0.95					4.15			
7	甲拌磷	0.25	0.25	0.25	0.02	6.4	1.00	0.92	0.89	0.05	5.3	5.00	4.65	4.20	0.26	6.1
			0.27					0.85					4.12			
			0.23					0.90					4.12			
			0.23					0.82					3.87			
			0.24					0.92					4.29			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.26					0.95					4.15			
8	治螟磷	0.25	0.26	0.25	0.02	6.4	1.00	0.95	0.93	0.05	5.4	5.00	4.70	4.21	0.27	6.4
			0.27					0.89					4.15			
			0.24					0.94					4.14			
			0.24					0.85					3.89			
			0.24					0.95					4.20			
			0.26					0.99					4.17			
9	二嗪农	0.25	0.26	0.25	0.02	6.9	1.00	0.93	0.90	0.05	5.3	5.00	4.88	4.32	0.30	6.9
			0.28					0.86					4.24			
			0.24					0.91					4.24			
			0.24					0.83					3.99			
			0.24					0.92					4.30			
			0.27					0.95					4.28			
10	地虫硫磷	0.25	0.26	0.25	0.02	7.0	1.00	0.94	0.90	0.05	5.6	5.00	4.82	4.27	0.29	6.8
			0.28					0.85					4.20			
			0.23					0.90					4.18			
			0.24					0.82					3.95			
			0.24					0.91					4.26			
			0.27					0.94					4.22			
11	乙拌磷	0.25	0.25	0.25	0.02	6.4	1.00	0.94	0.89	0.05	5.8	5.00	4.80	4.29	0.27	6.4
			0.27					0.85					4.22			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.23					0.89					4.20			
			0.23					0.81					3.97			
			0.24					0.92					4.29			
			0.26					0.93					4.26			
12	异稻瘟净	0.25	0.25	0.24	0.02	6.9	1.00	0.90	0.88	0.05	5.8	5.00	4.71	4.21	0.28	6.5
			0.27					0.85					4.14			
			0.22					0.89					4.11			
			0.23					0.80					3.87			
			0.23					0.90					4.24			
			0.25					0.95					4.16			
13	除线磷	0.25	0.26	0.26	0.02	6.0	1.00	0.90	0.89	0.04	4.3	5.00	5.55	4.92	0.35	7.1
			0.28					0.86					4.82			
			0.24					0.90					4.80			
			0.24					0.83					4.48			
			0.25					0.90					4.96			
			0.27					0.94					4.94			
14	久效磷	0.25	0.26	0.25	0.03	13.4	1.00	0.88	0.88	0.05	6.0	5.00	4.60	4.05	0.29	7.1
			0.31					0.84					3.99			
			0.22					0.91					3.98			
			0.23					0.82					3.75			
			0.23					0.88					3.96			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.27					0.97					4.01			
15	乐果	0.25	0.25	0.25	0.016	6.7	1.00	0.90	0.90	0.05	5.7	5.00	4.83	4.31	0.28	6.5
			0.27					0.86					4.23			
			0.23					0.93					4.22			
			0.23					0.82					3.97			
			0.24					0.90					4.32			
			0.26					0.97					4.27			
16	皮蝇磷	0.25	0.25	0.25	0.016	6.4	1.00	0.89	0.88	0.04	5.1	5.00	5.49	4.82	0.39	8.1
			0.27					0.83					4.70			
			0.23					0.88					4.64			
			0.23					0.82					4.33			
			0.23					0.89					4.97			
			0.26					0.94					4.83			
17	甲基立枯磷	0.25	0.26	0.26	0.017	6.5	1.00	0.91	0.90	0.04	4.5	5.00	5.56	4.94	0.35	7.2
			0.28					0.86					4.82			
			0.24					0.91					4.81			
			0.24					0.84					4.49			
			0.25					0.91					5.00			
			0.27					0.95					4.95			
18	毒死蜱	0.25	0.26	0.25	0.02	6.9	1.00	0.91	0.89	0.04	4.7	5.00	5.60	5.00	0.36	7.2
			0.28					0.85					4.88			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.24					0.89					4.84			
			0.24					0.82					4.52			
			0.24					0.91					5.10			
			0.27					0.93					5.04			
19	甲基对硫磷	0.25	0.26	0.26	0.015	5.6	1.00	0.94	0.90	0.05	5.5	5.00	4.76	4.28	0.27	6.4
			0.29					0.86					4.25			
			0.25					0.92					4.17			
			0.25					0.83					3.93			
			0.25					0.92					4.31			
			0.27					0.96					4.25			
20	倍硫磷	0.25	0.25	0.25	0.017	7.0	1.00	0.92	0.89	0.05	5.6	5.00	4.73	4.30	0.25	5.8
			0.28					0.85					4.26			
			0.23					0.90					4.23			
			0.24					0.80					3.96			
			0.24					0.91					4.33			
			0.26					0.94					4.30			
21	马拉硫磷	0.25	0.25	0.25	0.019	7.9	1.00	0.93	0.90	0.06	6.5	5.00	4.78	4.30	0.28	6.6
			0.27					0.85					4.24			
			0.23					0.91					4.18			
			0.22					0.81					3.91			
			0.24					0.92					4.37			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.26					0.96					4.33			
22	溴硫磷	0.25	0.25	0.24	0.02	6.9	1.00	0.90	0.87	0.05	5.5	5.00	5.28	4.68	0.36	7.6
			0.27					0.83					4.56			
			0.23					0.88					4.53			
			0.23					0.80					4.21			
			0.23					0.89					4.81			
			0.26					0.93					4.69			
23	杀螟硫磷	0.25	0.26	0.26	0.02	5.9	1.00	0.94	0.89	0.06	7.2	5.00	4.78	4.31	0.28	6.4
			0.28					0.84					4.27			
			0.24					0.90					4.20			
			0.25					0.80					3.92			
			0.25					0.92					4.35			
			0.26					0.97					4.31			
24	对硫磷	0.25	0.26	0.26	0.017	6.3	1.00	0.94	0.90	0.06	6.2	5.00	4.79	4.36	0.26	5.9
			0.29					0.86					4.36			
			0.25					0.91					4.28			
			0.25					0.82					3.99			
			0.25					0.94					4.38			
			0.28					0.97					4.36			
25	育畜磷	0.25	0.25	0.24	0.018	7.4	1.00	0.93	0.89	0.05	5.9	5.00	4.66	4.28	0.22	5.1
			0.27					0.84					4.29			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.23					0.91					4.28			
			0.23					0.82					3.99			
			0.23					0.91					4.23			
			0.25					0.95					4.20			
26	水胺硫磷	0.25	0.24	0.24	0.018	7.4	1.00	0.90	0.88	0.05	5.5	5.00	5.33	4.69	0.38	8.0
			0.27					0.84					4.58			
			0.22					0.89					4.52			
			0.22					0.80					4.20			
			0.23					0.90					4.80			
			0.25					0.94					4.73			
27	稻丰散	0.25	0.26	0.25	0.016	6.3	1.00	0.94	0.91	0.05	5.9	5.00	4.86	4.41	0.27	6.0
			0.28					0.86					4.41			
			0.24					0.92					4.31			
			0.24					0.82					4.03			
			0.24					0.93					4.46			
			0.26					0.96					4.42			
28	甲拌磷砜	0.25	0.25	0.25	0.013	5.3	1.00	0.93	0.89	0.05	5.9	5.00	4.96	4.48	0.28	6.3
			0.27					0.84					4.47			
			0.23					0.91					4.37			
			0.24					0.81					4.10			
			0.24					0.91					4.48			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.25					0.94					4.51			
29	丙硫磷	0.25	0.25	0.25	0.016	6.3	1.00	0.91	0.88	0.05	5.4	5.00	5.63	5.00	0.36	7.3
			0.28					0.85					4.92			
			0.24					0.91					4.87			
			0.24					0.81					4.51			
			0.25					0.90					5.06			
			0.26					0.93					5.03			
30	脱叶磷	0.25	0.25	0.25	0.02	6.5	1.00	0.95	0.90	0.06	6.4	5.00	4.95	4.47	0.27	6.1
			0.28					0.85					4.46			
			0.24					0.93					4.36			
			0.24					0.81					4.12			
			0.24					0.91					4.44			
			0.26					0.94					4.47			
31	杀虫畏	0.25	0.25	0.24	0.020	8.2	1.00	0.90	0.87	0.05	5.7	5.00	5.75	4.99	0.42	8.5
			0.28					0.82					4.94			
			0.22					0.89					4.85			
			0.23					0.79					4.44			
			0.23					0.88					5.00			
			0.25					0.92					4.96			
32	丙溴磷	0.25	0.25	0.25	0.019	7.8	1.00	0.92	0.89	0.05	5.5	5.00	5.68	4.99	0.38	7.7
			0.28					0.84					4.96			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.23					0.90					4.84			
			0.23					0.81					4.51			
			0.24					0.90					4.96			
			0.25					0.94					5.00			
33	地胺磷	0.25	0.25	0.24	0.023	9.8	1.00	0.90	0.89	0.06	7.2	5.00	4.74	4.21	0.29	6.8
			0.27					0.84					4.12			
			0.21					0.91					4.11			
			0.21					0.79					3.88			
			0.23					0.92					4.23			
			0.25					0.97					4.18			
34	三硫磷	0.25	0.25	0.25	0.02	6.9	1.00	0.91	0.88	0.05	5.3	5.00	5.25	4.70	0.32	6.9
			0.28					0.84					4.62			
			0.23					0.89					4.58			
			0.23					0.82					4.26			
			0.24					0.90					4.78			
			0.26					0.94					4.69			
35	三唑磷	0.25	0.24	0.24	0.02	7.7	1.00	0.92	0.89	0.06	6.6	5.00	4.72	4.25	0.27	6.2
			0.27					0.84					4.18			
			0.22					0.90					4.17			
			0.22					0.80					3.91			
			0.23					0.91					4.30			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.25					0.96					4.23			

表 1-18　实验室 3 空白石英砂精密度测试数据

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
1	敌敌畏	0.25	0.24	0.23	0.02	7.3	1.00	0.79	0.84	0.03	4.0	5.00	3.86	3.87	0.23	5.9
			0.22					0.87					4.24			
			0.24					0.85					3.65			
			0.25					0.81					3.66			
			0.20					0.86					3.79			
			0.23					0.87					4.02			
2	甲胺磷	0.25	0.24	0.23	0.010	4.2	1.00	0.87	0.92	0.04	4.1	5.00	4.77	4.72	0.11	2.3
			0.22					0.95					4.71			
			0.23					0.95					4.62			
			0.24					0.88					4.61			
			0.23					0.95					4.71			
			0.22					0.94					4.90			
3	速灭磷	0.25	0.26	0.27	0.016	5.8	1.00	0.80	0.85	0.03	3.7	5.00	4.74	4.68	0.12	2.6
			0.30					0.86					4.70			
			0.26					0.86					4.54			
			0.26					0.81					4.55			
			0.27					0.87					4.68			
			0.28					0.87					4.87			
4	内吸磷	0.25	0.27	0.27	0.01	4.6	1.00	0.91	0.96	0.04	3.9	5.00	4.82	4.85	0.22	4.5
			0.29					0.98					5.22			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.27					0.98					4.66			
			0.28					0.91					4.66			
			0.28					0.99					4.75			
			0.25					0.98					4.98			
5	虫线磷	0.25	0.28	0.28	0.014	5.1	1.00	0.98	1.03	0.04	3.6	5.00	5.58	5.59	0.27	4.9
			0.30					1.05					6.06			
			0.28					1.05					5.34			
			0.29					0.98					5.34			
			0.30					1.06					5.51			
			0.26					1.05					5.74			
6	灭克磷	0.25	0.30	0.30	0.017	5.8	1.00	0.89	0.94	0.03	3.6	5.00	4.98	5.00	0.24	4.7
			0.32					0.96					5.40			
			0.29					0.96					4.78			
			0.29					0.90					4.78			
			0.31					0.97					4.93			
			0.27					0.96					5.14			
7	甲拌磷	0.25	0.29	0.29	0.01	5.1	1.00	0.99	1.04	0.04	3.7	5.00	5.66	5.68	0.28	5.0
			0.30					1.06					6.15			
			0.28					1.06					5.40			
			0.29					0.99					5.42			
			0.30					1.07					5.58			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.26					1.06					5.84			
8	治螟磷	0.25	0.30	0.30	0.02	5.4	1.00	0.93	0.97	0.03	3.6	5.00	5.03	5.08	0.21	4.2
			0.32					0.99					5.46			
			0.29					0.99					4.90			
			0.30					0.93					4.90			
			0.31					1.00					4.98			
			0.27					0.99					5.19			
9	二嗪农	0.25	0.28	0.28	0.014	5.1	1.00	0.97	1.02	0.04	3.6	5.00	5.96	6.06	0.24	4.0
			0.30					1.03					6.44			
			0.28					1.04					5.90			
			0.29					0.97					5.83			
			0.30					1.05					5.96			
			0.26					1.04					6.27			
10	地虫硫磷	0.25	0.28	0.28	0.01	5.3	1.00	0.95	1.00	0.04	3.6	5.00	4.77	4.79	0.21	4.4
			0.30					1.01					5.16			
			0.28					1.02					4.59			
			0.28					0.95					4.62			
			0.29					1.03					4.69			
			0.26					1.02					4.90			
11	乙拌磷	0.25	0.29	0.29	0.02	5.9	1.00	0.89	0.94	0.04	3.8	5.00	5.13	5.17	0.23	4.4
			0.31					0.96					5.56			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.28					0.96					4.96			
			0.28					0.89					4.99			
			0.30					0.97					5.07			
			0.26					0.96					5.29			
12	异稻瘟净	0.25	0.28	0.28	0.013	4.7	1.00	0.79	0.78	0.03	4.4	5.00	4.89	4.90	0.19	3.8
			0.30					0.76					4.81			
			0.27					0.76					4.73			
			0.29					0.74					4.79			
			0.29					0.81					4.94			
			0.26					0.83					5.25			
13	除线磷	0.25	0.28	0.28	0.014	5.1	1.00	0.98	1.03	0.04	3.7	5.00	5.50	5.49	0.14	2.6
			0.30					1.05					5.63			
			0.28					1.06					5.34			
			0.29					0.98					5.36			
			0.30					1.07					5.42			
			0.26					1.06					5.67			
14	久效磷	0.25	0.29	0.29	0.02	6.6	1.00	0.90	0.95	0.04	4.3	5.00	4.67	4.67	0.15	3.3
			0.30					0.96					4.42			
			0.28					0.96					4.63			
			0.31					0.89					4.67			
			0.30					0.98					4.70			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.26					0.98					4.91			
15	乐果	0.25	0.29	0.28	0.015	5.3	1.00	0.89	0.94	0.04	3.8	5.00	4.80	4.85	0.15	3.1
			0.30					0.95					5.09			
			0.28					0.96					4.73			
			0.29					0.89					4.75			
			0.30					0.97					4.76			
			0.26					0.96					4.99			
16	皮蝇磷	0.25	0.28	0.28	0.015	5.3	1.00	0.97	1.01	0.04	3.6	5.00	5.06	5.13	0.18	3.4
			0.30					1.03					5.46			
			0.27					1.03					5.02			
			0.29					0.96					5.03			
			0.29					1.04					5.01			
			0.26					1.04					5.21			
17	甲基立枯磷	0.25	0.28	0.29	0.020	7.2	1.00	0.91	0.98	0.04	3.9	5.00	4.28	4.26	0.09	2.1
			0.30					1.03					4.23			
			0.29					0.98					4.18			
			0.28					0.97					4.20			
			0.31					0.99					4.23			
			0.25					0.98					4.43			
18	毒死蜱	0.25	0.28	0.28	0.01	5.0	1.00	0.92	0.96	0.04	3.6	5.00	5.16	5.22	0.21	4.0
			0.30					0.98					5.60			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.28					0.99					5.07			
			0.28					0.92					5.08			
			0.29					1.00					5.09			
			0.26					0.98					5.32			
19	甲基对硫磷	0.25	0.28	0.28	0.018	6.6	1.00	0.85	0.94	0.06	6.0	5.00	4.34	4.54	0.32	7.1
			0.28					1.01					5.12			
			0.28					0.93					4.31			
			0.26					0.93					4.69			
			0.31					0.98					4.29			
			0.25					0.97					4.48			
20	倍硫磷	0.25	0.28	0.28	0.014	5.0	1.00	1.04	1.09	0.04	4.0	5.00	5.70	5.78	0.22	3.9
			0.30					1.11					6.18			
			0.27					1.12					5.62			
			0.28					1.03					5.60			
			0.29					1.13					5.67			
			0.26					1.11					5.91			
21	马拉硫磷	0.25	0.28	0.28	0.020	7.1	1.00	0.91	0.90	0.04	4.8	5.00	5.24	5.29	0.21	4.0
			0.31					0.88					5.65			
			0.27					0.95					5.09			
			0.31					0.83					5.16			
			0.28					0.93					5.15			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.26					0.91					5.43			
22	溴硫磷	0.25	0.27	0.28	0.02	5.4	1.00	0.95	0.96	0.03	3.2	5.00	5.19	5.28	0.15	2.8
			0.29					0.97					5.54			
			0.27					0.97					5.25			
			0.29					0.91					5.15			
			0.29					0.98					5.18			
			0.25					0.99					5.36			
23	杀螟硫磷	0.25	0.27	0.27	0.02	6.1	1.00	0.82	0.86	0.03	4.0	5.00	5.25	5.33	0.20	3.8
			0.29					0.87					5.68			
			0.26					0.89					5.15			
			0.26					0.82					5.24			
			0.28					0.89					5.21			
			0.24					0.89					5.48			
24	对硫磷	0.25	0.28	0.27	0.013	4.9	1.00	0.77	0.86	0.05	6.1	5.00	4.70	4.67	0.15	3.3
			0.28					0.92					4.41			
			0.28					0.84					4.64			
			0.26					0.85					4.76			
			0.28					0.89					4.64			
			0.25					0.88					4.87			
25	育畜磷	0.25	0.29	0.28	0.015	5.4	1.00	0.98	1.05	0.05	4.3	5.00	5.53	5.65	0.16	2.8
			0.30					1.07					5.92			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.28					1.08					5.51			
			0.29					1.00					5.60			
			0.30					1.09					5.58			
			0.26					1.07					5.75			
26	水胺硫磷	0.25	0.30	0.29	0.015	5.1	1.00	0.93	0.95	0.03	3.4	5.00	5.49	5.46	0.23	4.1
			0.31					0.96					5.70			
			0.28					0.97					5.27			
			0.29					0.90					5.24			
			0.30					0.99					5.30			
			0.27					0.97					5.75			
27	稻丰散	0.25	0.28	0.28	0.015	5.5	1.00	0.91	0.96	0.03	3.6	5.00	4.97	4.95	0.10	2.1
			0.30					0.97					4.86			
			0.27					0.98					4.89			
			0.28					0.91					4.93			
			0.29					0.99					4.91			
			0.25					0.98					5.15			
28	甲拌磷砜	0.25	0.28	0.28	0.015	5.3	1.00	0.92	0.96	0.04	3.7	5.00	5.15	5.18	0.14	2.7
			0.29					0.98					5.38			
			0.27					0.98					5.05			
			0.28					0.91					5.09			
			0.29					0.99					5.09			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.25					0.98					5.34			
29	丙硫磷	0.25	0.28	0.28	0.015	5.3	1.00	0.95	1.00	0.04	3.8	5.00	5.57	5.58	0.15	2.7
			0.30					1.01					5.76			
			0.27					1.02					5.44			
			0.28					0.95					5.45			
			0.29					1.03					5.50			
			0.25					1.01					5.77			
30	脱叶磷	0.25	0.28	0.27	0.02	7.5	1.00	0.95	1.00	0.04	3.9	5.00	5.04	5.10	0.13	2.6
			0.29					1.01					5.23			
			0.27					1.03					4.93			
			0.28					0.95					5.17			
			0.29					1.04					4.98			
			0.24					1.02					5.23			
31	杀虫畏	0.25	0.27	0.27	0.017	6.2	1.00	0.87	0.91	0.03	3.7	5.00	4.67	4.74	0.18	3.8
			0.28					0.92					5.07			
			0.26					0.93					4.61			
			0.27					0.87					4.64			
			0.28					0.94					4.63			
			0.24					0.93					4.85			
32	丙溴磷	0.25	0.26	0.25	0.024	9.6	1.00	0.76	0.79	0.03	3.8	5.00	4.71	4.65	0.17	3.5
			0.27					0.80					4.39			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.25					0.81					4.61			
			0.25					0.75					4.64			
			0.27					0.82					4.66			
			0.21					0.81					4.91			
33	地胺磷	0.25	0.26	0.25	0.026	10.2	1.00	0.76	0.81	0.03	3.8	5.00	5.71	5.93	0.21	3.6
			0.27					0.81					6.01			
			0.26					0.82					5.66			
			0.25					0.77					5.92			
			0.27					0.83					6.10			
			0.20					0.83					6.20			
34	三硫磷	0.25	0.25	0.24	0.03	10.6	1.00	0.81	0.84	0.03	3.7	5.00	4.22	4.26	0.17	4.1
			0.27					0.85					4.58			
			0.25					0.86					4.14			
			0.24					0.80					4.16			
			0.26					0.87					4.14			
			0.20					0.86					4.33			
35	三唑磷	0.25	0.23	0.22	0.01	6.3	1.00	0.83	0.86	0.03	3.5	5.00	4.52	4.52	0.09	1.9
			0.23					0.87					4.48			
			0.22					0.87					4.47			
			0.20					0.82					4.49			
			0.24					0.89					4.48			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.22					0.88					4.70			

表 1-19　实验室 4 空白石英砂精密度测试数据

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
1	敌敌畏	0.25	0.21	0.21	0.01	6.9	1.00	0.99	1.00	0.07	6.7	5.00	4.54	4.45	0.12	2.8
			0.22					0.95					4.23			
			0.19					0.98					4.47			
			0.18					0.93					4.59			
			0.21					1.11					4.41			
			0.22					1.05					4.45			
2	甲胺磷	0.25	0.21	0.23	0.017	7.4	1.00	0.94	0.99	0.04	4.4	5.00	4.58	4.70	0.13	2.8
			0.25					0.98					4.63			
			0.21					1.01					4.70			
			0.22					0.96					4.71			
			0.22					1.03					4.65			
			0.24					1.05					4.96			
3	速灭磷	0.25	0.22	0.23	0.017	7.6	1.00	0.97	1.04	0.04	4.2	5.00	4.37	4.48	0.14	3.0
			0.25					1.05					4.40			
			0.23					1.07					4.38			
			0.21					1.01					4.42			
			0.21					1.03					4.63			
			0.25					1.09					4.67			
4	内吸磷	0.25	0.21	0.20	0.02	8.5	1.00	0.90	0.97	0.08	8.2	5.00	4.46	4.45	0.10	2.2
			0.17					0.89					4.37			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.20					1.03					4.47			
			0.20					0.89					4.37			
			0.21					1.01					4.41			
			0.23					1.06					4.63			
5	虫线磷	0.25	0.23	0.23	0.019	8.5	1.00	0.95	1.03	0.06	5.4	5.00	4.55	4.59	0.11	2.4
			0.24					1.02					4.53			
			0.20					1.05					4.58			
			0.21					1.00					4.57			
			0.21					1.07					4.52			
			0.25					1.11					4.81			
6	灭克磷	0.25	0.21	0.21	0.013	6.4	1.00	0.94	1.01	0.05	4.8	5.00	4.53	4.59	0.12	2.6
			0.22					1.00					4.51			
			0.20					1.02					4.58			
			0.20					0.96					4.56			
			0.21					1.04					4.51			
			0.23					1.07					4.82			
7	甲拌磷	0.25	0.22	0.22	0.02	8.1	1.00	0.96	1.02	0.04	4.4	5.00	4.53	4.57	0.11	2.5
			0.24					1.01					4.50			
			0.20					1.04					4.57			
			0.20					0.99					4.53			
			0.21					1.05					4.49			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.23					1.09					4.79			
8	治螟磷	0.25	0.23	0.23	0.02	6.9	1.00	0.98	1.03	0.05	4.5	5.00	4.65	4.71	0.12	2.5
			0.26					1.02					4.66			
			0.22					1.05					4.72			
			0.21					1.00					4.68			
			0.23					1.06					4.61			
			0.24					1.10					4.95			
9	二嗪农	0.25	0.23	0.24	0.013	5.7	1.00	0.98	1.05	0.05	4.7	5.00	4.69	4.78	0.13	2.6
			0.25					1.04					4.76			
			0.24					1.07					4.78			
			0.21					1.00					4.75			
			0.23					1.08					4.68			
			0.25					1.12					5.02			
10	地虫硫磷	0.25	0.23	0.23	0.02	8.0	1.00	1.00	1.05	0.04	3.7	5.00	4.62	4.70	0.12	2.6
			0.23					1.05					4.66			
			0.21					1.05					4.70			
			0.20					1.02					4.68			
			0.23					1.06					4.62			
			0.25					1.11					4.94			
11	乙拌磷	0.25	0.21	0.22	0.02	8.1	1.00	0.94	1.02	0.05	5.3	5.00	4.63	4.70	0.13	2.7
			0.23					1.00					4.66			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.21					1.04					4.71			
			0.19					0.99					4.67			
			0.21					1.05					4.60			
			0.24					1.09					4.95			
12	异稻瘟净	0.25	0.24	0.23	0.017	7.4	1.00	1.01	1.09	0.06	5.4	5.00	4.02	4.15	0.12	2.8
			0.24					1.06					4.12			
			0.21					1.13					4.16			
			0.22					1.04					4.13			
			0.21					1.12					4.10			
			0.25					1.17					4.37			
13	除线磷	0.25	0.26	0.24	0.014	5.8	1.00	0.98	1.04	0.05	4.8	5.00	4.76	4.80	0.12	2.5
			0.26					1.02					4.77			
			0.23					1.07					4.78			
			0.22					1.00					4.76			
			0.23					1.07					4.68			
			0.24					1.11					5.04			
14	久效磷	0.25	0.22	0.23	0.02	6.6	1.00	0.95	1.00	0.04	4.3	5.00	4.29	4.59	0.18	3.9
			0.25					0.98					4.65			
			0.22					1.03					4.55			
			0.23					0.95					4.62			
			0.23					1.03					4.61			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.26					1.05					4.84			
15	乐果	0.25	0.22	0.22	0.019	8.7	1.00	0.98	1.03	0.05	5.2	5.00	4.59	4.75	0.14	3.0
			0.22					1.00					4.76			
			0.21					1.03					4.71			
			0.19					0.97					4.73			
			0.21					1.07					4.68			
			0.25					1.11					5.01			
16	皮蝇磷	0.25	0.22	0.22	0.018	8.1	1.00	0.95	1.01	0.05	5.1	5.00	4.57	4.71	0.13	2.7
			0.25					0.99					4.71			
			0.22					1.03					4.70			
			0.20					0.98					4.68			
			0.21					1.03					4.65			
			0.23					1.10					4.95			
17	甲基立枯磷	0.25	0.22	0.23	0.014	6.0	1.00	0.95	1.03	0.06	5.5	5.00	4.71	4.79	0.13	2.6
			0.25					1.02					4.78			
			0.22					1.06					4.77			
			0.22					0.99					4.76			
			0.22					1.07					4.69			
			0.25					1.10					5.04			
18	毒死蜱	0.25	0.24	0.24	0.02	8.3	1.00	0.97	1.03	0.05	4.9	5.00	4.71	4.81	0.13	2.7
			0.25					1.01					4.81			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.23					1.06					4.79			
			0.20					0.99					4.79			
			0.24					1.06					4.70			
			0.25					1.11					5.05			
19	甲基对硫磷	0.25	0.23	0.23	0.014	5.9	1.00	0.94	1.01	0.05	5.3	5.00	4.55	4.69	0.13	2.7
			0.25					0.99					4.70			
			0.23					1.02					4.63			
			0.21					0.98					4.66			
			0.22					1.02					4.64			
			0.24					1.10					4.92			
20	倍硫磷	0.25	0.20	0.22	0.023	10.8	1.00	0.98	1.03	0.04	4.2	5.00	4.69	4.81	0.13	2.7
			0.25					1.02					4.82			
			0.20					1.05					4.81			
			0.20					0.99					4.78			
			0.21					1.06					4.69			
			0.25					1.09					5.05			
21	马拉硫磷	0.25	0.21	0.21	0.014	6.6	1.00	0.98	1.03	0.05	4.5	5.00	4.64	4.77	0.13	2.8
			0.22					1.01					4.78			
			0.19					1.04					4.74			
			0.20					0.99					4.74			
			0.22					1.04					4.69			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.23					1.11					5.02			
22	溴硫磷	0.25	0.21	0.22	0.02	7.4	1.00	0.95	1.01	0.06	5.5	5.00	4.57	4.73	0.15	3.1
			0.23					0.98					4.74			
			0.21					1.03					4.69			
			0.21					0.97					4.71			
			0.23					1.03					4.65			
			0.25					1.10					5.01			
23	杀螟硫磷	0.25	0.19	0.20	0.02	8.4	1.00	0.97	1.03	0.05	4.6	5.00	4.62	4.74	0.13	2.7
			0.20					1.01					4.78			
			0.20					1.04					4.71			
			0.19					0.99					4.68			
			0.20					1.06					4.67			
			0.24					1.10					4.98			
24	对硫磷	0.25	0.24	0.23	0.015	6.7	1.00	1.00	1.05	0.05	4.6	5.00	4.64	4.76	0.13	2.7
			0.24					1.04					4.77			
			0.22					1.06					4.76			
			0.21					1.01					4.74			
			0.22					1.09					4.66			
			0.24					1.12					5.01			
25	育畜磷	0.25	0.24	0.23	0.015	6.4	1.00	0.97	1.03	0.05	4.4	5.00	4.68	4.79	0.14	3.0
			0.25					1.01					4.78			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.23					1.05					4.81			
			0.21					0.99					4.78			
			0.22					1.06					4.63			
			0.24					1.09					5.04			
26	水胺硫磷	0.25	0.21	0.23	0.015	6.5	1.00	0.98	1.03	0.05	4.6	5.00	4.74	4.89	0.14	2.8
			0.25					1.00					4.94			
			0.21					1.08					4.79			
			0.23					1.00					4.84			
			0.23					1.03					4.92			
			0.23					1.10					5.13			
27	稻丰散	0.25	0.26	0.25	0.013	5.3	1.00	0.99	1.06	0.05	5.2	5.00	4.72	4.86	0.14	2.8
			0.26					1.03					4.87			
			0.24					1.07					4.84			
			0.23					1.03					4.85			
			0.23					1.08					4.76			
			0.25					1.14					5.11			
28	甲拌磷砜	0.25	0.23	0.23	0.014	5.9	1.00	0.97	1.02	0.05	4.7	5.00	4.72	4.79	0.13	2.6
			0.24					1.02					4.77			
			0.23					1.04					4.80			
			0.21					0.98					4.77			
			0.24					1.05					4.67			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.24					1.09					5.03			
29	丙硫磷	0.25	0.23	0.23	0.015	6.4	1.00	0.98	1.04	0.04	4.2	5.00	4.72	4.82	0.13	2.6
			0.25					1.03					4.84			
			0.21					1.06					4.82			
			0.22					0.99					4.79			
			0.23					1.07					4.72			
			0.24					1.09					5.06			
30	脱叶磷	0.25	0.21	0.22	0.02	7.2	1.00	0.98	1.01	0.03	2.6	5.00	4.68	4.82	0.14	2.9
			0.23					1.01					4.82			
			0.20					1.02					4.83			
			0.21					0.97					4.79			
			0.23					1.03					4.70			
			0.24					1.04					5.07			
31	杀虫畏	0.25	0.21	0.22	0.018	7.9	1.00	0.90	1.00	0.06	5.8	5.00	4.64	4.89	0.20	4.0
			0.23					1.00					4.89			
			0.20					1.05					4.79			
			0.22					0.99					4.93			
			0.25					0.99					4.85			
			0.24					1.06					5.23			
32	丙溴磷	0.25	0.21	0.22	0.014	6.2	1.00	0.99	1.04	0.05	4.4	5.00	4.66	4.77	0.14	2.9
			0.22					1.04					4.75			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.21					1.04					4.77			
			0.21					0.98					4.77			
			0.23					1.08					4.66			
			0.24					1.09					5.03			
33	地胺磷	0.25	0.22	0.24	0.017	7.0	1.00	1.03	1.08	0.05	4.8	5.00	4.72	4.80	0.08	1.6
			0.25					1.07					4.84			
			0.24					1.08					4.79			
			0.22					1.02					4.81			
			0.22					1.13					4.73			
			0.25					1.15					4.93			
34	三硫磷	0.25	0.21	0.23	0.02	8.1	1.00	0.94	1.01	0.05	4.7	5.00	4.67	4.80	0.15	3.1
			0.24					0.99					4.81			
			0.22					1.05					4.78			
			0.21					1.00					4.77			
			0.22					1.04					4.66			
			0.25					1.07					5.07			
35	三唑磷	0.25	0.21	0.22	0.02	7.7	1.00	0.97	1.03	0.05	5.1	5.00	4.68	4.79	0.13	2.7
			0.24					1.01					4.81			
			0.22					1.06					4.78			
			0.20					0.98					4.78			
			0.21					1.06					4.67			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.24					1.11					5.03			

表 1-20　实验室 5 空白石英砂精密度测试数据

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
1	敌敌畏	0.25	0.23	0.23	0.01	6.3	1.00	0.99	0.97	0.03	3.1	5.00	4.87	4.54	0.24	5.4
			0.23					0.94					4.54			
			0.22					0.99					4.49			
			0.26					0.94					4.73			
			0.25					1.00					4.44			
			0.23					0.94					4.16			
2	甲胺磷	0.25	0.24	0.25	0.016	6.2	1.00	1.04	1.04	0.03	2.7	5.00	5.24	5.01	0.23	4.7
			0.25					1.00					5.14			
			0.23					1.07					5.08			
			0.27					1.01					5.15			
			0.26					1.05					4.81			
			0.25					1.06					4.64			
3	速灭磷	0.25	0.22	0.24	0.015	6.2	1.00	1.01	1.00	0.03	3.0	5.00	5.05	4.76	0.26	5.4
			0.23					0.97					4.86			
			0.22					1.02					4.82			
			0.26					0.96					4.88			
			0.25					1.01					4.60			
			0.23					1.03					4.33			
4	内吸磷	0.25	0.24	0.26	0.02	7.3	1.00	1.09	1.07	0.03	2.5	5.00	5.31	4.99	0.29	5.7
			0.25					1.03					5.14			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.23					1.09					5.11			
			0.28					1.05					5.13			
			0.27					1.08					4.71			
			0.26					1.10					4.57			
5	虫线磷	0.25	0.23	0.24	0.014	5.8	1.00	1.05	1.03	0.03	2.9	5.00	5.16	4.84	0.30	6.1
			0.24					1.00					4.98			
			0.23					1.06					4.95			
			0.26					0.99					4.97			
			0.26					1.04					4.61			
			0.24					1.05					4.35			
6	灭克磷	0.25	0.24	0.25	0.016	6.4	1.00	1.05	1.04	0.03	3.2	5.00	6.12	5.69	0.42	7.3
			0.25					1.00					5.89			
			0.23					1.06					5.90			
			0.27					1.01					5.83			
			0.26					1.05					5.40			
			0.25					1.08					4.98			
7	甲拌磷	0.25	0.23	0.24	0.01	6.0	1.00	1.05	1.02	0.03	3.0	5.00	5.49	5.12	0.34	6.7
			0.24					0.99					5.30			
			0.22					1.05					5.23			
			0.26					0.98					5.27			
			0.26					1.03					4.85			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.24					1.05					4.56			
8	治螟磷	0.25	0.23	0.25	0.02	6.8	1.00	1.10	1.08	0.03	2.7	5.00	5.69	5.37	0.33	6.1
			0.25					1.04					5.60			
			0.23					1.10					5.48			
			0.27					1.05					5.50			
			0.27					1.09					5.08			
			0.25					1.09					4.86			
9	二嗪农	0.25	0.24	0.26	0.020	7.6	1.00	1.16	1.13	0.03	2.5	5.00	5.61	5.27	0.31	5.9
			0.26					1.08					5.43			
			0.23					1.15					5.41			
			0.29					1.13					5.42			
			0.27					1.13					4.95			
			0.26					1.16					4.82			
10	地虫硫磷	0.25	0.24	0.25	0.02	7.0	1.00	1.08	1.07	0.03	2.7	5.00	6.09	5.76	0.39	6.7
			0.25					1.04					6.00			
			0.23					1.10					5.98			
			0.27					1.04					5.94			
			0.27					1.08					5.38			
			0.25					1.09					5.16			
11	乙拌磷	0.25	0.24	0.25	0.02	7.1	1.00	1.09	1.07	0.02	2.2	5.00	6.02	5.64	0.40	7.1
			0.25					1.03					5.92			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.23					1.09					5.82			
			0.28					1.05					5.78			
			0.27					1.06					5.27			
			0.25					1.09					5.02			
12	异稻瘟净	0.25	0.24	0.26	0.021	8.0	1.00	1.17	1.15	0.02	2.2	5.00	5.41	5.07	0.28	5.6
			0.25					1.11					5.17			
			0.23					1.16					5.18			
			0.29					1.13					5.21			
			0.27					1.15					4.75			
			0.27					1.16					4.68			
13	除线磷	0.25	0.24	0.26	0.020	7.8	1.00	1.08	1.07	0.02	2.1	5.00	5.46	5.35	0.28	5.3
			0.26					1.03					5.53			
			0.23					1.09					5.56			
			0.28					1.05					5.56			
			0.27					1.06					5.07			
			0.26					1.08					4.92			
14	久效磷	0.25	0.23	0.25	0.02	8.0	1.00	1.17	1.12	0.03	2.9	5.00	5.13	5.12	0.29	5.7
			0.25					1.07					5.31			
			0.23					1.14					5.32			
			0.28					1.11					5.42			
			0.27					1.14					4.89			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.26					1.12					4.67			
15	乐果	0.25	0.24	0.26	0.021	8.0	1.00	1.12	1.09	0.03	2.4	5.00	5.56	5.60	0.28	5.0
			0.25					1.05					5.73			
			0.23					1.12					5.85			
			0.29					1.08					5.92			
			0.27					1.08					5.38			
			0.27					1.11					5.20			
16	皮蝇磷	0.25	0.23	0.25	0.020	8.2	1.00	1.06	1.05	0.02	2.1	5.00	5.20	5.09	0.25	4.9
			0.25					1.01					5.26			
			0.22					1.06					5.25			
			0.28					1.03					5.29			
			0.27					1.06					4.87			
			0.26					1.06					4.68			
17	甲基立枯磷	0.25	0.24	0.26	0.019	7.4	1.00	1.08	1.07	0.02	1.7	5.00	5.48	5.41	0.28	5.3
			0.25					1.04					5.60			
			0.23					1.09					5.64			
			0.28					1.06					5.64			
			0.27					1.08					5.13			
			0.27					1.08					4.99			
18	毒死蜱	0.25	0.24	0.26	0.02	7.7	1.00	1.12	1.09	0.03	2.5	5.00	5.45	5.12	0.31	6.1
			0.26					1.05					5.29			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.24					1.11					5.25			
			0.29					1.07					5.27			
			0.27					1.08					4.79			
			0.26					1.11					4.68			
19	甲基对硫磷	0.25	0.23	0.25	0.020	8.1	1.00	1.08	1.06	0.02	2.3	5.00	5.18	4.89	0.28	5.7
			0.25					1.02					5.09			
			0.23					1.08					4.96			
			0.28					1.04					5.00			
			0.26					1.06					4.64			
			0.26					1.07					4.46			
20	倍硫磷	0.25	0.24	0.26	0.021	8.3	1.00	1.10	1.08	0.02	2.1	5.00	5.47	5.14	0.32	6.3
			0.25					1.04					5.31			
			0.23					1.10					5.27			
			0.29					1.07					5.31			
			0.27					1.08					4.79			
			0.27					1.09					4.68			
21	马拉硫磷	0.25	0.23	0.26	0.022	8.5	1.00	1.10	1.08	0.03	2.7	5.00	5.42	5.10	0.33	6.6
			0.26					1.04					5.32			
			0.23					1.12					5.25			
			0.29					1.08					5.23			
			0.27					1.09					4.71			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.26					1.07					4.64			
22	溴硫磷	0.25	0.23	0.25	0.02	8.4	1.00	1.03	1.03	0.02	2.4	5.00	5.23	5.02	0.27	5.3
			0.25					0.99					5.19			
			0.23					1.07					5.10			
			0.28					1.02					5.22			
			0.27					1.03					4.77			
			0.26					1.03					4.60			
23	杀螟硫磷	0.25	0.23	0.26	0.02	8.2	1.00	1.03	1.03	0.04	3.7	5.00	5.21	4.94	0.26	5.3
			0.25					0.97					5.10			
			0.23					1.09					5.02			
			0.28					1.04					5.06			
			0.27					1.01					4.75			
			0.26					1.01					4.51			
24	对硫磷	0.25	0.24	0.26	0.021	8.0	1.00	1.11	1.09	0.02	1.6	5.00	5.31	4.99	0.30	6.0
			0.25					1.08					5.13			
			0.23					1.09					5.15			
			0.28					1.06					5.14			
			0.27					1.08					4.69			
			0.26					1.09					4.55			
25	育畜磷	0.25	0.24	0.27	0.022	8.1	1.00	1.15	1.11	0.03	2.5	5.00	5.38	5.03	0.33	6.5
			0.26					1.06					5.15			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.24					1.12					5.13			
			0.29					1.10					5.26			
			0.28					1.11					4.69			
			0.27					1.11					4.55			
26	水胺硫磷	0.25	0.23	0.26	0.026	10.1	1.00	1.17	1.12	0.03	2.6	5.00	5.76	5.34	0.40	7.5
			0.25					1.08					5.48			
			0.23					1.14					5.61			
			0.29					1.10					5.48			
			0.27					1.11					4.86			
			0.27					1.12					4.83			
27	稻丰散	0.25	0.24	0.26	0.020	7.9	1.00	1.10	1.05	0.03	2.5	5.00	5.36	4.89	0.37	7.6
			0.26					1.02					4.94			
			0.23					1.04					5.01			
			0.29					1.06					5.12			
			0.27					1.03					4.51			
			0.26					1.04					4.39			
28	甲拌磷砜	0.25	0.24	0.26	0.020	7.7	1.00	1.13	1.09	0.03	2.5	5.00	5.73	5.30	0.38	7.2
			0.26					1.05					5.51			
			0.24					1.11					5.43			
			0.29					1.08					5.46			
			0.27					1.09					4.90			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.27					1.09					4.75			
29	丙硫磷	0.25	0.24	0.26	0.020	7.7	1.00	1.12	1.10	0.02	2.1	5.00	5.63	5.20	0.40	7.8
			0.26					1.06					5.42			
			0.24					1.12					5.36			
			0.29					1.08					5.39			
			0.28					1.09					4.72			
			0.27					1.11					4.67			
30	脱叶磷	0.25	0.24	0.26	0.02	7.6	1.00	1.11	1.12	0.03	2.4	5.00	5.88	5.46	0.43	7.8
			0.25					1.09					5.58			
			0.23					1.16					5.71			
			0.29					1.10					5.73			
			0.27					1.14					4.95			
			0.26					1.14					4.89			
31	杀虫畏	0.25	0.24	0.26	0.023	9.0	1.00	1.12	1.07	0.03	2.8	5.00	5.18	4.94	0.30	6.1
			0.25					1.03					5.17			
			0.23					1.09					5.04			
			0.29					1.06					5.12			
			0.28					1.08					4.66			
			0.27					1.07					4.46			
32	丙溴磷	0.25	0.24	0.27	0.024	9.1	1.00	1.15	1.11	0.03	2.5	5.00	5.76	5.30	0.41	7.8
			0.26					1.07					5.45			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.24					1.13					5.46			
			0.29					1.10					5.52			
			0.28					1.10					4.94			
			0.28					1.11					4.66			
33	地胺磷	0.25	0.23	0.25	0.027	10.5	1.00	1.17	1.12	0.03	2.6	5.00	5.61	5.19	0.39	7.4
			0.24					1.08					5.31			
			0.22					1.13					5.39			
			0.29					1.11					5.41			
			0.27					1.13					4.74			
			0.27					1.13					4.67			
34	三硫磷	0.25	0.24	0.26	0.02	9.3	1.00	1.14	1.09	0.03	3.2	5.00	5.62	5.50	0.36	6.6
			0.25					1.04					5.73			
			0.23					1.10					5.75			
			0.29					1.07					5.82			
			0.28					1.08					5.08			
			0.27					1.09					5.00			
35	三唑磷	0.25	0.24	0.26	0.03	9.6	1.00	1.20	1.13	0.04	3.1	5.00	5.85	5.46	0.40	7.3
			0.25					1.09					5.58			
			0.23					1.15					5.70			
			0.29					1.12					5.70			
			0.28					1.12					4.97			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.28					1.12					4.95			

表 1-21　实验室 6 空白石英砂精密度测试数据

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
1	敌敌畏	0.25	0.23	0.23	0.01	6.0	1.00	0.96	1.01	0.04	3.8	5.00	4.95	4.83	0.09	1.8
			0.24					0.99					4.74			
			0.24					0.99					4.75			
			0.21					1.06					4.84			
			0.22					1.00					4.78			
			0.24					1.05					4.91			
2	甲胺磷	0.25	0.27	0.26	0.02	8.6	1.00	1.00	1.09	0.07	6.8	5.00	5.15	5.06	0.16	3.1
			0.28					1.13					4.93			
			0.28					1.14					4.98			
			0.22					1.12					5.34			
			0.25					1.15					4.93			
			0.26					0.98					5.04			
3	速灭磷	0.25	0.25	0.24	0.02	6.6	1.00	0.96	1.05	0.05	4.6	5.00	5.11	5.05	0.15	3.0
			0.26					1.07					4.92			
			0.25					1.06					4.97			
			0.22					1.07					5.31			
			0.22					1.08					4.93			
			0.24					1.09					5.05			
4	内吸磷	0.25	0.26	0.25	0.02	6.8	1.00	0.98	1.09	0.06	5.1	5.00	5.03	4.96	0.19	3.8
			0.26					1.12					4.85			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.26					1.10					4.87			
			0.22					1.10					5.30			
			0.24					1.11					4.78			
			0.25					1.12					4.95			
5	虫线磷	0.25	0.25	0.24	0.02	6.8	1.00	0.96	1.05	0.04	4.2	5.00	5.08	5.00	0.15	3.0
			0.26					1.08					4.93			
			0.26					1.06					4.90			
			0.22					1.06					5.25			
			0.23					1.07					4.83			
			0.24					1.07					5.01			
6	灭克磷	0.25	0.25	0.24	0.02	6.3	1.00	0.96	1.06	0.05	4.6	5.00	5.04	5.01	0.14	2.8
			0.25					1.09					4.91			
			0.25					1.06					4.94			
			0.22					1.07					5.27			
			0.23					1.08					4.88			
			0.24					1.08					5.04			
7	甲拌磷	0.25	0.24	0.24	0.02	7.6	1.00	0.94	1.03	0.06	5.4	5.00	5.06	4.96	0.19	3.8
			0.25					1.05					4.82			
			0.26					1.05					4.81			
			0.21					0.98					5.28			
			0.22					1.07					4.81			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.24					1.08					4.97			
8	治螟磷	0.25	0.26	0.25	0.02	7.2	1.00	0.97	1.06	0.05	4.9	5.00	5.10	5.05	0.14	2.7
			0.26					1.08					4.95			
			0.27					1.08					4.97			
			0.22					1.03					5.31			
			0.23					1.10					4.94			
			0.25					1.11					5.05			
9	二嗪农	0.25	0.26	0.25	0.02	6.4	1.00	0.98	1.10	0.06	5.1	5.00	5.13	5.08	0.16	3.1
			0.27					1.13					4.98			
			0.26					1.11					5.00			
			0.23					1.11					5.35			
			0.24					1.12					4.92			
			0.26					1.13					5.07			
10	地虫硫磷	0.25	0.26	0.25	0.02	6.6	1.00	0.97	1.07	0.05	4.6	5.00	5.05	4.99	0.15	3.0
			0.26					1.10					4.91			
			0.26					1.08					4.91			
			0.22					1.08					5.26			
			0.23					1.08					4.84			
			0.25					1.10					4.97			
11	乙拌磷	0.25	0.26	0.25	0.02	6.9	1.00	0.97	1.07	0.05	4.8	5.00	5.06	5.02	0.15	3.0
			0.27					1.10					4.92			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.26					1.09					4.95			
			0.22					1.08					5.29			
			0.24					1.09					4.86			
			0.26					1.11					5.04			
12	异稻瘟净	0.25	0.26	0.25	0.02	6.9	1.00	1.00	1.11	0.06	5.1	5.00	5.15	5.12	0.16	3.1
			0.27					1.15					5.02			
			0.27					1.12					5.05			
			0.22					1.12					5.41			
			0.24					1.13					4.97			
			0.26					1.14					5.11			
13	除线磷	0.25	0.26	0.25	0.02	6.2	1.00	0.99	1.09	0.05	4.9	5.00	5.15	5.10	0.16	3.1
			0.27					1.13					5.01			
			0.26					1.10					5.03			
			0.23					1.11					5.37			
			0.24					1.11					4.91			
			0.25					1.12					5.10			
14	久效磷	0.25	0.27	0.26	0.02	7.6	1.00	1.01	1.13	0.06	5.6	5.00	5.09	5.08	0.17	3.4
			0.28					1.18					5.03			
			0.27					1.14					4.96			
			0.22					1.16					5.39			
			0.25					1.16					4.89			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.26					1.13					5.11			
15	乐果	0.25	0.26	0.25	0.02	6.7	1.00	0.99	1.11	0.06	5.3	5.00	5.13	5.11	0.15	3.0
			0.27					1.15					5.07			
			0.27					1.11					5.01			
			0.22					1.12					5.37			
			0.24					1.14					4.93			
			0.26					1.13					5.13			
16	皮蝇磷	0.25	0.25	0.24	0.01	6.0	1.00	0.93	1.06	0.06	6.0	5.00	4.89	4.95	0.17	3.5
			0.25					1.09					4.89			
			0.25					1.06					4.84			
			0.22					1.08					5.26			
			0.23					1.10					4.78			
			0.25					1.10					5.04			
17	甲基立枯磷	0.25	0.26	0.25	0.02	6.2	1.00	0.98	1.10	0.06	5.2	5.00	5.12	5.07	0.14	2.8
			0.27					1.14					4.96			
			0.26					1.11					5.01			
			0.23					1.12					5.31			
			0.24					1.12					4.93			
			0.26					1.13					5.07			
18	毒死蜱	0.25	0.26	0.25	0.02	6.4	1.00	1.00	1.11	0.06	5.2	5.00	5.17	5.11	0.16	3.2
			0.27					1.15					5.05			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.27					1.12					5.03			
			0.23					1.13					5.41			
			0.24					1.13					4.94			
			0.26					1.14					5.09			
19	甲基对硫磷	0.25	0.26	0.25	0.02	6.1	1.00	0.96	1.09	0.06	5.6	5.00	5.01	5.00	0.16	3.2
			0.26					1.12					4.93			
			0.26					1.09					4.90			
			0.22					1.11					5.30			
			0.24					1.11					4.84			
			0.25					1.12					5.02			
20	倍硫磷	0.25	0.26	0.25	0.02	6.3	1.00	1.00	1.11	0.06	5.0	5.00	5.11	5.07	0.14	2.7
			0.27					1.15					5.03			
			0.27					1.11					5.01			
			0.23					1.12					5.32			
			0.24					1.13					4.91			
			0.26					1.14					5.06			
21	马拉硫磷	0.25	0.26	0.25	0.02	6.7	1.00	0.97	1.09	0.06	5.7	5.00	5.06	5.06	0.15	3.0
			0.26					1.13					4.99			
			0.26					1.10					4.96			
			0.22					1.10					5.33			
			0.24					1.13					4.91			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.25					1.13					5.10			
22	溴硫磷	0.25	0.25	0.24	0.01	5.9	1.00	0.94	1.07	0.06	6.0	5.00	4.93	4.98	0.17	3.5
			0.26					1.10					4.92			
			0.25					1.07					4.86			
			0.22					1.09					5.29			
			0.23					1.10					4.81			
			0.25					1.10					5.05			
23	杀螟硫磷	0.25	0.26	0.25	0.02	6.2	1.00	0.97	1.09	0.06	5.4	5.00	5.02	5.02	0.15	2.9
			0.26					1.13					4.95			
			0.26					1.09					4.92			
			0.22					1.11					5.29			
			0.24					1.12					4.88			
			0.26					1.12					5.04			
24	对硫磷	0.25	0.26	0.26	0.02	6.2	1.00	1.00	1.11	0.06	5.0	5.00	5.16	5.10	0.14	2.7
			0.27					1.16					5.02			
			0.27					1.12					5.04			
			0.23					1.13					5.34			
			0.24					1.13					4.96			
			0.26					1.14					5.05			
25	育畜磷	0.25	0.26	0.25	0.02	7.1	1.00	0.97	1.09	0.06	5.6	5.00	5.17	5.12	0.14	2.7
			0.27					1.13					5.02			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.27					1.11					5.04			
			0.22					1.09					5.38			
			0.24					1.12					5.02			
			0.26					1.13					5.11			
26	水胺硫磷	0.25	0.27	0.26	0.02	6.6	1.00	1.02	1.14	0.06	5.3	5.00	5.23	5.18	0.14	2.7
			0.28					1.19					5.11			
			0.27					1.15					5.17			
			0.23					1.16					5.42			
			0.25					1.16					5.00			
			0.27					1.17					5.15			
27	稻丰散	0.25	0.26	0.25	0.02	7.1	1.00	0.95	1.07	0.07	6.3	5.00	5.16	5.10	0.17	3.3
			0.26					1.11					5.01			
			0.27					1.10					4.96			
			0.22					1.04					5.40			
			0.24					1.11					4.97			
			0.26					1.12					5.07			
28	甲拌磷砜	0.25	0.26	0.26	0.02	6.4	1.00	0.99	1.11	0.06	5.3	5.00	5.14	5.09	0.15	2.9
			0.27					1.16					5.04			
			0.27					1.13					5.02			
			0.23					1.13					5.35			
			0.24					1.13					4.92			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.26					1.14					5.06			
29	丙硫磷	0.25	0.26	0.26	0.02	6.2	1.00	1.00	1.12	0.06	5.2	5.00	5.20	5.15	0.16	3.0
			0.27					1.16					5.07			
			0.26					1.13					5.09			
			0.23					1.13					5.43			
			0.24					1.13					4.99			
			0.26					1.14					5.09			
30	脱叶磷	0.25	0.26	0.25	0.02	6.1	1.00	1.00	1.11	0.06	5.2	5.00	5.13	5.14	0.14	2.7
			0.27					1.16					5.06			
			0.26					1.12					5.09			
			0.23					1.12					5.41			
			0.24					1.13					5.01			
			0.26					1.13					5.13			
31	杀虫畏	0.25	0.27	0.26	0.02	6.3	1.00	1.00	1.12	0.06	5.7	5.00	5.09	5.10	0.16	3.2
			0.27					1.18					5.07			
			0.27					1.12					4.98			
			0.23					1.15					5.39			
			0.25					1.15					4.93			
			0.26					1.14					5.12			
32	丙溴磷	0.25	0.27	0.27	0.01	3.9	1.00	1.01	1.13	0.06	5.2	5.00	5.25	5.16	0.17	3.2
			0.28					1.18					5.09			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.27					1.15					5.12			
			0.28					1.15					5.44			
			0.25					1.15					4.97			
			0.26					1.15					5.08			
33	地胺磷	0.25	0.27	0.26	0.02	6.5	1.00	1.01	1.13	0.06	5.3	5.00	5.18	5.11	0.13	2.5
			0.28					1.18					5.06			
			0.27					1.15					5.04			
			0.23					1.15					5.33			
			0.25					1.16					4.97			
			0.26					1.15					5.06			
34	三硫磷	0.25	0.26	0.26	0.02	7.2	1.00	1.00	1.11	0.06	5.0	5.00	5.23	5.15	0.14	2.7
			0.27					1.15					5.08			
			0.27					1.12					5.08			
			0.22					1.12					5.40			
			0.25					1.15					5.00			
			0.26					1.14					5.13			
35	三唑磷	0.25	0.27	0.26	0.02	7.0	1.00	1.01	1.13	0.06	5.2	5.00	5.30	5.18	0.13	2.5
			0.27					1.18					5.12			
			0.27					1.14					5.10			
			0.22					1.14					5.38			
			0.25					1.16					5.05			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.26					1.15					5.16			

表 1-22　实验室 1 土壤样品精密度测试数据

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
1	敌敌畏	0.25	0.17	0.17	0.01	3.9	1.00	0.69	0.71	0.01	1.5	5.00	3.28	3.43	0.18	5.2
			0.18					0.71					3.19			
			0.17					0.72					3.43			
			0.17					0.72					3.57			
			0.17					0.70					3.45			
			0.19					0.71					3.67			
2	甲胺磷	0.25	0.12	0.12	0.004	3.0	1.00	0.32	0.37	0.03	7.6	5.00	3.04	2.22	0.41	18.7
			0.12					0.39					2.19			
			0.12					0.36					1.90			
			0.12					0.35					2.06			
			0.13					0.40					2.00			
			0.12					0.37					2.09			
3	速灭磷	0.25	0.18	0.18	0.01	5.5	1.00	0.60	0.61	0.02	2.9	5.00	3.42	3.20	0.15	4.7
			0.17					0.59					3.15			
			0.18					0.63					3.25			
			0.18					0.63					3.24			
			0.17					0.60					3.20			
			0.19					0.59					2.96			
4	内吸磷	0.25	0.18	0.19	0.01	3.9	1.00	0.89	0.87	0.01	1.4	5.00	3.86	3.95	0.12	3.0

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.20					0.88					3.93			
			0.19					0.86					4.01			
			0.19					0.86					3.85			
			0.20					0.88					4.16			
			0.19					0.88					3.88			
5	虫线磷	0.25	0.18	0.20	0.01	4.0	1.00	0.92	0.91	0.01	1.2	5.00	4.17	4.33	0.16	3.6
			0.20					0.91					4.38			
			0.19					0.90					4.37			
			0.19					0.89					4.14			
			0.20					0.91					4.56			
			0.20					0.91					4.39			
6	灭克磷	0.25	0.18	0.19	0.01	4.2	1.00	0.91	0.89	0.01	1.1	5.00	4.07	4.24	0.15	3.5
			0.20					0.89					4.32			
			0.19					0.88					4.26			
			0.19					0.88					4.05			
			0.20					0.89					4.40			
			0.20					0.90					4.36			
7	甲拌磷	0.25	0.18	0.19	0.01	4.3	1.00	0.91	0.89	0.01	1.1	5.00	4.01	4.15	0.14	3.5
			0.19					0.90					4.15			
			0.19					0.88					4.22			
			0.19					0.88					4.01			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.20					0.90					4.39			
			0.20					0.90					4.12			
8	治螟磷	0.25	0.18	0.19	0.01	4.2	1.00	0.91	0.89	0.01	1.3	5.00	4.20	4.34	0.13	3.1
			0.19					0.89					4.30			
			0.19					0.88					4.40			
			0.18					0.87					4.23			
			0.20					0.89					4.56			
			0.20					0.89					4.37			
9	二嗪农	0.25	0.18	0.19	0.01	3.8	1.00	0.92	0.90	0.01	1.5	5.00	4.28	4.44	0.12	2.8
			0.20					0.90					4.41			
			0.19					0.89					4.53			
			0.19					0.88					4.35			
			0.20					0.90					4.63			
			0.20					0.90					4.42			
10	地虫硫磷	0.25	0.18	0.19	0.01	3.9	1.00	0.92	0.90	0.01	1.3	5.00	4.28	4.44	0.14	3.1
			0.20					0.91					4.41			
			0.19					0.89					4.52			
			0.19					0.89					4.32			
			0.20					0.90					4.66			
			0.20					0.91					4.43			
11	乙拌磷	0.25	0.18	0.19	0.01	4.2	1.00	0.91	0.89	0.01	1.6	5.00	3.92	4.02	0.13	3.3

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.19					0.90					3.96			
			0.19					0.88					4.10			
			0.18					0.87					3.89			
			0.20					0.89					4.25			
			0.19					0.89					4.00			
12	异稻瘟净	0.25	0.19	0.20	0.01	4.1	1.00	0.88	0.86	0.02	1.9	5.00	4.33	4.52	0.13	2.9
			0.21					0.84					4.47			
			0.20					0.85					4.60			
			0.20					0.85					4.45			
			0.21					0.88					4.71			
			0.21					0.88					4.57			
13	除线磷	0.25	0.18	0.19	0.01	3.3	1.00	0.93	0.91	0.01	1.4	5.00	4.21	4.39	0.12	2.8
			0.20					0.90					4.35			
			0.19					0.89					4.47			
			0.19					0.89					4.32			
			0.20					0.91					4.56			
			0.20					0.91					4.41			
14	久效磷	0.25	0.18	0.19	0.01	7.6	1.00	0.44	0.50	0.03	6.0	5.00	4.46	3.81	0.34	9.0
			0.17					0.51					3.67			
			0.19					0.50					3.64			
			0.18					0.50					3.47			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.20					0.52					3.79			
			0.21					0.50					3.83			
15	乐果	0.25	0.18	0.19	0.01	3.7	1.00	0.84	0.85	0.01	1.7	5.00	3.98	4.09	0.09	2.3
			0.20					0.83					3.99			
			0.19					0.85					4.19			
			0.19					0.84					4.06			
			0.20					0.86					4.20			
			0.20					0.86					4.11			
16	皮蝇磷	0.25	0.18	0.19	0.01	3.5	1.00	0.91	0.89	0.01	1.3	5.00	4.10	4.27	0.15	3.6
			0.19					0.88					4.16			
			0.19					0.89					4.38			
			0.19					0.88					4.15			
			0.19					0.90					4.48			
			0.20					0.90					4.35			
17	甲基立枯磷	0.25	0.18	0.19	0.01	3.7	1.00	0.93	0.91	0.01	1.3	5.00	3.89	4.09	0.15	3.7
			0.20					0.91					4.00			
			0.19					0.90					4.21			
			0.19					0.90					3.97			
			0.20					0.91					4.18			
			0.20					0.92					4.26			
18	毒死蜱	0.25	0.18	0.19	0.01	4.0	1.00	0.91	0.90	0.01	1.2	5.00	4.29	4.44	0.11	2.5

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.19					0.90					4.39			
			0.19					0.89					4.51			
			0.19					0.88					4.37			
			0.20					0.90					4.59			
			0.20					0.90					4.49			
19	甲基对硫磷	0.25	0.17	0.19	0.01	4.1	1.00	0.89	0.87	0.04	4.3	5.00	4.23	4.41	0.16	3.5
			0.19					0.79					4.29			
			0.19					0.88					4.51			
			0.19					0.88					4.31			
			0.19					0.89					4.55			
			0.20					0.89					4.59			
20	倍硫磷	0.25	0.18	0.20	0.01	3.6	1.00	0.93	0.91	0.01	1.3	5.00	4.31	4.49	0.13	3.0
			0.20					0.91					4.44			
			0.19					0.90					4.55			
			0.19					0.89					4.40			
			0.20					0.91					4.69			
			0.20					0.91					4.55			
21	马拉硫磷	0.25	0.19	0.21	0.01	4.0	1.00	0.92	0.90	0.01	1.3	5.00	4.30	4.49	0.14	3.1
			0.21					0.91					4.42			
			0.21					0.89					4.59			
			0.21					0.89					4.41			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.21					0.90					4.68			
			0.22					0.91					4.56			
22	溴硫磷	0.25	0.18	0.19	0.01	3.7	1.00	0.90	0.89	0.01	1.6	5.00	4.27	4.44	0.14	3.3
			0.20					0.92					4.36			
			0.19					0.88					4.53			
			0.19					0.88					4.35			
			0.19					0.89					4.67			
			0.20					0.89					4.47			
23	杀螟硫磷	0.25	0.18	0.19	0.01	3.9	1.00	0.87	0.85	0.02	2.3	5.00	4.26	4.47	0.15	3.3
			0.20					0.82					4.47			
			0.19					0.85					4.53			
			0.19					0.85					4.36			
			0.20					0.87					4.69			
			0.20					0.86					4.51			
24	对硫磷	0.25	0.18	0.19	0.01	4.2	1.00	0.88	0.85	0.04	4.5	5.00	4.20	4.39	0.13	2.9
			0.19					0.78					4.34			
			0.19					0.86					4.48			
			0.19					0.87					4.31			
			0.20					0.87					4.53			
			0.20					0.86					4.47			
25	育畜磷	0.25	0.17	0.18	0.01	4.5	1.00	0.77	0.77	0.02	2.7	5.00	3.90	3.86	0.09	2.2

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.19					0.74					3.74			
			0.18					0.79					3.91			
			0.18					0.79					3.96			
			0.20					0.76					3.87			
			0.18					0.76					3.77			
26	水胺硫磷	0.25	0.19	0.21	0.01	5.6	1.00	0.79	0.77	0.02	2.7	5.00	4.04	4.07	0.10	2.5
			0.22					0.73					3.91			
			0.20					0.79					4.12			
			0.21					0.78					4.15			
			0.23					0.76					4.18			
			0.21					0.77					4.01			
27	稻丰散	0.25	0.18	0.19	0.01	4.2	1.00	0.89	0.88	0.01	1.3	5.00	4.27	4.47	0.15	3.3
			0.19					0.87					4.32			
			0.19					0.88					4.55			
			0.19					0.87					4.46			
			0.20					0.89					4.65			
			0.20					0.89					4.56			
28	甲拌磷砜	0.25	0.20	0.21	0.01	3.1	1.00	0.94	0.92	0.01	1.3	5.00	4.44	4.59	0.11	2.5
			0.21					0.91					4.51			
			0.21					0.91					4.66			
			0.20					0.90					4.57			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.22					0.92					4.76			
			0.21					0.93					4.63			
29	丙硫磷	0.25	0.18	0.19	0.01	3.8	1.00	0.94	0.91	0.01	1.5	5.00	4.38	4.54	0.11	2.5
			0.20					0.91					4.48			
			0.19					0.90					4.60			
			0.19					0.90					4.49			
			0.20					0.92					4.69			
			0.20					0.92					4.59			
30	脱叶磷	0.25	0.18	0.19	0.01	3.8	1.00	0.91	0.89	0.01	1.2	5.00	4.33	4.46	0.09	2.0
			0.20					0.89					4.37			
			0.19					0.89					4.52			
			0.19					0.88					4.46			
			0.20					0.90					4.58			
			0.20					0.90					4.48			
31	杀虫畏	0.25	0.21	0.23	0.01	4.2	1.00	0.83	0.80	0.02	2.8	5.00	4.14	4.26	0.10	2.3
			0.24					0.76					4.15			
			0.22					0.81					4.35			
			0.22					0.79					4.28			
			0.24					0.79					4.38			
			0.23					0.81					4.28			
32	丙溴磷	0.25	0.18	0.19	0.01	4.6	1.00	0.79	0.77	0.02	2.5	5.00	3.94	4.00	0.07	1.7

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.20					0.75					3.89			
			0.19					0.80					4.04			
			0.19					0.77					4.04			
			0.20					0.76					4.07			
			0.19					0.78					4.00			
33	地胺磷	0.25	0.17	0.19	0.01	7.2	1.00	0.72	0.73	0.02	2.3	5.00	4.06	4.04	0.07	1.6
			0.19					0.69					3.99			
			0.18					0.73					3.99			
			0.17					0.74					4.03			
			0.20					0.73					4.16			
			0.19					0.74					3.98			
34	三硫磷	0.25	0.18	0.20	0.01	4.0	1.00	0.95	0.92	0.01	1.4	5.00	4.37	4.56	0.13	2.8
			0.20					0.92					4.51			
			0.19					0.91					4.62			
			0.19					0.91					4.48			
			0.20					0.93					4.73			
			0.20					0.93					4.63			
35	三唑磷	0.25	0.19	0.20	0.01	4.2	1.00	0.90	0.89	0.02	1.7	5.00	4.34	4.50	0.10	2.3
			0.21					0.86					4.43			
			0.20					0.89					4.59			
			0.20					0.89					4.48			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.21					0.90					4.61			
			0.21					0.90					4.53			

表 1-23　实验室 2 土壤样品精密度测试数据

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
1	敌敌畏	0.25	0.19	0.20	0.01	3.4	1.00	0.70	0.73	0.02	3.3	5.00	3.08	3.22	0.13	4.1
			0.20					0.75					3.08			
			0.21					0.73					3.24			
			0.21					0.73					3.33			
			0.20					0.75					3.19			
			0.21					0.70					3.41			
2	甲胺磷	0.25	0.10	0.11	0.006	5.5	1.00	0.38	0.42	0.04	9.8	5.00	3.22	2.39	0.43	17.9
			0.12					0.47					2.43			
			0.12					0.39					2.06			
			0.12					0.40					2.24			
			0.12					0.47					2.14			
			0.11					0.40					2.22			
3	速灭磷	0.25	0.19	0.20	0.01	5.5	1.00	0.63	0.65	0.02	3.7	5.00	3.50	3.23	0.20	6.1
			0.19					0.66					3.34			
			0.21					0.67					3.26			
			0.21					0.67					3.24			
			0.19					0.66					3.15			
			0.20					0.61					2.90			
4	内吸磷	0.25	0.24	0.25	0.01	3.8	1.00	0.88	0.88	0.03	3.0	5.00	3.82	3.83	0.12	3.1
			0.24					0.91					3.93			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.26					0.86					3.87			
			0.26					0.86					3.69			
			0.24					0.91					3.98			
			0.25					0.85					3.70			
5	虫线磷	0.25	0.24	0.25	0.01	4.1	1.00	0.90	0.89	0.02	2.6	5.00	4.21	4.29	0.16	3.7
			0.24					0.92					4.50			
			0.26					0.88					4.30			
			0.26					0.87					4.07			
			0.24					0.90					4.46			
			0.26					0.86					4.23			
6	灭克磷	0.25	0.24	0.25	0.01	4.1	1.00	0.90	0.89	0.02	2.4	5.00	4.23	4.27	0.15	3.4
			0.24					0.92					4.47			
			0.26					0.88					4.27			
			0.26					0.87					4.06			
			0.24					0.90					4.40			
			0.26					0.87					4.21			
7	甲拌磷	0.25	0.24	0.25	0.01	3.6	1.00	0.90	0.89	0.03	2.9	5.00	4.07	4.12	0.14	3.4
			0.24					0.92					4.31			
			0.26					0.87					4.18			
			0.26					0.87					3.96			
			0.24					0.92					4.24			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.26					0.86					3.98			
8	治螟磷	0.25	0.24	0.25	0.01	3.9	1.00	0.91	0.90	0.03	3.0	5.00	4.30	4.35	0.12	2.7
			0.24					0.92					4.52			
			0.26					0.88					4.38			
			0.25					0.88					4.21			
			0.24					0.94					4.46			
			0.26					0.87					4.27			
9	二嗪农	0.25	0.24	0.25	0.01	3.7	1.00	0.91	0.90	0.02	2.5	5.00	4.29	4.38	0.12	2.7
			0.24					0.92					4.53			
			0.26					0.89					4.45			
			0.26					0.88					4.25			
			0.24					0.93					4.49			
			0.26					0.88					4.29			
10	地虫硫磷	0.25	0.24	0.25	0.01	3.8	1.00	0.91	0.90	0.02	2.2	5.00	4.30	4.38	0.11	2.5
			0.24					0.92					4.49			
			0.26					0.89					4.45			
			0.26					0.88					4.24			
			0.24					0.92					4.49			
			0.26					0.87					4.30			
11	乙拌磷	0.25	0.23	0.24	0.01	3.9	1.00	0.90	0.89	0.03	3.0	5.00	3.96	3.98	0.11	2.8
			0.24					0.91					4.03			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.25					0.87					4.04			
			0.25					0.86					3.85			
			0.23					0.92					4.14			
			0.25					0.85					3.87			
12	异稻瘟净	0.25	0.29	0.30	0.01	3.8	1.00	0.95	0.96	0.03	2.7	5.00	4.41	4.52	0.13	2.8
			0.30					0.98					4.70			
			0.32					0.94					4.59			
			0.31					0.95					4.39			
			0.29					1.00					4.62			
			0.31					0.93					4.44			
13	除线磷	0.25	0.24	0.26	0.01	4.4	1.00	0.92	0.91	0.03	2.8	5.00	4.16	4.32	0.15	3.6
			0.25					0.93					4.48			
			0.27					0.89					4.39			
			0.27					0.89					4.14			
			0.25					0.94					4.48			
			0.26					0.88					4.26			
14	久效磷	0.25	0.22	0.24	0.02	7.5	1.00	0.61	0.66	0.05	8.1	5.00	4.65	3.96	0.38	9.5
			0.24					0.73					4.07			
			0.26					0.63					3.75			
			0.24					0.65					3.55			
			0.27					0.73					3.88			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.22					0.63					3.84			
15	乐果	0.25	0.25	0.26	0.01	4.7	1.00	0.87	0.87	0.02	2.3	5.00	4.26	4.29	0.10	2.4
			0.25					0.89					4.42			
			0.27					0.86					4.35			
			0.27					0.87					4.18			
			0.25					0.90					4.34			
			0.27					0.84					4.17			
16	皮蝇磷	0.25	0.23	0.25	0.01	4.9	1.00	0.91	0.90	0.02	2.7	5.00	4.16	4.30	0.15	3.4
			0.24					0.90					4.35			
			0.26					0.89					4.40			
			0.26					0.89					4.12			
			0.23					0.94					4.49			
			0.25					0.87					4.26			
17	甲基立枯磷	0.25	0.23	0.25	0.01	5.1	1.00	0.91	0.90	0.02	2.7	5.00	4.12	4.29	0.16	3.7
			0.24					0.92					4.44			
			0.26					0.88					4.36			
			0.26					0.88					4.10			
			0.24					0.94					4.47			
			0.26					0.87					4.22			
18	毒死蜱	0.25	0.23	0.24	0.01	4.6	1.00	0.90	0.91	0.02	2.7	5.00	4.12	4.31	0.17	3.9
			0.24					0.93					4.47			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.25					0.90					4.39			
			0.26					0.89					4.13			
			0.23					0.95					4.51			
			0.26					0.89					4.25			
19	甲基对硫磷	0.25	0.25	0.26	0.01	5.1	1.00	0.93	0.95	0.03	2.9	5.00	4.26	4.39	0.13	3.0
			0.25					0.95					4.50			
			0.27					0.93					4.51			
			0.27					0.94					4.23			
			0.24					1.00					4.49			
			0.27					0.94					4.31			
20	倍硫磷	0.25	0.24	0.25	0.01	3.9	1.00	0.91	0.91	0.02	2.6	5.00	4.30	4.44	0.15	3.3
			0.25					0.94					4.62			
			0.26					0.90					4.53			
			0.26					0.89					4.27			
			0.24					0.94					4.57			
			0.26					0.88					4.36			
21	马拉硫磷	0.25	0.24	0.25	0.01	4.2	1.00	0.90	0.89	0.02	2.7	5.00	4.32	4.47	0.14	3.0
			0.25					0.89					4.60			
			0.25					0.89					4.58			
			0.26					0.88					4.31			
			0.24					0.93					4.58			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.25					0.86					4.41			
22	溴硫磷	0.25	0.23	0.25	0.01	4.9	1.00	0.90	0.90	0.03	3.0	5.00	4.16	4.33	0.15	3.5
			0.25					0.90					4.38			
			0.25					0.89					4.45			
			0.26					0.89					4.15			
			0.23					0.95					4.53			
			0.25					0.86					4.31			
23	杀螟硫磷	0.25	0.26	0.28	0.01	3.9	1.00	0.92	0.93	0.02	2.6	5.00	4.30	4.44	0.14	3.2
			0.27					0.93					4.57			
			0.28					0.92					4.55			
			0.29					0.92					4.26			
			0.26					0.97					4.56			
			0.28					0.90					4.37			
24	对硫磷	0.25	0.26	0.26	0.01	3.2	1.00	0.91	0.93	0.03	2.8	5.00	4.26	4.44	0.17	3.9
			0.26					0.95					4.67			
			0.27					0.92					4.56			
			0.27					0.92					4.26			
			0.25					0.97					4.54			
			0.27					0.90					4.35			
25	育畜磷	0.25	0.20	0.21	0.01	5.6	1.00	0.77	0.79	0.03	3.2	5.00	4.03	3.91	0.12	3.0
			0.21					0.79					3.99			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.22					0.81					3.89			
			0.23					0.81					3.91			
			0.20					0.81					3.96			
			0.22					0.76					3.70			
26	水胺硫磷	0.25	0.25	0.26	0.01	4.9	1.00	0.80	0.85	0.03	3.7	5.00	3.79	3.85	0.11	2.8
			0.26					0.85					3.94			
			0.27					0.87					3.99			
			0.28					0.86					3.80			
			0.25					0.88					3.91			
			0.26					0.81					3.69			
27	稻丰散	0.25	0.23	0.23	0.01	3.3	1.00	0.89	0.90	0.02	2.6	5.00	4.25	4.42	0.16	3.6
			0.23					0.91					4.58			
			0.24					0.89					4.55			
			0.24					0.89					4.26			
			0.22					0.94					4.56			
			0.24					0.88					4.33			
28	甲拌磷砜	0.25	0.25	0.26	0.01	4.1	1.00	0.90	0.91	0.02	2.6	5.00	4.35	4.53	0.19	4.3
			0.25					0.92					4.76			
			0.27					0.90					4.69			
			0.27					0.89					4.33			
			0.25					0.95					4.64			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.27					0.88					4.38			
29	丙硫磷	0.25	0.24	0.25	0.01	4.3	1.00	0.90	0.90	0.03	2.9	5.00	4.14	4.35	0.18	4.1
			0.24					0.92					4.56			
			0.26					0.88					4.45			
			0.26					0.88					4.16			
			0.24					0.94					4.50			
			0.26					0.87					4.28			
30	脱叶磷	0.25	0.23	0.24	0.01	4.3	1.00	0.89	0.90	0.02	2.6	5.00	4.26	4.41	0.16	3.5
			0.24					0.91					4.60			
			0.25					0.89					4.55			
			0.26					0.88					4.27			
			0.24					0.93					4.48			
			0.25					0.87					4.28			
31	杀虫畏	0.25	0.28	0.30	0.02	5.7	1.00	0.89	0.91	0.03	3.2	5.00	3.90	4.04	0.15	3.7
			0.29					0.92					4.22			
			0.31					0.92					4.18			
			0.32					0.92					3.93			
			0.28					0.96					4.13			
			0.30					0.88					3.89			
32	丙溴磷	0.25	0.24	0.25	0.02	7.8	1.00	0.81	0.84	0.03	3.1	5.00	3.80	3.87	0.10	2.7
			0.25					0.85					4.01			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.26					0.86					3.97			
			0.29					0.86					3.82			
			0.24					0.87					3.90			
			0.25					0.81					3.74			
33	地胺磷	0.25	0.28	0.29	0.01	3.8	1.00	0.78	0.83	0.03	3.3	5.00	4.07	4.00	0.11	2.8
			0.29					0.83					4.07			
			0.29					0.83					4.04			
			0.31					0.83					3.93			
			0.28					0.86					4.09			
			0.29					0.81					3.80			
34	三硫磷	0.25	0.24	0.26	0.01	4.5	1.00	0.91	0.91	0.03	2.8	5.00	4.18	4.39	0.17	3.9
			0.25					0.93					4.53			
			0.27					0.91					4.49			
			0.27					0.89					4.19			
			0.25					0.95					4.56			
			0.27					0.88					4.37			
35	三唑磷	0.25	0.31	0.32	0.01	3.9	1.00	0.91	0.93	0.02	2.6	5.00	4.31	4.42	0.11	2.4
			0.30					0.94					4.57			
			0.33					0.93					4.49			
			0.33					0.92					4.31			
			0.30					0.97					4.48			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.32					0.91					4.36			

表 1-24　实验室 3 土壤样品精密度测试数据

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
1	敌敌畏	0.25	0.20	0.18	0.02	12.3	1.00	0.87	0.87	0.03	3.7	5.00	3.72	3.93	0.16	4.1
			0.20					0.91					4.12			
			0.15					0.84					3.95			
			0.20					0.87					3.97			
			0.16					0.90					3.77			
			0.17					0.83					4.08			
2	甲胺磷	0.25	0.13	0.12	0.013	10.3	1.00	0.51	0.52	0.03	4.9	5.00	2.55	2.52	0.18	7.0
			0.14					0.57					2.51			
			0.11					0.54					2.79			
			0.14					0.51					2.47			
			0.13					0.52					2.24			
			0.11					0.50					2.58			
3	速灭磷	0.25	0.18	0.18	0.01	4.8	1.00	0.73	0.73	0.01	1.5	5.00	3.66	3.83	0.15	3.8
			0.18					0.73					4.03			
			0.20					0.74					3.94			
			0.18					0.72					3.77			
			0.18					0.74					3.69			
			0.18					0.75					3.90			
4	内吸磷	0.25	0.24	0.25	0.01	3.9	1.00	1.04	1.03	0.03	3.0	5.00	3.88	4.01	0.14	3.4
			0.25					1.01					4.26			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.24					1.05					4.06			
			0.25					1.03					3.91			
			0.26					1.06					3.98			
			0.24					0.98					3.97			
5	虫线磷	0.25	0.25	0.26	0.01	4.4	1.00	1.07	1.07	0.04	3.3	5.00	4.77	4.82	0.21	4.3
			0.26					1.09					5.12			
			0.25					1.11					5.03			
			0.26					1.05					4.58			
			0.28					1.09					4.71			
			0.25					1.01					4.70			
6	灭克磷	0.25	0.25	0.25	0.01	4.8	1.00	1.06	1.06	0.04	3.8	5.00	4.75	4.82	0.19	4.0
			0.25					1.08					5.10			
			0.23					1.11					5.03			
			0.25					1.05					4.62			
			0.26					1.08					4.72			
			0.23					0.99					4.73			
7	甲拌磷	0.25	0.25	0.26	0.01	4.6	1.00	1.06	1.06	0.03	2.9	5.00	4.39	4.44	0.18	4.0
			0.27					1.07					4.69			
			0.25					1.10					4.62			
			0.27					1.04					4.23			
			0.28					1.08					4.36			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.25					1.01					4.35			
8	治螟磷	0.25	0.25	0.25	0.01	4.3	1.00	1.05	1.05	0.03	3.3	5.00	4.71	4.79	0.16	3.3
			0.26					1.07					5.04			
			0.24					1.09					4.94			
			0.26					1.04					4.65			
			0.27					1.08					4.71			
			0.24					0.99					4.72			
9	二嗪农	0.25	0.25	0.26	0.01	4.2	1.00	1.06	1.06	0.03	2.9	5.00	5.03	5.15	0.16	3.2
			0.26					1.06					5.41			
			0.25					1.11					5.28			
			0.27					1.05					5.02			
			0.28					1.09					5.06			
			0.25					1.02					5.07			
10	地虫硫磷	0.25	0.25	0.26	0.01	4.4	1.00	1.06	1.06	0.03	3.1	5.00	4.78	4.86	0.16	3.3
			0.26					1.07					5.10			
			0.25					1.11					5.01			
			0.27					1.05					4.70			
			0.28					1.08					4.78			
			0.25					1.01					4.78			
11	乙拌磷	0.25	0.24	0.25	0.01	3.6	1.00	1.04	1.04	0.03	2.7	5.00	4.02	4.15	0.13	3.1
			0.25					1.06					4.38			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.24					1.05					4.18			
			0.25					1.03					4.06			
			0.25					1.06					4.14			
			0.23					0.99					4.12			
12	异稻瘟净	0.25	0.25	0.27	0.01	4.9	1.00	0.91	0.90	0.07	7.3	5.00	4.73	5.32	0.30	5.7
			0.27					0.77					5.50			
			0.26					0.94					5.54			
			0.27					0.92					5.47			
			0.29					0.93					5.38			
			0.25					0.95					5.33			
13	除线磷	0.25	0.26	0.26	0.01	4.3	1.00	1.07	1.07	0.03	2.8	5.00	4.94	5.01	0.14	2.9
			0.27					1.08					5.25			
			0.26					1.11					5.13			
			0.27					1.05					4.88			
			0.28					1.09					4.96			
			0.25					1.02					4.92			
14	久效磷	0.25	0.18	0.19	0.01	6.0	1.00	0.71	0.74	0.02	2.6	5.00	4.59	4.48	0.23	5.1
			0.20					0.76					4.59			
			0.18					0.75					4.82			
			0.20					0.72					4.29			
			0.20					0.74					4.39			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.17					0.73					4.21			
15	乐果	0.25	0.24	0.25	0.01	4.2	1.00	1.02	1.02	0.03	3.0	5.00	4.70	4.81	0.13	2.6
			0.25					1.04					5.05			
			0.24					1.06					4.86			
			0.25					1.01					4.74			
			0.26					1.04					4.78			
			0.23					0.97					4.76			
16	皮蝇磷	0.25	0.25	0.26	0.01	4.2	1.00	1.05	1.06	0.03	2.7	5.00	4.57	4.77	0.18	3.7
			0.27					1.08					5.09			
			0.25					1.09					4.72			
			0.27					1.04					4.71			
			0.28					1.07					4.82			
			0.25					1.02					4.69			
17	甲基立枯磷	0.25	0.25	0.26	0.02	6.9	1.00	1.13	1.15	0.04	3.4	5.00	4.88	4.98	0.13	2.5
			0.26					1.18					5.19			
			0.26					1.19					5.08			
			0.26					1.13					4.87			
			0.29					1.16					4.96			
			0.24					1.08					4.92			
18	毒死蜱	0.25	0.25	0.26	0.01	4.1	1.00	1.06	1.07	0.03	2.8	5.00	4.90	4.95	0.11	2.2
			0.26					1.09					5.15			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.25					1.10					5.02			
			0.27					1.05					4.87			
			0.27					1.08					4.93			
			0.25					1.02					4.85			
19	甲基对硫磷	0.25	0.26	0.28	0.01	5.1	1.00	1.16	1.16	0.06	4.9	5.00	5.21	5.33	0.16	3.0
			0.28					1.22					5.57			
			0.28					1.24					5.39			
			0.29					1.13					5.28			
			0.30					1.14					5.40			
			0.26					1.08					5.13			
20	倍硫磷	0.25	0.26	0.27	0.01	4.3	1.00	1.06	1.07	0.03	2.5	5.00	4.85	4.92	0.09	1.9
			0.27					1.10					5.10			
			0.26					1.10					4.92			
			0.27					1.05					4.94			
			0.29					1.09					4.87			
			0.26					1.04					4.86			
21	马拉硫磷	0.25	0.24	0.24	0.01	4.4	1.00	0.97	0.98	0.02	2.4	5.00	4.76	4.80	0.18	3.6
			0.25					0.99					5.05			
			0.23					0.99					4.86			
			0.25					0.97					4.59			
			0.25					1.02					4.92			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.23					0.95					4.63			
22	溴硫磷	0.25	0.24	0.25	0.01	4.7	1.00	1.04	1.06	0.02	2.0	5.00	4.51	4.68	0.17	3.7
			0.26					1.07					5.00			
			0.24					1.09					4.60			
			0.26					1.04					4.62			
			0.27					1.06					4.75			
			0.24					1.03					4.61			
23	杀螟硫磷	0.25	0.25	0.26	0.01	3.9	1.00	1.05	1.06	0.03	2.8	5.00	4.83	4.96	0.12	2.4
			0.26					1.09					5.16			
			0.25					1.10					4.96			
			0.26					1.04					4.90			
			0.27					1.08					5.02			
			0.24					1.02					4.90			
24	对硫磷	0.25	0.25	0.26	0.01	4.6	1.00	1.17	1.17	0.05	4.6	5.00	5.25	5.25	0.14	2.6
			0.26					1.23					5.39			
			0.26					1.24					5.37			
			0.27					1.15					5.19			
			0.28					1.16					5.28			
			0.25					1.10					5.01			
25	育畜磷	0.25	0.22	0.23	0.01	3.0	1.00	0.95	0.94	0.02	2.5	5.00	4.15	4.32	0.11	2.4
			0.22					0.94					4.43			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.23					0.94					4.29			
			0.23					0.93					4.42			
			0.24					0.98					4.26			
			0.22					0.91					4.35			
26	水胺硫磷	0.25	0.23	0.24	0.01	3.5	1.00	0.99	1.01	0.03	2.9	5.00	4.61	4.65	0.10	2.2
			0.24					1.04					4.68			
			0.23					1.04					4.48			
			0.24					1.02					4.77			
			0.25					1.02					4.72			
			0.23					0.97					4.63			
27	稻丰散	0.25	0.24	0.25	0.01	4.1	1.00	1.03	1.04	0.02	2.3	5.00	4.73	4.82	0.10	2.2
			0.25					1.06					5.01			
			0.24					1.06					4.80			
			0.26					1.03					4.79			
			0.27					1.06					4.87			
			0.24					1.01					4.73			
28	甲拌磷砜	0.25	0.26	0.27	0.01	3.9	1.00	1.09	1.10	0.03	2.4	5.00	5.15	5.19	0.10	1.9
			0.27					1.12					5.36			
			0.26					1.13					5.21			
			0.27					1.08					5.14			
			0.28					1.10					5.20			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.25					1.06					5.06			
29	丙硫磷	0.25	0.26	0.26	0.01	3.5	1.00	1.07	1.08	0.02	2.2	5.00	5.03	5.04	0.10	2.1
			0.27					1.10					5.20			
			0.26					1.10					5.07			
			0.27					1.06					4.99			
			0.28					1.08					5.06			
			0.25					1.05					4.88			
30	脱叶磷	0.25	0.25	0.25	0.01	2.8	1.00	1.06	1.07	0.02	2.1	5.00	5.02	5.04	0.09	1.7
			0.26					1.10					5.18			
			0.25					1.08					5.04			
			0.27					1.06					5.01			
			0.25					1.05					5.07			
			0.25					1.04					4.91			
31	杀虫畏	0.25	0.25	0.25	0.01	3.3	1.00	1.04	1.05	0.02	2.3	5.00	4.71	4.79	0.09	1.8
			0.25					1.07					4.94			
			0.25					1.07					4.76			
			0.26					1.04					4.80			
			0.26					1.06					4.81			
			0.24					1.01					4.71			
32	丙溴磷	0.25	0.23	0.23	0.01	2.8	1.00	0.98	0.96	0.08	8.7	5.00	4.59	4.68	0.06	1.3
			0.23					1.01					4.75			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.22					1.00					4.65			
			0.23					0.99					4.74			
			0.23					0.79					4.67			
			0.22					0.95					4.66			
33	地胺磷	0.25	0.22	0.22	0.01	3.3	1.00	0.95	0.96	0.02	1.9	5.00	5.59	5.69	0.15	2.7
			0.23					0.99					5.46			
			0.21					0.97					5.86			
			0.23					0.96					5.75			
			0.23					0.94					5.83			
			0.21					0.94					5.65			
34	三硫磷	0.25	0.25	0.25	0.01	3.6	1.00	1.08	1.09	0.02	2.2	5.00	4.91	4.92	0.10	2.0
			0.25					1.12					5.08			
			0.24					1.12					4.85			
			0.25					1.08					4.91			
			0.26					1.07					4.95			
			0.23					1.07					4.79			
35	三唑磷	0.25	0.25	0.25	0.01	3.8	1.00	1.10	1.11	0.03	2.3	5.00	4.96	5.00	0.11	2.2
			0.25					1.12					5.16			
			0.24					1.15					4.93			
			0.25					1.10					5.01			
			0.26					1.09					5.09			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.24					1.08					4.87			

表 1-25　实验室 4 土壤样品精密度测试数据

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
1	敌敌畏	0.25	0.18	0.18	0.01	6.0	1.00	0.76	0.81	0.04	4.9	5.00	3.59	3.20	0.33	10.2
			0.21					0.79					3.49			
			0.18					0.87					2.81			
			0.18					0.80					2.84			
			0.17					0.80					3.31			
			0.18					0.84					3.15			
2	甲胺磷	0.25	0.19	0.18	0.006	3.4	1.00	0.38	0.44	0.03	7.3	5.00	2.11	2.05	0.13	6.3
			0.19					0.45					2.00			
			0.18					0.45					1.83			
			0.18					0.44					2.01			
			0.17					0.47					2.16			
			0.18					0.46					2.18			
3	速灭磷	0.25	0.24	0.23	0.01	2.6	1.00	0.72	0.79	0.05	6.6	5.00	3.76	3.71	0.23	6.1
			0.22					0.75					3.44			
			0.23					0.86					3.88			
			0.22					0.85					4.04			
			0.22					0.79					3.65			
			0.23					0.79					3.51			
4	内吸磷	0.25	0.24	0.22	0.01	6.6	1.00	0.89	0.93	0.03	3.0	5.00	3.83	3.67	0.19	5.0

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.24					0.97					3.40			
			0.23					0.94					3.82			
			0.22					0.94					3.83			
			0.21					0.90					3.64			
			0.20					0.93					3.52			
5	虫线磷	0.25	0.23	0.23	0.01	3.4	1.00	0.96	1.02	0.04	4.2	5.00	4.56	4.49	0.25	5.6
			0.24					0.98					4.04			
			0.22					1.07					4.72			
			0.24					1.03					4.71			
			0.23					1.02					4.49			
			0.25					1.06					4.42			
6	灭克磷	0.25	0.24	0.23	0.01	3.4	1.00	0.93	0.98	0.04	4.5	5.00	4.53	4.44	0.24	5.3
			0.23					0.93					4.01			
			0.23					1.04					4.64			
			0.23					0.99					4.64			
			0.22					0.97					4.45			
			0.23					1.02					4.39			
7	甲拌磷	0.25	0.24	0.23	0.01	3.2	1.00	0.95	0.99	0.04	3.5	5.00	4.36	4.24	0.22	5.2
			0.24					0.96					3.85			
			0.22					1.04					4.43			
			0.23					1.00					4.44			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.22					0.99					4.21			
			0.23					1.03					4.19			
8	治螟磷	0.25	0.25	0.25	0.01	3.5	1.00	0.97	1.01	0.04	4.0	5.00	4.58	4.50	0.24	5.2
			0.25					0.97					4.07			
			0.23					1.05					4.71			
			0.26					1.02					4.70			
			0.25					1.00					4.50			
			0.25					1.06					4.45			
9	二嗪农	0.25	0.25	0.24	0.01	3.8	1.00	0.99	1.03	0.04	4.1	5.00	4.67	4.58	0.23	5.1
			0.24					0.98					4.14			
			0.24					1.08					4.78			
			0.23					1.04					4.77			
			0.24					1.02					4.60			
			0.25					1.07					4.55			
10	地虫硫磷	0.25	0.25	0.24	0.01	4.9	1.00	0.99	1.04	0.03	3.3	5.00	4.60	4.51	0.24	5.4
			0.25					1.01					4.06			
			0.24					1.07					4.72			
			0.22					1.04					4.70			
			0.23					1.06					4.51			
			0.24					1.08					4.48			
11	乙拌磷	0.25	0.23	0.22	0.01	5.3	1.00	0.95	0.95	0.02	2.0	5.00	4.08	4.01	0.19	4.9

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.23					0.93					3.67			
			0.20					0.95					4.17			
			0.21					0.98					4.21			
			0.21					0.96					3.97			
			0.22					0.93					3.95			
12	异稻瘟净	0.25	0.24	0.24	0.01	2.9	1.00	1.02	1.07	0.05	4.8	5.00	5.15	5.06	0.23	4.6
			0.24					1.01					4.61			
			0.23					1.14					5.25			
			0.23					1.07					5.21			
			0.23					1.05					5.10			
			0.24					1.11					5.02			
13	除线磷	0.25	0.27	0.25	0.01	4.7	1.00	0.99	1.03	0.04	4.1	5.00	4.64	4.55	0.24	5.2
			0.25					0.98					4.11			
			0.24					1.09					4.75			
			0.24					1.03					4.74			
			0.26					1.05					4.57			
			0.26					1.07					4.51			
14	久效磷	0.25	0.22	0.22	0.01	5.7	1.00	0.54	0.62	0.04	6.7	5.00	3.83	3.62	0.13	3.6
			0.20					0.65					3.51			
			0.21					0.65					3.53			
			0.21					0.61					3.70			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.22					0.64					3.62			
			0.24					0.62					3.51			
15	乐果	0.25	0.22	0.22	0.01	4.9	1.00	0.90	0.95	0.05	4.8	5.00	4.49	4.36	0.21	4.7
			0.21					0.91					4.00			
			0.21					1.01					4.52			
			0.21					0.97					4.55			
			0.21					0.94					4.32			
			0.24					1.00					4.29			
16	皮蝇磷	0.25	0.23	0.23	0.01	5.1	1.00	0.96	1.01	0.06	5.7	5.00	4.67	4.46	0.21	4.7
			0.24					0.92					4.07			
			0.21					1.06					4.52			
			0.24					1.02					4.60			
			0.23					1.02					4.46			
			0.25					1.06					4.46			
17	甲基立枯磷	0.25	0.24	0.24	0.01	4.4	1.00	0.98	1.04	0.05	4.8	5.00	4.65	4.54	0.23	5.0
			0.25					0.98					4.11			
			0.23					1.10					4.71			
			0.24					1.05					4.73			
			0.23					1.02					4.56			
			0.26					1.09					4.52			
18	毒死蜱	0.25	0.27	0.26	0.01	5.2	1.00	0.98	1.03	0.05	4.5	5.00	4.67	4.57	0.24	5.2

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.24					1.00					4.12			
			0.25					1.09					4.75			
			0.25					1.02					4.76			
			0.26					1.00					4.58			
			0.28					1.07					4.54			
19	甲基对硫磷	0.25	0.26	0.25	0.02	8.1	1.00	0.96	0.99	0.05	5.3	5.00	4.70	4.52	0.20	4.5
			0.21					0.92					4.14			
			0.26					1.06					4.62			
			0.25					1.00					4.66			
			0.23					0.97					4.51			
			0.25					1.04					4.52			
20	倍硫磷	0.25	0.23	0.22	0.01	4.9	1.00	0.97	1.02	0.04	3.7	5.00	4.59	4.49	0.23	5.1
			0.22					0.98					4.05			
			0.21					1.06					4.67			
			0.21					1.02					4.66			
			0.23					1.01					4.49			
			0.24					1.06					4.47			
21	马拉硫磷	0.25	0.23	0.22	0.01	4.3	1.00	0.97	1.01	0.05	4.7	5.00	4.64	4.48	0.22	5.0
			0.21					0.96					4.05			
			0.21					1.07					4.61			
			0.21					1.01					4.64			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.21					1.00					4.49			
			0.23					1.07					4.46			
22	溴硫磷	0.25	0.25	0.24	0.01	3.9	1.00	0.97	1.01	0.05	5.2	5.00	4.68	4.47	0.21	4.8
			0.23					0.94					4.06			
			0.25					1.07					4.54			
			0.25					1.02					4.59			
			0.23					1.01					4.46			
			0.25					1.07					4.47			
23	杀螟硫磷	0.25	0.22	0.22	0.01	6.6	1.00	0.98	1.02	0.04	4.2	5.00	4.65	4.51	0.21	4.8
			0.21					0.98					4.09			
			0.25					1.06					4.62			
			0.21					1.02					4.67			
			0.21					1.00					4.52			
			0.23					1.08					4.50			
24	对硫磷	0.25	0.25	0.24	0.01	5.7	1.00	0.99	1.03	0.05	4.6	5.00	4.69	4.60	0.24	5.1
			0.24					0.99					4.16			
			0.23					1.09					4.81			
			0.22					1.03					4.77			
			0.23					1.00					4.59			
			0.26					1.09					4.59			
25	育畜磷	0.25	0.24	0.23	0.02	7.0	1.00	0.80	0.86	0.06	6.4	5.00	3.95	3.84	0.23	5.9

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.23					0.80					3.54			
			0.22					0.94					4.01			
			0.21					0.86					4.13			
			0.22					0.85					3.64			
			0.25					0.90					3.74			
26	水胺硫磷	0.25	0.24	0.24	0.01	5.0	1.00	0.85	0.92	0.06	6.8	5.00	4.18	4.14	0.23	5.7
			0.23					0.86					3.79			
			0.22					1.01					4.42			
			0.25					0.93					4.36			
			0.24					0.92					4.06			
			0.25					0.95					4.00			
27	稻丰散	0.25	0.26	0.25	0.01	3.3	1.00	0.99	1.04	0.05	5.1	5.00	4.80	4.65	0.24	5.1
			0.24					0.97					4.23			
			0.24					1.10					4.82			
			0.26					1.04					4.86			
			0.25					1.05					4.64			
			0.24					1.10					4.57			
28	甲拌磷砜	0.25	0.24	0.24	0.01	5.9	1.00	0.96	1.02	0.06	5.6	5.00	4.66	4.57	0.24	5.2
			0.22					0.95					4.12			
			0.23					1.09					4.76			
			0.24					1.02					4.76			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.23					1.01					4.55			
			0.26					1.07					4.54			
29	丙硫磷	0.25	0.25	0.24	0.01	4.6	1.00	0.99	1.04	0.06	5.7	5.00	4.67	4.55	0.24	5.4
			0.24					0.97					4.09			
			0.23					1.11					4.75			
			0.24					1.03					4.74			
			0.23					1.03					4.52			
			0.26					1.11					4.51			
30	脱叶磷	0.25	0.23	0.24	0.01	4.2	1.00	0.91	0.96	0.04	4.7	5.00	4.66	4.53	0.26	5.7
			0.24					0.90					4.06			
			0.24					1.02					4.75			
			0.24					0.97					4.73			
			0.23					0.95					4.49			
			0.26					0.99					4.49			
31	杀虫畏	0.25	0.22	0.23	0.01	4.2	1.00	0.87	0.96	0.06	6.4	5.00	4.96	4.68	0.22	4.6
			0.23					0.96					4.41			
			0.23					1.04					4.56			
			0.25					0.97					4.92			
			0.23					0.90					4.66			
			0.24					1.00					4.56			
32	丙溴磷	0.25	0.21	0.22	0.01	5.0	1.00	0.87	0.92	0.05	5.2	5.00	4.25	4.17	0.23	5.6

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.21					0.87					3.80			
			0.23					0.99					4.41			
			0.21					0.92					4.42			
			0.21					0.89					4.06			
			0.23					0.95					4.10			
33	地胺磷	0.25	0.24	0.24	0.02	8.2	1.00	0.82	0.89	0.06	6.6	5.00	4.42	4.31	0.18	4.3
			0.24					0.84					4.07			
			0.22					0.96					4.50			
			0.21					0.90					4.47			
			0.25					0.87					4.25			
			0.26					0.96					4.13			
34	三硫磷	0.25	0.25	0.24	0.02	9.1	1.00	0.96	1.01	0.06	6.3	5.00	4.65	4.52	0.24	5.3
			0.23					0.95					4.07			
			0.20					1.10					4.71			
			0.22					1.00					4.70			
			0.25					1.01					4.47			
			0.26					1.08					4.54			
35	三唑磷	0.25	0.24	0.23	0.01	6.1	1.00	0.96	1.03	0.06	6.1	5.00	4.67	4.53	0.24	5.2
			0.22					0.96					4.10			
			0.22					1.09					4.72			
			0.23					1.02					4.71			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.22					1.03					4.48			
			0.26					1.11					4.48			

表 1-26　实验室 5 土壤样品精密度测试数据

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
1	敌敌畏	0.25	0.19	0.19	0.01	6.0	1.00	0.62	0.59	0.02	4.1	5.00	2.55	2.73	0.23	8.4
			0.17					0.57					2.41			
			0.20					0.58					2.90			
			0.19					0.56					2.66			
			0.20					0.61					3.01			
			0.19					0.57					2.86			
2	甲胺磷	0.25	0.19	0.19	0.01	5.9	1.00	0.59	0.59	0.04	6.3	5.00	2.57	2.76	0.19	6.7
			0.18					0.57					2.63			
			0.21					0.62					3.10			
			0.20					0.59					2.71			
			0.18					0.64					2.74			
			0.19					0.53					2.83			
3	速灭磷	0.25	0.25	0.25	0.01	2.0	1.00	0.73	0.77	0.05	6.2	5.00	3.41	3.66	0.20	5.4
			0.24					0.74					3.46			
			0.25					0.75					3.85			
			0.25					0.74					3.63			
			0.25					0.84					3.82			
			0.24					0.81					3.82			
4	内吸磷	0.25	0.26	0.25	0.01	2.6	1.00	0.71	0.79	0.07	8.7	5.00	3.40	3.64	0.14	3.9

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.25					0.77					3.61			
			0.25					0.74					3.75			
			0.25					0.76					3.61			
			0.24					0.89					3.64			
			0.25					0.86					3.82			
5	虫线磷	0.25	0.27	0.26	0.01	2.5	1.00	0.74	0.85	0.07	8.1	5.00	3.79	4.01	0.20	4.9
			0.26					0.84					3.80			
			0.27					0.83					4.29			
			0.26					0.82					3.94			
			0.26					0.93					4.10			
			0.26					0.91					4.12			
6	灭克磷	0.25	0.28	0.26	0.01	3.0	1.00	0.79	0.91	0.08	8.7	5.00	4.40	4.85	0.34	7.1
			0.26					0.92					4.44			
			0.27					0.88					5.15			
			0.26					0.88					4.95			
			0.26					0.99					5.19			
			0.26					0.99					4.93			
7	甲拌磷	0.25	0.26	0.25	0.01	2.5	1.00	0.72	0.81	0.07	8.2	5.00	3.73	3.93	0.19	4.7
			0.25					0.80					3.75			
			0.26					0.79					4.21			
			0.25					0.78					3.85			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.24					0.90					4.00			
			0.25					0.87					4.03			
8	治螟磷	0.25	0.28	0.27	0.01	2.3	1.00	0.78	0.92	0.08	9.1	5.00	4.08	4.25	0.18	4.3
			0.27					0.91					4.05			
			0.27					0.91					4.54			
			0.27					0.92					4.20			
			0.26					1.02					4.33			
			0.26					1.00					4.29			
9	二嗪农	0.25	0.28	0.27	0.01	2.2	1.00	0.84	0.95	0.08	8.5	5.00	4.28	4.42	0.18	4.1
			0.27					0.95					4.21			
			0.27					0.92					4.70			
			0.27					0.93					4.39			
			0.26					1.07					4.56			
			0.27					1.03					4.36			
10	地虫硫磷	0.25	0.27	0.26	0.01	2.4	1.00	0.83	0.94	0.08	8.4	5.00	4.45	4.53	0.26	5.8
			0.26					0.94					4.17			
			0.27					0.91					4.95			
			0.27					0.91					4.40			
			0.26					1.05					4.68			
			0.26					1.02					4.52			
11	乙拌磷	0.25	0.26	0.25	0.01	2.4	1.00	0.77	0.87	0.08	9.3	5.00	3.73	3.98	0.16	3.9

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.25					0.86					3.94			
			0.25					0.81					4.15			
			0.25					0.85					3.94			
			0.24					0.97					3.99			
			0.25					0.96					4.14			
12	异稻瘟净	0.25	0.28	0.27	0.01	2.9	1.00	0.80	0.91	0.08	8.9	5.00	4.19	4.36	0.15	3.5
			0.27					0.91					4.19			
			0.27					0.88					4.57			
			0.27					0.89					4.34			
			0.26					1.02					4.47			
			0.26					0.99					4.39			
13	除线磷	0.25	0.28	0.27	0.01	2.0	1.00	0.80	0.88	0.06	7.2	5.00	4.33	4.55	0.19	4.2
			0.27					0.88					4.34			
			0.27					0.85					4.81			
			0.27					0.86					4.50			
			0.26					0.96					4.68			
			0.26					0.96					4.64			
14	久效磷	0.25	0.26	0.24	0.01	5.5	1.00	0.72	0.81	0.06	8.0	5.00	3.86	4.02	0.19	4.7
			0.25					0.85					3.79			
			0.22					0.74					4.00			
			0.25					0.84					4.09			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.24					0.89					4.32			
			0.23					0.80					4.05			
15	乐果	0.25	0.28	0.27	0.01	2.5	1.00	0.80	0.89	0.06	7.3	5.00	4.37	4.71	0.26	5.4
			0.27					0.90					4.47			
			0.27					0.86					4.95			
			0.27					0.88					4.63			
			0.26					0.95					4.97			
			0.26					0.98					4.85			
16	皮蝇磷	0.25	0.27	0.26	0.01	2.3	1.00	0.75	0.83	0.06	7.1	5.00	4.03	4.25	0.18	4.3
			0.26					0.83					4.05			
			0.26					0.78					4.43			
			0.26					0.81					4.20			
			0.25					0.90					4.43			
			0.26					0.90					4.35			
17	甲基立枯磷	0.25	0.28	0.27	0.01	2.8	1.00	0.83	0.92	0.07	7.1	5.00	4.34	4.57	0.21	4.6
			0.27					0.93					4.32			
			0.27					0.88					4.78			
			0.27					0.91					4.51			
			0.26					0.95					4.79			
			0.26					1.03					4.67			
18	毒死蜱	0.25	0.28	0.27	0.01	2.7	1.00	0.76	0.86	0.07	8.6	5.00	4.16	4.35	0.17	4.0

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.27					0.87					4.16			
			0.27					0.82					4.61			
			0.27					0.83					4.34			
			0.26					0.96					4.45			
			0.26					0.93					4.38			
19	甲基对硫磷	0.25	0.27	0.26	0.01	2.5	1.00	0.75	0.84	0.07	7.8	5.00	3.91	4.13	0.19	4.6
			0.26					0.87					3.91			
			0.26					0.80					4.37			
			0.26					0.82					4.11			
			0.25					0.91					4.26			
			0.25					0.92					4.21			
20	倍硫磷	0.25	0.27	0.26	0.01	2.6	1.00	0.73	0.84	0.08	9.9	5.00	3.97	4.16	0.15	3.6
			0.27					0.85					4.00			
			0.26					0.78					4.37			
			0.27					0.81					4.16			
			0.25					0.95					4.22			
			0.26					0.92					4.22			
21	马拉硫磷	0.25	0.28	0.27	0.01	2.4	1.00	0.84	0.92	0.07	7.3	5.00	4.30	4.55	0.20	4.3
			0.28					0.92					4.32			
			0.27					0.87					4.79			
			0.28					0.90					4.57			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.27					1.02					4.67			
			0.27					0.98					4.62			
22	溴硫磷	0.25	0.28	0.26	0.01	3.5	1.00	0.68	0.79	0.08	10.0	5.00	3.87	4.00	0.15	3.6
			0.27					0.83					3.82			
			0.26					0.75					4.21			
			0.26					0.76					3.99			
			0.26					0.89					4.11			
			0.26					0.85					4.03			
23	杀螟硫磷	0.25	0.28	0.26	0.01	2.9	1.00	0.79	0.88	0.07	7.6	5.00	3.95	4.17	0.14	3.4
			0.27					0.91					4.10			
			0.26					0.81					4.34			
			0.27					0.87					4.29			
			0.26					0.93					4.22			
			0.26					0.96					4.13			
24	对硫磷	0.25	0.28	0.26	0.01	3.0	1.00	0.78	0.87	0.07	7.7	5.00	4.12	4.30	0.15	3.6
			0.27					0.89					4.15			
			0.26					0.83					4.49			
			0.26					0.85					4.28			
			0.26					0.95					4.46			
			0.25					0.95					4.30			
25	育畜磷	0.25	0.29	0.27	0.01	4.0	1.00	0.77	0.88	0.08	9.6	5.00	4.21	4.39	0.17	4.0

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.27					0.88					4.20			
			0.26					0.81					4.67			
			0.27					0.84					4.40			
			0.26					0.99					4.44			
			0.26					0.95					4.43			
26	水胺硫磷	0.25	0.28	0.26	0.01	3.8	1.00	0.77	0.88	0.08	9.5	5.00	4.35	4.47	0.18	3.9
			0.27					0.88					4.23			
			0.26					0.82					4.73			
			0.26					0.84					4.50			
			0.25					0.99					4.59			
			0.25					0.96					4.43			
27	稻丰散	0.25	0.28	0.27	0.01	4.5	1.00	0.89	1.02	0.08	8.3	5.00	4.51	4.69	0.18	3.8
			0.29					1.05					4.52			
			0.26					0.97					5.00			
			0.26					0.99					4.70			
			0.26					1.07					4.73			
			0.26					1.13					4.70			
28	甲拌磷砜	0.25	0.29	0.27	0.01	3.1	1.00	0.81	0.91	0.07	7.4	5.00	4.74	4.92	0.21	4.2
			0.28					0.93					4.69			
			0.27					0.87					5.27			
			0.27					0.89					4.96			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.26					0.97					4.89			
			0.26					0.99					4.97			
29	丙硫磷	0.25	0.29	0.27	0.01	3.7	1.00	0.81	0.93	0.08	8.2	5.00	4.57	4.78	0.21	4.5
			0.28					0.96					4.57			
			0.27					0.88					5.14			
			0.28					0.91					4.84			
			0.26					0.98					4.73			
			0.27					1.02					4.82			
30	脱叶磷	0.25	0.29	0.27	0.01	3.8	1.00	0.96	1.08	0.08	7.7	5.00	5.25	5.43	0.28	5.1
			0.29					1.13					5.21			
			0.27					1.05					5.90			
			0.27					1.08					5.55			
			0.26					1.08					5.18			
			0.27					1.21					5.53			
31	杀虫畏	0.25	0.28	0.26	0.01	3.5	1.00	0.75	0.84	0.06	7.1	5.00	4.25	4.40	0.18	4.2
			0.27					0.87					4.27			
			0.26					0.80					4.73			
			0.26					0.83					4.41			
			0.26					0.88					4.26			
			0.25					0.92					4.47			
32	丙溴磷	0.25	0.29	0.28	0.01	3.4	1.00	0.86	0.95	0.06	6.8	5.00	4.65	4.80	0.21	4.3

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.28					0.99					4.59			
			0.27					0.91					5.17			
			0.28					0.95					4.88			
			0.27					0.96					4.70			
			0.27					1.05					4.81			
33	地胺磷	0.25	0.27	0.26	0.01	4.6	1.00	0.77	0.86	0.10	11.1	5.00	4.02	4.22	0.21	5.0
			0.26					0.84					3.93			
			0.24					0.75					4.30			
			0.26					0.84					4.42			
			0.25					0.99					4.45			
			0.25					0.95					4.23			
34	三硫磷	0.25	0.28	0.27	0.01	2.9	1.00	0.75	0.85	0.08	9.7	5.00	4.40	4.56	0.23	5.0
			0.28					0.86					4.27			
			0.26					0.80					4.93			
			0.27					0.81					4.53			
			0.26					0.95					4.61			
			0.26					0.94					4.65			
35	三唑磷	0.25	0.29	0.27	0.01	4.0	1.00	0.81	0.90	0.08	8.9	5.00	4.62	4.71	0.22	4.6
			0.28					0.92					4.51			
			0.27					0.85					5.08			
			0.27					0.86					4.72			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.26					1.01					4.83			
			0.26					0.98					4.53			

表 1-27　实验室 6 土壤样品精密度测试数据

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
1	敌敌畏	0.25	0.17	0.16	0.01	4.7	1.00	0.69	0.67	0.02	2.8	5.00	3.38	3.33	0.15	4.6
			0.17					0.68					3.40			
			0.17					0.68					3.45			
			0.15					0.68					3.06			
			0.16					0.64					3.45			
			0.16					0.67					3.25			
2	甲胺磷	0.25	0.15	0.14	0.01	6.8	1.00	0.58	0.57	0.01	1.1	5.00	2.97	2.90	0.10	3.5
			0.14					0.57					2.92			
			0.15					0.58					2.97			
			0.13					0.57					2.91			
			0.14					0.57					2.94			
			0.13					0.57					2.70			
3	速灭磷	0.25	0.28	0.27	0.02	8.3	1.00	0.83	0.88	0.06	6.8	5.00	4.17	4.05	0.11	2.7
			0.24					0.98					3.95			
			0.28					0.85					4.11			
			0.25					0.88					3.90			
			0.28					0.84					4.15			
			0.30					0.93					4.02			
4	内吸磷	0.25	0.27	0.27	0.02	7.6	1.00	0.75	0.82	0.07	8.7	5.00	3.53	3.54	0.02	0.6

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.23					0.93					3.53			
			0.27					0.75					3.50			
			0.26					0.80					3.56			
			0.29					0.82					3.56			
			0.29					0.88					3.55			
5	虫线磷	0.25	0.24	0.27	0.02	8.7	1.00	0.85	0.91	0.06	6.5	5.00	4.20	4.17	0.12	3.0
			0.24					1.00					3.99			
			0.28					0.86					4.31			
			0.27					0.93					4.05			
			0.29					0.89					4.28			
			0.28					0.96					4.17			
6	灭克磷	0.25	0.29	0.28	0.02	6.3	1.00	0.85	0.92	0.06	6.4	5.00	4.18	4.15	0.12	2.9
			0.25					1.00					3.96			
			0.28					0.86					4.26			
			0.27					0.93					4.06			
			0.29					0.90					4.28			
			0.29					0.97					4.15			
7	甲拌磷	0.25	0.29	0.28	0.02	7.7	1.00	0.81	0.88	0.06	7.2	5.00	3.98	3.91	0.11	2.8
			0.24					0.98					3.73			
			0.30					0.82					4.01			
			0.28					0.89					3.83			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.30					0.85					4.00			
			0.30					0.93					3.90			
8	治螟磷	0.25	0.29	0.28	0.02	7.1	1.00	0.86	0.93	0.06	6.4	5.00	4.31	4.27	0.12	2.7
			0.24					1.01					4.07			
			0.29					0.87					4.39			
			0.28					0.95					4.21			
			0.29					0.91					4.35			
			0.29					0.98					4.26			
9	二嗪农	0.25	0.29	0.28	0.02	6.2	1.00	0.87	0.94	0.06	6.7	5.00	4.14	4.13	0.14	3.3
			0.25					1.02					3.91			
			0.28					0.87					4.25			
			0.28					0.96					4.05			
			0.30					0.92					4.28			
			0.30					1.00					4.13			
10	地虫硫磷	0.25	0.29	0.28	0.02	5.9	1.00	0.86	0.93	0.06	6.7	5.00	4.18	4.16	0.13	3.0
			0.25					1.01					3.97			
			0.29					0.86					4.29			
			0.28					0.94					4.08			
			0.29					0.91					4.30			
			0.29					0.98					4.16			
11	乙拌磷	0.25	0.27	0.27	0.02	7.8	1.00	0.76	0.83	0.07	8.4	5.00	3.63	3.67	0.10	2.7

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.23					0.94					3.59			
			0.29					0.76					3.56			
			0.26					0.81					3.72			
			0.29					0.83					3.84			
			0.28					0.89					3.66			
12	异稻瘟净	0.25	0.29	0.29	0.02	5.5	1.00	0.87	0.95	0.06	6.7	5.00	4.24	4.22	0.15	3.5
			0.25					1.03					3.99			
			0.29					0.89					4.36			
			0.29					0.98					4.15			
			0.29					0.94					4.39			
			0.29					1.01					4.21			
13	除线磷	0.25	0.29	0.28	0.01	5.0	1.00	0.87	0.94	0.06	6.7	5.00	4.18	4.16	0.14	3.4
			0.25					1.02					3.94			
			0.28					0.87					4.28			
			0.28					0.96					4.08			
			0.29					0.92					4.33			
			0.27					1.00					4.16			
14	久效磷	0.25	0.27	0.25	0.03	11.5	1.00	0.80	0.89	0.05	6.0	5.00	4.04	4.00	0.22	5.6
			0.24					0.92					3.68			
			0.21					0.89					4.25			
			0.26					0.96					4.00			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.28					0.89					4.23			
			0.21					0.89					3.81			
15	乐果	0.25	0.30	0.28	0.02	5.7	1.00	0.87	0.95	0.07	6.9	5.00	4.30	4.29	0.14	3.3
			0.25					1.03					4.07			
			0.30					0.89					4.40			
			0.28					0.98					4.19			
			0.29					0.94					4.45			
			0.28					1.02					4.29			
16	皮蝇磷	0.25	0.29	0.28	0.02	6.6	1.00	0.84	0.92	0.07	7.2	5.00	4.11	4.11	0.17	4.1
			0.25					0.99					3.84			
			0.29					0.84					4.25			
			0.28					0.95					4.03			
			0.29					0.91					4.30			
			0.30					0.98					4.11			
17	甲基立枯磷	0.25	0.29	0.28	0.01	5.2	1.00	0.87	0.94	0.06	6.8	5.00	4.20	4.19	0.15	3.6
			0.25					1.02					3.95			
			0.28					0.87					4.31			
			0.29					0.96					4.12			
			0.29					0.93					4.38			
			0.28					1.00					4.19			
18	毒死蜱	0.25	0.29	0.27	0.02	7.2	1.00	0.87	0.94	0.06	6.8	5.00	4.17	4.15	0.15	3.5

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.25					1.02					3.91			
			0.29					0.88					4.27			
			0.29					0.96					4.06			
			0.25					0.93					4.31			
			0.27					1.01					4.14			
19	甲基对硫磷	0.25	0.29	0.28	0.02	6.3	1.00	0.85	0.93	0.07	7.2	5.00	4.14	4.14	0.16	3.9
			0.25					1.00					3.88			
			0.29					0.85					4.27			
			0.29					0.95					4.06			
			0.26					0.92					4.34			
			0.29					1.00					4.15			
20	倍硫磷	0.25	0.29	0.27	0.02	6.2	1.00	0.85	0.92	0.06	7.0	5.00	3.97	4.08	0.15	3.7
			0.25					1.00					3.93			
			0.26					0.86					4.02			
			0.28					0.93					4.03			
			0.29					0.92					4.32			
			0.26					0.99					4.19			
21	马拉硫磷	0.25	0.29	0.27	0.02	6.6	1.00	0.87	0.95	0.06	6.8	5.00	4.18	4.19	0.16	3.9
			0.25					1.02					3.92			
			0.26					0.88					4.36			
			0.29					0.97					4.12			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.28					0.94					4.36			
			0.26					1.01					4.19			
22	溴硫磷	0.25	0.29	0.26	0.02	7.7	1.00	0.85	0.92	0.07	7.2	5.00	4.07	4.08	0.18	4.4
			0.25					0.99					3.79			
			0.25					0.85					4.23			
			0.28					0.95					4.00			
			0.27					0.91					4.30			
			0.24					0.99					4.08			
23	杀螟硫磷	0.25	0.29	0.26	0.02	7.9	1.00	0.86	0.93	0.06	6.9	5.00	4.15	4.16	0.16	3.8
			0.25					1.01					3.89			
			0.26					0.86					4.28			
			0.29					0.95					4.09			
			0.25					0.92					4.34			
			0.24					1.00					4.19			
24	对硫磷	0.25	0.29	0.28	0.02	6.1	1.00	0.87	0.95	0.06	6.7	5.00	4.24	4.23	0.15	3.5
			0.25					1.02					3.99			
			0.26					0.88					4.34			
			0.29					0.97					4.16			
			0.28					0.93					4.41			
			0.29					1.01					4.23			
25	育畜磷	0.25	0.29	0.28	0.02	6.2	1.00	0.87	0.95	0.06	6.7	5.00	4.27	4.26	0.13	3.0

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.25					1.03					4.05			
			0.29					0.88					4.31			
			0.28					0.96					4.19			
			0.29					0.93					4.43			
			0.29					1.00					4.30			
26	水胺硫磷	0.25	0.29	0.28	0.01	5.2	1.00	0.89	0.96	0.06	6.7	5.00	4.30	4.29	0.15	3.5
			0.25					1.05					4.06			
			0.27					0.90					4.41			
			0.28					0.98					4.20			
			0.27					0.95					4.49			
			0.28					1.02					4.30			
27	稻丰散	0.25	0.28	0.28	0.01	2.5	1.00	0.84	0.93	0.07	7.7	5.00	4.17	4.07	0.18	4.3
			0.28					1.01					3.77			
			0.30					0.86					4.25			
			0.29					0.96					3.96			
			0.28					0.92					4.18			
			0.28					1.00					4.07			
28	甲拌磷砜	0.25	0.30	0.28	0.02	5.5	1.00	0.88	0.96	0.06	6.8	5.00	4.11	4.19	0.17	4.1
			0.25					1.04					3.97			
			0.29					0.89					4.23			
			0.29					0.98					4.11			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.29					0.95					4.45			
			0.28					1.02					4.30			
29	丙硫磷	0.25	0.29	0.28	0.02	5.4	1.00	0.88	0.95	0.06	6.8	5.00	4.18	4.22	0.10	2.3
			0.25					1.03					4.20			
			0.27					0.88					4.31			
			0.29					0.97					4.11			
			0.29					0.94					4.37			
			0.29					1.01					4.18			
30	脱叶磷	0.25	0.29	0.28	0.01	4.9	1.00	0.88	0.95	0.06	6.6	5.00	4.24	4.32	0.10	2.4
			0.26					1.03					4.42			
			0.28					0.88					4.37			
			0.29					0.97					4.18			
			0.28					0.94					4.44			
			0.29					1.01					4.27			
31	杀虫畏	0.25	0.29	0.28	0.01	4.6	1.00	0.89	0.97	0.07	7.5	5.00	4.64	4.50	0.22	4.8
			0.26					1.05					4.51			
			0.28					0.89					4.51			
			0.29					0.99					4.11			
			0.28					0.95					4.49			
			0.29					1.04					4.75			
32	丙溴磷	0.25	0.30	0.28	0.01	5.0	1.00	0.88	0.96	0.07	7.0	5.00	4.62	4.53	0.23	5.1

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.26					1.04					4.72			
			0.29					0.88					4.66			
			0.29					0.98					4.66			
			0.28					0.94					4.39			
			0.28					1.02					4.12			
33	地胺磷	0.25	0.29	0.27	0.02	6.8	1.00	0.86	0.92	0.06	6.4	5.00	4.73	4.58	0.18	4.0
			0.25					1.01					4.59			
			0.29					0.87					4.77			
			0.27					0.91					4.67			
			0.29					0.90					4.43			
			0.25					0.97					4.31			
34	三硫磷	0.25	0.29	0.28	0.02	5.3	1.00	0.86	0.94	0.07	7.1	5.00	4.86	4.72	0.35	7.3
			0.25					1.03					4.63			
			0.28					0.87					5.15			
			0.29					0.96					5.02			
			0.29					0.94					4.42			
			0.29					1.00					4.26			
35	三唑磷	0.25	0.29	0.28	0.01	3.1	1.00	0.98	1.01	0.04	4.0	5.00	5.19	5.03	0.23	4.7
			0.27					1.06					4.99			
			0.29					0.98					5.27			
			0.28					1.02					5.09			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.29					0.97					5.04			
			0.27					1.05					4.60			

表 1-28　实验室 1 沉积物样品精密度测试数据

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
1	敌敌畏	0.25	0.24	0.22	0.01	6.1	1.00	0.76	0.74	0.05	7.1	5.00	4.67	4.28	0.53	12.4
			0.24					0.71					3.64			
			0.20					0.81					4.72			
			0.22					0.76					4.43			
			0.21					0.66					4.65			
			0.22					0.75					3.57			
2	甲胺磷	0.25	0.18	0.20	0.02	8.2	1.00	0.45	0.39	0.05	13.7	5.00	4.08	3.79	0.22	5.9
			0.23					0.46					3.68			
			0.19					0.34					3.70			
			0.21					0.36					4.05			
			0.20					0.34					3.69			
			0.21					0.39					3.54			
3	速灭磷	0.25	0.25	0.24	0.01	3.7	1.00	0.87	0.85	0.03	3.5	5.00	4.69	4.51	0.42	9.3
			0.25					0.81					4.05			
			0.23					0.89					4.72			
			0.24					0.86					4.84			
			0.24					0.82					4.84			
			0.24					0.87					3.90			
4	内吸磷	0.25	0.19	0.20	0.01	3.2	1.00	0.81	0.79	0.02	2.8	5.00	3.40	3.54	0.23	6.4

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.20					0.79					3.35			
			0.19					0.79					3.52			
			0.21					0.80					3.71			
			0.20					0.76					3.92			
			0.20					0.82					3.37			
5	虫线磷	0.25	0.23	0.22	0.01	2.4	1.00	0.88	0.87	0.04	4.0	5.00	4.75	4.58	0.38	8.3
			0.23					0.84					4.15			
			0.21					0.88					4.76			
			0.23					0.87					4.83			
			0.23					0.82					4.95			
			0.22					0.92					4.05			
6	灭克磷	0.25	0.23	0.22	0.01	2.4	1.00	0.87	0.86	0.04	4.3	5.00	4.71	4.58	0.40	8.8
			0.22					0.83					4.06			
			0.21					0.87					4.79			
			0.23					0.86					4.87			
			0.23					0.82					4.96			
			0.22					0.92					4.07			
7	甲拌磷	0.25	0.20	0.21	0.01	3.2	1.00	0.83	0.83	0.03	3.3	5.00	4.47	4.37	0.39	9.0
			0.22					0.81					3.96			
			0.20					0.83					4.56			
			0.22					0.83					4.64			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.22					0.79					4.79			
			0.21					0.87					3.82			
8	治螟磷	0.25	0.23	0.22	0.005	2.1	1.00	0.88	0.87	0.04	4.1	5.00	4.73	4.66	0.35	7.5
			0.23					0.85					4.32			
			0.22					0.89					4.84			
			0.23					0.87					4.92			
			0.23					0.82					4.99			
			0.22					0.93					4.12			
9	二嗪农	0.25	0.22	0.22	0.01	2.4	1.00	0.88	0.87	0.04	4.2	5.00	4.36	4.28	0.29	6.9
			0.22					0.84					4.06			
			0.21					0.88					4.46			
			0.22					0.87					4.49			
			0.22					0.82					4.54			
			0.22					0.93					3.80			
10	地虫硫磷	0.25	0.22	0.22	0.005	2.1	1.00	0.88	0.87	0.04	4.3	5.00	4.67	4.58	0.37	8.1
			0.22					0.84					4.25			
			0.21					0.88					4.78			
			0.22					0.87					4.84			
			0.22					0.82					4.93			
			0.22					0.93					3.99			
11	乙拌磷	0.25	0.19	0.20	0.01	2.8	1.00	0.82	0.81	0.03	3.2	5.00	3.59	3.71	0.22	6.0

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.20					0.80					3.56			
			0.20					0.81					3.68			
			0.21					0.81					3.89			
			0.21					0.77					4.06			
			0.20					0.85					3.47			
12	异稻瘟净	0.25	0.24	0.24	0.01	2.2	1.00	0.90	0.90	0.04	4.4	5.00	4.69	4.61	0.37	8.0
			0.24					0.87					4.26			
			0.23					0.91					4.78			
			0.25					0.90					4.85			
			0.24					0.84					5.00			
			0.24					0.96					4.06			
13	除线磷	0.25	0.23	0.22	0.005	2.2	1.00	0.88	0.88	0.04	4.4	5.00	4.55	4.51	0.36	7.9
			0.22					0.85					4.19			
			0.21					0.89					4.68			
			0.22					0.88					4.75			
			0.22					0.82					4.92			
			0.22					0.94					3.98			
14	久效磷	0.25	0.31	0.21	0.05	23.7	1.00	0.75	0.70	0.10	14.8	5.00	4.92	4.73	0.26	5.5
			0.19					0.78					4.44			
			0.20					0.76					4.70			
			0.18					0.53					5.02			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.19					0.60					4.91			
			0.20					0.76					4.40			
15	乐果	0.25	0.24	0.24	0.01	2.9	1.00	0.88	0.88	0.03	3.8	5.00	4.59	4.47	0.40	8.8
			0.24					0.84					4.06			
			0.22					0.90					4.66			
			0.24					0.88					4.79			
			0.24					0.84					4.83			
			0.24					0.92					3.89			
16	皮蝇磷	0.25	0.22	0.22	0.01	2.3	1.00	0.89	0.88	0.04	4.2	5.00	4.61	4.52	0.38	8.4
			0.22					0.85					4.16			
			0.21					0.89					4.70			
			0.22					0.88					4.81			
			0.22					0.83					4.91			
			0.22					0.93					3.96			
17	甲基立枯磷	0.25	0.22	0.22	0.005	2.3	1.00	0.88	0.88	0.04	4.3	5.00	4.55	4.51	0.30	6.6
			0.22					0.85					4.18			
			0.21					0.89					4.63			
			0.22					0.88					4.88			
			0.22					0.83					4.69			
			0.22					0.94					4.13			
18	毒死蜱	0.25	0.23	0.22	0.004	2.0	1.00	0.89	0.88	0.04	4.4	5.00	4.58	4.50	0.34	7.6

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.22					0.85					4.17			
			0.21					0.89					4.67			
			0.22					0.87					4.77			
			0.22					0.83					4.82			
			0.22					0.94					3.97			
19	甲基对硫磷	0.25	0.23	0.23	0.01	2.2	1.00	0.91	0.90	0.04	4.2	5.00	4.45	4.33	0.38	8.7
			0.23					0.87					4.00			
			0.22					0.91					4.51			
			0.23					0.90					4.70			
			0.23					0.84					4.58			
			0.22					0.95					3.74			
20	倍硫磷	0.25	0.23	0.22	0.01	2.3	1.00	0.88	0.88	0.04	4.4	5.00	4.59	4.54	0.35	7.6
			0.23					0.85					4.21			
			0.21					0.89					4.69			
			0.22					0.88					4.79			
			0.22					0.82					4.91			
			0.22					0.94					4.02			
21	马拉硫磷	0.25	0.23	0.23	0.005	2.0	1.00	0.88	0.88	0.04	4.5	5.00	4.63	4.55	0.35	7.7
			0.23					0.85					4.24			
			0.22					0.89					4.73			
			0.23					0.89					4.86			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.23					0.83					4.85			
			0.23					0.94					4.01			
22	溴硫磷	0.25	0.22	0.22	0.01	2.3	1.00	0.86	0.86	0.04	4.4	5.00	4.52	4.41	0.35	8.0
			0.22					0.83					4.10			
			0.21					0.87					4.58			
			0.22					0.87					4.69			
			0.22					0.80					4.73			
			0.21					0.92					3.86			
23	杀螟硫磷	0.25	0.23	0.23	0.01	2.5	1.00	0.86	0.86	0.04	4.2	5.00	4.57	4.45	0.35	7.9
			0.23					0.84					4.15			
			0.22					0.88					4.62			
			0.23					0.87					4.80			
			0.23					0.81					4.66			
			0.23					0.92					3.88			
24	对硫磷	0.25	0.24	0.23	0.01	2.3	1.00	0.92	0.92	0.04	4.7	5.00	4.66	4.57	0.33	7.3
			0.24					0.89					4.29			
			0.22					0.94					4.77			
			0.23					0.94					4.82			
			0.23					0.86					4.86			
			0.23					0.98					4.04			
25	育畜磷	0.25	0.24	0.24	0.01	2.4	1.00	0.89	0.90	0.04	3.9	5.00	4.21	4.22	0.19	4.6

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.25					0.87					4.11			
			0.23					0.92					4.23			
			0.24					0.90					4.39			
			0.24					0.85					4.45			
			0.24					0.95					3.91			
26	水胺硫磷	0.25	0.25	0.25	0.01	2.6	1.00	0.92	0.92	0.04	4.1	5.00	4.64	4.57	0.37	8.1
			0.26					0.88					4.16			
			0.24					0.94					4.74			
			0.26					0.92					4.89			
			0.26					0.87					4.93			
			0.26					0.97					4.07			
27	稻丰散	0.25	0.22	0.22	0.01	2.4	1.00	0.86	0.89	0.04	4.8	5.00	4.71	4.64	0.38	8.1
			0.22					0.87					4.35			
			0.21					0.91					4.95			
			0.22					0.90					4.98			
			0.22					0.84					4.84			
			0.22					0.96					4.03			
28	甲拌磷砜	0.25	0.24	0.23	0.01	2.3	1.00	0.91	0.91	0.04	4.8	5.00	4.57	4.54	0.38	8.3
			0.24					0.88					4.19			
			0.22					0.93					4.82			
			0.24					0.91					4.90			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.24					0.85					4.77			
			0.23					0.98					3.97			
29	丙硫磷	0.25	0.22	0.22	0.004	1.6	1.00	0.88	0.88	0.04	4.4	5.00	4.44	4.41	0.38	8.6
			0.22					0.85					4.04			
			0.22					0.89					4.68			
			0.22					0.88					4.77			
			0.22					0.82					4.68			
			0.22					0.94					3.87			
30	脱叶磷	0.25	0.22	0.22	0.005	2.1	1.00	0.89	0.89	0.04	4.6	5.00	4.36	4.37	0.41	9.5
			0.22					0.86					3.96			
			0.21					0.90					4.73			
			0.22					0.89					4.81			
			0.22					0.83					4.57			
			0.22					0.95					3.80			
31	杀虫畏	0.25	0.27	0.27	0.01	2.8	1.00	0.93	0.94	0.04	4.1	5.00	4.08	4.07	0.34	8.4
			0.28					0.91					3.81			
			0.26					0.96					4.31			
			0.27					0.94					4.51			
			0.28					0.88					4.17			
			0.28					0.99					3.57			
32	丙溴磷	0.25	0.25	0.24	0.01	2.5	1.00	0.90	0.90	0.04	4.8	5.00	4.26	4.23	0.33	7.8

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.25					0.87					3.91			
			0.23					0.92					4.45			
			0.25					0.91					4.55			
			0.25					0.85					4.45			
			0.25					0.97					3.75			
33	地胺磷	0.25	0.25	0.23	0.02	8.9	1.00	0.81	0.75	0.07	9.4	5.00	4.45	4.05	0.74	18.2
			0.25					0.72					3.16			
			0.21					0.86					4.40			
			0.22					0.73					4.58			
			0.21					0.74					4.66			
			0.22					0.66					3.06			
34	三硫磷	0.25	0.22	0.22	0.003	1.5	1.00	0.89	0.89	0.04	4.3	5.00	4.72	4.61	0.34	7.4
			0.22					0.86					4.32			
			0.22					0.90					4.78			
			0.22					0.89					4.89			
			0.22					0.84					4.90			
			0.22					0.95					4.07			
35	三唑磷	0.25	0.25	0.25	0.01	2.4	1.00	0.93	0.93	0.04	4.6	5.00	4.73	4.63	0.34	7.4
			0.25					0.90					4.34			
			0.24					0.95					4.81			
			0.25					0.94					4.89			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.25					0.87					4.95			
			0.25					0.99					4.09			

表 1-29　实验室 2 沉积物样品精密度测试数据

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
1	敌敌畏	0.25	0.24	0.19	0.03	15.6	1.00	0.80	0.76	0.03	4.4	5.00	4.45	3.78	0.57	15.0
			0.18					0.74					3.37			
			0.20					0.79					4.24			
			0.19					0.71					3.25			
			0.18					0.78					4.16			
			0.15					0.76					3.18			
2	甲胺磷	0.25	0.17	0.16	0.02	10.7	1.00	0.47	0.46	0.07	15.2	5.00	4.38	3.87	0.28	7.3
			0.16					0.47					3.79			
			0.18					0.38					3.78			
			0.16					0.38					3.69			
			0.17					0.54					4.00			
			0.13					0.52					3.60			
3	速灭磷	0.25	0.23	0.20	0.02	10.5	1.00	0.88	0.88	0.03	2.9	5.00	4.56	4.19	0.45	10.8
			0.19					0.83					3.91			
			0.21					0.89					4.62			
			0.21					0.89					3.74			
			0.19					0.89					4.61			
			0.17					0.89					3.70			
4	内吸磷	0.25	0.13	0.14	0.02	11.6	1.00	0.70	0.74	0.02	2.3	5.00	2.69	3.09	0.25	8.1

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.14					0.75					3.14			
			0.16					0.74					3.11			
			0.16					0.74					3.04			
			0.14					0.74					3.48			
			0.12					0.75					3.10			
5	虫线磷	0.25	0.20	0.18	0.02	10.1	1.00	0.87	0.88	0.02	2.5	5.00	4.76	4.40	0.40	9.1
			0.17					0.84					4.27			
			0.18					0.88					4.72			
			0.19					0.89					3.94			
			0.17					0.89					4.78			
			0.15					0.91					3.95			
6	灭克磷	0.25	0.20	0.18	0.02	10.3	1.00	0.86	0.87	0.02	2.7	5.00	4.64	4.36	0.37	8.5
			0.17					0.83					4.28			
			0.19					0.87					4.68			
			0.19					0.87					3.95			
			0.17					0.87					4.71			
			0.15					0.90					3.90			
7	甲拌磷	0.25	0.16	0.16	0.01	8.9	1.00	0.78	0.80	0.02	1.9	5.00	4.29	4.08	0.39	9.5
			0.16					0.79					3.90			
			0.17					0.81					4.41			
			0.17					0.80					3.68			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.16					0.80					4.55			
			0.13					0.82					3.65			
8	治螟磷	0.25	0.21	0.18	0.018	9.8	1.00	0.88	0.90	0.03	2.9	5.00	4.65	4.46	0.36	8.0
			0.18					0.86					4.36			
			0.19					0.90					4.80			
			0.19					0.90					4.08			
			0.18					0.90					4.83			
			0.15					0.94					4.02			
9	二嗪农	0.25	0.20	0.18	0.02	10.0	1.00	0.87	0.88	0.02	2.6	5.00	4.76	4.47	0.38	8.5
			0.17					0.84					4.37			
			0.18					0.88					4.82			
			0.19					0.87					4.06			
			0.17					0.88					4.80			
			0.15					0.91					4.00			
10	地虫硫磷	0.25	0.21	0.18	0.019	10.3	1.00	0.86	0.87	0.03	3.1	5.00	5.06	4.74	0.41	8.7
			0.18					0.83					4.64			
			0.19					0.87					5.08			
			0.19					0.87					4.32			
			0.18					0.87					5.12			
			0.15					0.92					4.20			
11	乙拌磷	0.25	0.14	0.15	0.02	10.1	1.00	0.75	0.78	0.02	2.2	5.00	3.04	3.39	0.23	6.8

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.15					0.78					3.49			
			0.16					0.79					3.43			
			0.16					0.78					3.32			
			0.15					0.78					3.75			
			0.13					0.81					3.33			
12	异稻瘟净	0.25	0.23	0.21	0.02	9.3	1.00	0.93	0.92	0.02	2.4	5.00	5.00	4.61	0.45	9.8
			0.20					0.89					4.47			
			0.22					0.93					4.99			
			0.21					0.92					4.15			
			0.20					0.93					5.01			
			0.18					0.95					4.04			
13	除线磷	0.25	0.20	0.18	0.017	9.6	1.00	0.87	0.87	0.02	2.4	5.00	4.67	4.23	0.53	12.5
			0.18					0.83					4.09			
			0.19					0.87					4.69			
			0.19					0.86					3.66			
			0.18					0.87					4.69			
			0.15					0.90					3.57			
14	久效磷	0.25	0.26	0.17	0.05	28.9	1.00	0.71	0.65	0.09	14.6	5.00	4.98	4.56	0.31	6.9
			0.15					0.74					4.44			
			0.14					0.49					4.61			
			0.14					0.60					4.40			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.14					0.73					4.84			
			0.21					0.63					4.11			
15	乐果	0.25	0.21	0.18	0.02	9.8	1.00	0.86	0.86	0.02	2.0	5.00	4.72	4.33	0.42	9.6
			0.18					0.83					4.18			
			0.19					0.86					4.66			
			0.19					0.87					3.89			
			0.18					0.86					4.70			
			0.15					0.87					3.82			
16	皮蝇磷	0.25	0.21	0.18	0.02	10.4	1.00	0.90	0.90	0.03	2.9	5.00	4.54	4.07	0.52	12.7
			0.18					0.86					3.94			
			0.20					0.91					4.54			
			0.19					0.89					3.52			
			0.17					0.90					4.48			
			0.16					0.94					3.42			
17	甲基立枯磷	0.25	0.20	0.18	0.018	9.9	1.00	0.87	0.87	0.03	2.9	5.00	4.48	4.10	0.48	11.6
			0.18					0.83					4.00			
			0.19					0.88					4.53			
			0.19					0.86					3.58			
			0.18					0.87					4.50			
			0.15					0.90					3.49			
18	毒死蜱	0.25	0.21	0.18	0.019	10.1	1.00	0.88	0.88	0.03	3.0	5.00	4.57	4.13	0.51	12.3

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.18					0.85					4.02			
			0.19					0.89					4.58			
			0.19					0.87					3.58			
			0.18					0.88					4.54			
			0.15					0.93					3.50			
19	甲基对硫磷	0.25	0.21	0.19	0.02	10.2	1.00	0.88	0.88	0.02	2.5	5.00	4.86	4.39	0.46	10.4
			0.18					0.85					4.28			
			0.20					0.89					4.76			
			0.19					0.88					3.92			
			0.18					0.88					4.71			
			0.16					0.92					3.80			
20	倍硫磷	0.25	0.20	0.18	0.02	10.1	1.00	0.88	0.88	0.02	2.3	5.00	4.58	4.32	0.37	8.4
			0.17					0.85					4.26			
			0.18					0.89					4.63			
			0.19					0.88					3.93			
			0.17					0.88					4.68			
			0.15					0.91					3.86			
21	马拉硫磷	0.25	0.19	0.17	0.019	11.4	1.00	0.89	0.90	0.02	2.3	5.00	4.66	4.36	0.41	9.4
			0.16					0.86					4.23			
			0.17					0.91					4.77			
			0.19					0.91					3.93			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.16					0.90					4.70			
			0.14					0.92					3.85			
22	溴硫磷	0.25	0.21	0.18	0.02	11.4	1.00	0.91	0.90	0.02	2.6	5.00	4.52	4.03	0.49	12.2
			0.18					0.86					3.93			
			0.19					0.92					4.46			
			0.19					0.90					3.49			
			0.17					0.89					4.38			
			0.15					0.93					3.42			
23	杀螟硫磷	0.25	0.22	0.19	0.02	11.1	1.00	0.90	0.91	0.02	2.4	5.00	4.56	4.28	0.39	9.2
			0.18					0.88					4.23			
			0.19					0.93					4.66			
			0.19					0.91					3.89			
			0.18					0.90					4.61			
			0.15					0.94					3.74			
24	对硫磷	0.25	0.21	0.19	0.02	9.7	1.00	0.91	0.90	0.02	2.3	5.00	4.72	4.40	0.40	9.1
			0.18					0.87					4.33			
			0.19					0.91					4.73			
			0.19					0.89					3.98			
			0.18					0.90					4.74			
			0.15					0.94					3.86			
25	育畜磷	0.25	0.21	0.19	0.02	10.1	1.00	0.89	0.89	0.02	2.5	5.00	4.31	4.08	0.24	6.0

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.18					0.85					4.12			
			0.19					0.89					4.29			
			0.19					0.88					3.84			
			0.18					0.89					4.18			
			0.16					0.92					3.72			
26	水胺硫磷	0.25	0.23	0.21	0.02	10.0	1.00	0.93	0.93	0.02	2.1	5.00	4.73	4.29	0.54	12.6
			0.20					0.90					4.10			
			0.21					0.93					4.70			
			0.21					0.91					3.67			
			0.20					0.92					4.84			
			0.17					0.95					3.68			
27	稻丰散	0.25	0.20	0.17	0.02	11.3	1.00	0.91	0.90	0.02	2.2	5.00	4.67	4.32	0.42	9.7
			0.17					0.88					4.29			
			0.18					0.91					4.70			
			0.19					0.89					3.87			
			0.17					0.90					4.64			
			0.14					0.94					3.76			
28	甲拌磷砜	0.25	0.22	0.19	0.02	10.7	1.00	0.92	0.91	0.02	2.5	5.00	4.63	4.44	0.37	8.3
			0.19					0.88					4.43			
			0.20					0.92					4.77			
			0.20					0.89					4.02			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.19					0.91					4.79			
			0.16					0.95					3.96			
29	丙硫磷	0.25	0.19	0.17	0.017	10.2	1.00	0.86	0.86	0.02	2.4	5.00	4.39	4.06	0.46	11.4
			0.17					0.83					3.99			
			0.18					0.86					4.49			
			0.18					0.85					3.53			
			0.17					0.86					4.47			
			0.14					0.89					3.49			
30	脱叶磷	0.25	0.20	0.18	0.018	9.9	1.00	0.89	0.89	0.02	2.2	5.00	4.62	4.44	0.38	8.7
			0.18					0.86					4.39			
			0.19					0.89					4.82			
			0.19					0.88					4.01			
			0.18					0.89					4.85			
			0.15					0.92					3.98			
31	杀虫畏	0.25	0.23	0.20	0.02	10.1	1.00	0.90	0.91	0.02	2.6	5.00	4.31	3.91	0.42	10.9
			0.20					0.87					3.90			
			0.21					0.91					4.23			
			0.21					0.90					3.42			
			0.20					0.90					4.21			
			0.17					0.94					3.36			
32	丙溴磷	0.25	0.22	0.19	0.02	9.8	1.00	0.92	0.91	0.02	2.5	5.00	4.61	4.25	0.44	10.3

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.19					0.88					4.16			
			0.20					0.92					4.61			
			0.20					0.91					3.74			
			0.19					0.90					4.63			
			0.16					0.95					3.73			
33	地胺磷	0.25	0.23	0.19	0.02	10.7	1.00	0.81	0.78	0.05	6.0	5.00	4.76	3.98	0.79	19.9
			0.18					0.72					3.45			
			0.19					0.72					4.65			
			0.19					0.80					3.10			
			0.18					0.83					4.66			
			0.17					0.79					3.24			
34	三硫磷	0.25	0.20	0.18	0.017	9.4	1.00	0.87	0.87	0.02	2.3	5.00	4.54	4.17	0.44	10.5
			0.18					0.84					4.08			
			0.19					0.88					4.53			
			0.19					0.86					3.65			
			0.18					0.87					4.56			
			0.15					0.90					3.65			
35	三唑磷	0.25	0.23	0.22	0.02	7.4	1.00	1.03	0.98	0.04	4.4	5.00	5.20	4.66	0.56	12.0
			0.20					0.97					4.39			
			0.24					1.05					5.18			
			0.21					0.96					4.12			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.21					0.94					5.07			
			0.23					0.96					3.98			

表 1-30　实验室 3 沉积物样品精密度测试数据

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
1	敌敌畏	0.25	0.22	0.22	0.02	8.4	1.00	0.97	0.94	0.02	2.4	5.00	3.42	3.28	0.17	5.3
			0.20					0.90					3.32			
			0.21					0.94					3.35			
			0.20					0.94					3.00			
			0.24					0.94					3.14			
			0.23					0.96					3.45			
2	甲胺磷	0.25	0.16	0.17	0.01	6.7	1.00	0.64	0.72	0.09	12.6	5.00	2.69	2.70	0.22	8.1
			0.15					0.64					3.10			
			0.19					0.72					2.63			
			0.17					0.82					2.46			
			0.17					0.84					2.59			
			0.17					0.65					2.72			
3	速灭磷	0.25	0.24	0.23	0.01	5.6	1.00	0.92	0.94	0.07	7.3	5.00	4.43	4.27	0.27	6.3
			0.24					0.87					4.43			
			0.23					0.89					4.38			
			0.21					1.03					3.83			
			0.23					1.03					4.03			
			0.23					0.91					4.50			
4	内吸磷	0.25	0.22	0.22	0.01	5.2	1.00	0.91	0.88	0.02	2.5	5.00	4.45	4.31	0.18	4.1

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.22					0.89					4.37			
			0.21					0.86					4.32			
			0.20					0.86					4.00			
			0.23					0.85					4.21			
			0.23					0.88					4.47			
5	虫线磷	0.25	0.28	0.27	0.01	3.0	1.00	1.03	1.03	0.05	4.9	5.00	4.60	4.43	0.23	5.1
			0.28					0.99					4.57			
			0.27					0.99					4.46			
			0.26					1.10					4.06			
			0.28					1.09					4.27			
			0.27					1.00					4.63			
6	灭克磷	0.25	0.27	0.26	0.01	4.1	1.00	1.03	1.03	0.05	4.5	5.00	4.62	4.74	0.21	4.5
			0.27					0.99					4.92			
			0.26					0.98					4.82			
			0.24					1.09					4.43			
			0.27					1.08					4.67			
			0.26					1.00					5.01			
7	甲拌磷	0.25	0.26	0.25	0.01	3.2	1.00	0.99	0.98	0.03	3.4	5.00	4.54	4.37	0.23	5.3
			0.26					0.95					4.51			
			0.25					0.94					4.39			
			0.24					1.02					3.99			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.26					1.00					4.21			
			0.26					0.96					4.59			
8	治螟磷	0.25	0.27	0.26	0.010	3.7	1.00	1.03	1.02	0.04	4.3	5.00	4.64	4.50	0.19	4.2
			0.27					0.99					4.63			
			0.26					0.98					4.51			
			0.25					1.08					4.17			
			0.27					1.07					4.39			
			0.27					0.99					4.67			
9	二嗪农	0.25	0.28	0.27	0.01	3.1	1.00	1.03	1.02	0.04	4.1	5.00	4.90	4.75	0.14	2.9
			0.27					0.99					4.87			
			0.27					0.98					4.72			
			0.25					1.08					4.51			
			0.27					1.07					4.72			
			0.27					1.00					4.76			
10	地虫硫磷	0.25	0.29	0.28	0.010	3.5	1.00	1.04	1.04	0.04	4.3	5.00	4.60	4.49	0.18	4.0
			0.28					1.00					4.59			
			0.27					1.00					4.47			
			0.26					1.10					4.18			
			0.28					1.08					4.41			
			0.28					1.01					4.67			
11	乙拌磷	0.25	0.24	0.23	0.01	5.4	1.00	0.94	0.92	0.02	1.7	5.00	4.44	4.33	0.17	3.8

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.24					0.92					4.39			
			0.22					0.90					4.32			
			0.21					0.93					4.04			
			0.24					0.91					4.26			
			0.24					0.92					4.51			
12	异稻瘟净	0.25	0.26	0.26	0.01	2.3	1.00	0.68	0.77	0.05	6.9	5.00	4.40	4.46	0.15	3.5
			0.27					0.76					4.58			
			0.26					0.75					4.62			
			0.25					0.80					4.21			
			0.26					0.82					4.41			
			0.26					0.83					4.56			
13	除线磷	0.25	0.28	0.27	0.009	3.1	1.00	1.05	1.04	0.04	4.3	5.00	4.71	4.62	0.16	3.5
			0.28					1.01					4.74			
			0.27					1.00					4.58			
			0.26					1.10					4.33			
			0.28					1.09					4.58			
			0.28					1.01					4.78			
14	久效磷	0.25	0.22	0.20	0.02	11.6	1.00	0.75	0.81	0.09	11.3	5.00	3.67	3.76	0.21	5.5
			0.17					0.78					4.15			
			0.22					0.73					3.60			
			0.23					0.95					3.81			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.19					0.91					3.62			
			0.18					0.75					3.72			
15	乐果	0.25	0.27	0.26	0.01	2.0	1.00	1.03	1.04	0.06	5.7	5.00	4.72	4.62	0.14	2.9
			0.27					0.98					4.69			
			0.27					0.99					4.58			
			0.26					1.12					4.38			
			0.26					1.10					4.62			
			0.26					1.00					4.76			
16	皮蝇磷	0.25	0.28	0.26	0.01	4.0	1.00	1.04	1.05	0.06	5.4	5.00	4.70	4.60	0.14	3.0
			0.26					1.00					4.69			
			0.26					0.99					4.56			
			0.25					1.13					4.35			
			0.27					1.11					4.56			
			0.25					1.02					4.73			
17	甲基立枯磷	0.25	0.30	0.28	0.011	3.8	1.00	1.10	1.10	0.05	4.2	5.00	4.68	4.60	0.14	3.1
			0.28					1.06					4.66			
			0.28					1.06					4.55			
			0.27					1.16					4.35			
			0.29					1.14					4.60			
			0.28					1.06					4.76			
18	毒死蜱	0.25	0.28	0.27	0.009	3.2	1.00	1.04	1.03	0.04	4.4	5.00	4.69	4.59	0.14	3.1

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.27					1.00					4.68			
			0.27					0.99					4.54			
			0.26					1.09					4.33			
			0.28					1.08					4.56			
			0.27					1.00					4.72			
19	甲基对硫磷	0.25	0.31	0.29	0.01	3.5	1.00	1.14	1.14	0.05	4.8	5.00	4.73	4.70	0.09	1.9
			0.29					1.10					4.74			
			0.29					1.09					4.67			
			0.28					1.22					4.52			
			0.29					1.19					4.74			
			0.28					1.10					4.77			
20	倍硫磷	0.25	0.28	0.27	0.01	2.9	1.00	1.03	1.02	0.04	3.7	5.00	4.67	4.57	0.18	3.9
			0.27					0.99					4.60			
			0.27					0.98					4.48			
			0.26					1.07					4.28			
			0.28					1.06					4.61			
			0.27					1.02					4.80			
21	马拉硫磷	0.25	0.25	0.24	0.007	3.1	1.00	0.95	0.95	0.05	5.3	5.00	4.57	4.48	0.10	2.2
			0.24					0.92					4.59			
			0.24					0.92					4.48			
			0.23					1.02					4.32			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.25					1.00					4.42			
			0.24					0.89					4.48			
22	溴硫磷	0.25	0.26	0.24	0.01	4.9	1.00	1.01	1.00	0.04	4.4	5.00	4.48	4.48	0.13	3.0
			0.24					0.97					4.58			
			0.24					0.96					4.46			
			0.24					1.06					4.26			
			0.26					1.04					4.44			
			0.23					0.96					4.65			
23	杀螟硫磷	0.25	0.27	0.25	0.01	4.3	1.00	0.99	0.99	0.04	4.4	5.00	4.77	4.64	0.14	3.1
			0.25					0.95					4.66			
			0.25					0.95					4.56			
			0.23					1.05					4.41			
			0.25					1.03					4.69			
			0.25					0.97					4.78			
24	对硫磷	0.25	0.30	0.29	0.01	3.4	1.00	1.13	1.13	0.05	4.2	5.00	4.80	4.79	0.10	2.1
			0.29					1.09					4.87			
			0.28					1.09					4.76			
			0.27					1.20					4.61			
			0.28					1.18					4.83			
			0.28					1.10					4.88			
25	育畜磷	0.25	0.29	0.28	0.01	2.7	1.00	1.06	1.04	0.05	4.9	5.00	4.66	4.63	0.15	3.2

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.28					0.99					4.72			
			0.27					1.00					4.56			
			0.27					1.11					4.37			
			0.28					1.10					4.68			
			0.27					1.01					4.79			
26	水胺硫磷	0.25	0.26	0.25	0.01	3.1	1.00	0.99	1.01	0.05	4.6	5.00	4.74	4.61	0.14	3.0
			0.25					0.97					4.70			
			0.24					0.98					4.58			
			0.24					1.08					4.39			
			0.25					1.05					4.54			
			0.25					0.98					4.74			
27	稻丰散	0.25	0.27	0.26	0.01	2.9	1.00	1.05	1.05	0.04	4.3	5.00	4.80	4.70	0.13	2.8
			0.27					1.01					4.74			
			0.26					1.01					4.65			
			0.25					1.11					4.46			
			0.27					1.09					4.69			
			0.26					1.01					4.83			
28	甲拌磷砜	0.25	0.29	0.28	0.01	3.2	1.00	1.05	1.05	0.05	4.4	5.00	4.71	4.62	0.13	2.9
			0.28					1.01					4.69			
			0.27					1.01					4.57			
			0.26					1.11					4.38			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.28					1.09					4.62			
			0.27					1.02					4.75			
29	丙硫磷	0.25	0.29	0.28	0.009	3.1	1.00	1.04	1.04	0.05	4.6	5.00	4.66	4.56	0.14	3.1
			0.28					1.00					4.64			
			0.27					0.99					4.51			
			0.26					1.10					4.31			
			0.28					1.08					4.54			
			0.28					1.01					4.70			
30	脱叶磷	0.25	0.30	0.29	0.010	3.3	1.00	1.05	1.04	0.04	4.2	5.00	4.73	4.66	0.14	3.0
			0.29					1.01					4.74			
			0.28					1.00					4.60			
			0.27					1.11					4.41			
			0.29					1.09					4.68			
			0.29					1.01					4.80			
31	杀虫畏	0.25	0.27	0.26	0.01	4.1	1.00	1.00	1.00	0.04	4.3	5.00	4.70	4.65	0.13	2.8
			0.26					0.97					4.67			
			0.25					0.95					4.58			
			0.24					1.06					4.44			
			0.25					1.04					4.70			
			0.25					0.97					4.81			
32	丙溴磷	0.25	0.21	0.23	0.03	13.4	1.00	0.85	0.88	0.11	12.4	5.00	4.71	4.68	0.13	2.8

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.26					0.82					4.74			
			0.20					0.82					4.64			
			0.24					1.10					4.44			
			0.26					0.89					4.69			
			0.20					0.83					4.84			
33	地胺磷	0.25	0.27	0.24	0.02	7.0	1.00	0.92	0.94	0.10	10.6	5.00	4.78	5.48	0.39	7.1
			0.23					0.83					5.34			
			0.24					0.87					5.73			
			0.24					1.07					5.50			
			0.23					1.05					5.67			
			0.23					0.89					5.87			
34	三硫磷	0.25	0.29	0.26	0.014	5.1	1.00	1.05	1.05	0.05	4.9	5.00	4.71	4.62	0.14	3.1
			0.26					1.00					4.69			
			0.25					1.00					4.55			
			0.25					1.12					4.36			
			0.26					1.10					4.62			
			0.27					1.02					4.76			
35	三唑磷	0.25	0.29	0.25	0.02	9.8	1.00	1.07	1.07	0.05	4.8	5.00	4.83	4.75	0.14	3.0
			0.26					1.02					4.81			
			0.26					1.03					4.67			
			0.25					1.15					4.50			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.26					1.13					4.76			
			0.21					1.05					4.91			

表 1-31　实验室 4 沉积物样品精密度测试数据

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
1	敌敌畏	0.25	0.17	0.16	0.01	7.1	1.00	0.91	0.92	0.06	6.8	5.00	3.90	3.65	0.32	8.8
			0.16					0.92					3.87			
			0.16					1.02					3.41			
			0.14					0.96					3.47			
			0.16					0.84					3.23			
			0.15					0.88					4.03			
2	甲胺磷	0.25	0.15	0.16	0.02	10.1	1.00	0.54	0.53	0.07	12.6	5.00	3.70	3.95	0.43	10.8
			0.17					0.59					3.89			
			0.14					0.46					3.54			
			0.18					0.48					4.45			
			0.16					0.48					3.60			
			0.15					0.62					4.50			
3	速灭磷	0.25	0.21	0.21	0.01	7.0	1.00	1.07	1.09	0.03	2.7	5.00	4.90	4.66	0.36	7.7
			0.23					1.04					4.88			
			0.19					1.09					4.08			
			0.22					1.09					4.80			
			0.22					1.13					4.33			
			0.21					1.09					4.95			
4	内吸磷	0.25	0.15	0.15	0.01	3.9	1.00	0.59	0.58	0.04	6.5	5.00	2.84	3.15	0.24	7.7

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.14					0.60					3.24			
			0.14					0.56					3.08			
			0.15					0.62					3.55			
			0.15					0.60					3.00			
			0.14					0.52					3.20			
5	虫线磷	0.25	0.24	0.23	0.02	6.7	1.00	1.09	1.11	0.02	2.0	5.00	5.27	4.98	0.37	7.4
			0.25					1.09					5.17			
			0.21					1.11					4.50			
			0.22					1.15					4.94			
			0.25					1.10					4.59			
			0.23					1.13					5.39			
6	灭克磷	0.25	0.23	0.22	0.01	6.3	1.00	1.04	1.06	0.03	2.9	5.00	5.25	5.04	0.38	7.5
			0.24					1.03					5.19			
			0.20					1.07					4.51			
			0.21					1.10					5.20			
			0.24					1.04					4.63			
			0.21					1.08					5.47			
7	甲拌磷	0.25	0.20	0.20	0.01	7.2	1.00	0.87	0.90	0.02	1.8	5.00	4.51	4.56	0.34	7.4
			0.22					0.91					4.75			
			0.18					0.90					4.20			
			0.20					0.92					4.80			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.21					0.89					4.13			
			0.19					0.89					4.96			
8	治螟磷	0.25	0.25	0.24	0.017	7.3	1.00	1.08	1.11	0.03	2.7	5.00	5.24	5.00	0.38	7.6
			0.26					1.08					5.16			
			0.21					1.14					4.49			
			0.23					1.15					5.12			
			0.25					1.10					4.56			
			0.23					1.13					5.41			
9	二嗪农	0.25	0.25	0.23	0.02	8.7	1.00	1.10	1.12	0.03	2.7	5.00	5.23	5.05	0.41	8.0
			0.26					1.08					5.23			
			0.21					1.15					4.48			
			0.21					1.15					5.21			
			0.24					1.10					4.63			
			0.22					1.13					5.54			
10	地虫硫磷	0.25	0.24	0.23	0.016	6.7	1.00	1.09	1.12	0.03	3.1	5.00	5.29	5.12	0.39	7.6
			0.25					1.08					5.22			
			0.21					1.15					4.59			
			0.23					1.16					5.29			
			0.24					1.09					4.72			
			0.23					1.12					5.61			
11	乙拌磷	0.25	0.15	0.17	0.01	8.6	1.00	0.82	0.81	0.01	1.5	5.00	3.52	3.95	0.39	9.8

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.19					0.83					4.20			
			0.16					0.81					3.83			
			0.18					0.82					4.44			
			0.19					0.81					3.51			
			0.16					0.79					4.18			
12	异稻瘟净	0.25	0.23	0.22	0.02	7.1	1.00	1.13	1.12	0.04	3.3	5.00	3.63	3.67	0.08	2.3
			0.25					1.07					3.66			
			0.20					1.15					3.61			
			0.22					1.17					3.78			
			0.23					1.09					3.58			
			0.22					1.13					3.77			
13	除线磷	0.25	0.25	0.25	0.019	7.7	1.00	1.09	1.12	0.03	2.9	5.00	5.27	5.12	0.40	7.7
			0.27					1.09					5.25			
			0.22					1.15					4.58			
			0.25					1.16					5.30			
			0.27					1.09					4.72			
			0.24					1.14					5.63			
14	久效磷	0.25	0.24	0.24	0.02	7.5	1.00	0.73	0.73	0.11	15.1	5.00	4.46	4.71	0.35	7.5
			0.23					0.84					4.56			
			0.21					0.75					4.25			
			0.25					0.58					5.21			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.26					0.63					4.83			
			0.24					0.86					4.95			
15	乐果	0.25	0.22	0.21	0.02	8.3	1.00	1.05	1.09	0.03	3.2	5.00	5.07	5.04	0.42	8.3
			0.23					1.04					5.21			
			0.18					1.13					4.41			
			0.21					1.12					5.27			
			0.23					1.08					4.71			
			0.21					1.10					5.58			
16	皮蝇磷	0.25	0.23	0.23	0.02	6.8	1.00	1.10	1.13	0.03	2.9	5.00	5.23	5.12	0.40	7.9
			0.24					1.10					5.24			
			0.20					1.15					4.56			
			0.22					1.17					5.31			
			0.24					1.10					4.73			
			0.23					1.16					5.65			
17	甲基立枯磷	0.25	0.24	0.24	0.017	7.0	1.00	1.10	1.13	0.04	3.8	5.00	5.25	5.13	0.40	7.7
			0.25					1.12					5.27			
			0.21					1.17					4.59			
			0.23					1.18					5.33			
			0.25					1.07					4.73			
			0.23					1.13					5.63			
18	毒死蜱	0.25	0.27	0.26	0.020	7.7	1.00	1.08	1.12	0.04	3.3	5.00	5.29	5.17	0.41	7.9

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.28					1.09					5.31			
			0.23					1.15					4.60			
			0.25					1.17					5.37			
			0.28					1.09					4.78			
			0.26					1.14					5.70			
19	甲基对硫磷	0.25	0.25	0.24	0.02	8.5	1.00	1.07	1.11	0.04	3.2	5.00	5.17	5.10	0.38	7.4
			0.25					1.09					5.23			
			0.20					1.13					4.58			
			0.23					1.15					5.30			
			0.26					1.07					4.75			
			0.23					1.13					5.61			
20	倍硫磷	0.25	0.22	0.21	0.02	7.5	1.00	1.06	1.10	0.03	2.8	5.00	5.10	5.04	0.37	7.3
			0.23					1.08					5.18			
			0.19					1.14					4.52			
			0.21					1.14					5.28			
			0.23					1.08					4.69			
			0.21					1.11					5.50			
21	马拉硫磷	0.25	0.22	0.21	0.016	7.8	1.00	1.08	1.11	0.03	3.1	5.00	5.26	5.15	0.42	8.2
			0.23					1.08					5.30			
			0.18					1.16					4.56			
			0.21					1.15					5.38			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.23					1.09					4.72			
			0.20					1.12					5.66			
22	溴硫磷	0.25	0.25	0.23	0.02	7.5	1.00	1.09	1.13	0.04	3.6	5.00	5.21	5.13	0.38	7.5
			0.25					1.11					5.30			
			0.20					1.17					4.61			
			0.23					1.17					5.30			
			0.24					1.09					4.72			
			0.23					1.15					5.62			
23	杀螟硫磷	0.25	0.22	0.21	0.02	8.6	1.00	1.09	1.12	0.04	3.6	5.00	5.24	5.15	0.39	7.5
			0.23					1.10					5.26			
			0.19					1.16					4.60			
			0.21					1.17					5.35			
			0.24					1.08					4.79			
			0.21					1.14					5.65			
24	对硫磷	0.25	0.24	0.24	0.02	7.5	1.00	1.10	1.14	0.03	2.9	5.00	5.18	5.10	0.37	7.4
			0.25					1.11					5.24			
			0.21					1.16					4.56			
			0.23					1.18					5.27			
			0.25					1.12					4.76			
			0.23					1.16					5.60			
25	育畜磷	0.25	0.24	0.23	0.02	7.4	1.00	1.05	1.10	0.04	3.7	5.00	5.11	5.01	0.38	7.5

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.25					1.07					5.18			
			0.20					1.13					4.45			
			0.23					1.16					5.18			
			0.25					1.07					4.65			
			0.23					1.12					5.45			
26	水胺硫磷	0.25	0.25	0.24	0.02	6.8	1.00	1.05	1.09	0.03	3.1	5.00	4.93	4.93	0.32	6.6
			0.25					1.06					5.11			
			0.24					1.13					4.44			
			0.22					1.12					5.11			
			0.26					1.07					4.69			
			0.22					1.10					5.33			
27	稻丰散	0.25	0.26	0.25	0.02	6.9	1.00	1.06	1.12	0.04	3.6	5.00	5.26	5.12	0.39	7.7
			0.27					1.09					5.28			
			0.22					1.15					4.55			
			0.24					1.18					5.29			
			0.26					1.12					4.72			
			0.25					1.12					5.59			
28	甲拌磷砜	0.25	0.25	0.25	0.02	7.6	1.00	1.12	1.16	0.04	3.6	5.00	5.35	5.21	0.39	7.5
			0.26					1.11					5.34			
			0.21					1.20					4.63			
			0.24					1.21					5.38			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.27					1.13					4.86			
			0.24					1.17					5.69			
29	丙硫磷	0.25	0.24	0.23	0.016	6.7	1.00	1.07	1.12	0.05	4.1	5.00	5.31	5.18	0.37	7.2
			0.24					1.10					5.33			
			0.21					1.16					4.64			
			0.23					1.18					5.32			
			0.25					1.08					4.83			
			0.23					1.11					5.64			
30	脱叶磷	0.25	0.23	0.23	0.014	6.0	1.00	0.99	1.02	0.04	3.7	5.00	5.32	5.19	0.39	7.5
			0.24					1.01					5.37			
			0.21					1.05					4.62			
			0.22					1.08					5.33			
			0.25					0.98					4.84			
			0.22					1.02					5.68			
31	杀虫畏	0.25	0.23	0.23	0.02	8.2	1.00	1.00	1.11	0.07	6.7	5.00	5.21	5.13	0.34	6.6
			0.24					1.10					5.28			
			0.20					1.20					4.64			
			0.22					1.16					5.31			
			0.26					1.05					4.80			
			0.24					1.14					5.52			
32	丙溴磷	0.25	0.21	0.21	0.02	7.3	1.00	1.04	1.10	0.04	3.8	5.00	5.11	4.99	0.33	6.7

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.23					1.07					5.17			
			0.19					1.13					4.49			
			0.21					1.16					5.12			
			0.23					1.10					4.68			
			0.20					1.12					5.38			
33	地胺磷	0.25	0.25	0.26	0.01	3.5	1.00	0.94	0.97	0.07	7.3	5.00	3.82	3.98	0.16	4.1
			0.26					0.89					4.05			
			0.24					1.08					4.23			
			0.26					0.94					3.92			
			0.26					0.95					4.06			
			0.26					1.04					3.81			
34	三硫磷	0.25	0.24	0.23	0.013	5.5	1.00	1.03	1.11	0.05	4.4	5.00	5.21	5.05	0.30	5.9
			0.24					1.11					5.27			
			0.21					1.14					4.60			
			0.23					1.17					5.12			
			0.25					1.08					4.77			
			0.23					1.14					5.34			
35	三唑磷	0.25	0.24	0.24	0.01	6.2	1.00	1.12	1.15	0.04	3.4	5.00	5.35	5.16	0.30	5.8
			0.25					1.12					5.41			
			0.22					1.18					4.71			
			0.23					1.20					5.17			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.26					1.11					4.91			
			0.23					1.18					5.45			

表 1-32　实验室 5 沉积物样品精密度测试数据

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
1	敌敌畏	0.25	0.17	0.17	0.01	5.5	1.00	0.66	0.60	0.06	10.1	5.00	2.50	2.51	0.22	8.8
			0.18					0.60					2.37			
			0.15					0.62					2.28			
			0.17					0.66					2.81			
			0.17					0.52					2.74			
			0.16					0.54					2.35			
2	甲胺磷	0.25	0.16	0.17	0.02	9.2	1.00	0.60	0.64	0.06	8.9	5.00	2.70	2.73	0.22	8.1
			0.17					0.59					2.41			
			0.19					0.58					3.05			
			0.16					0.71					2.81			
			0.19					0.68					2.59			
			0.15					0.69					2.81			
3	速灭磷	0.25	0.21	0.21	0.01	5.3	1.00	0.87	0.77	0.10	13.1	5.00	3.49	3.40	0.36	10.5
			0.22					0.75					2.93			
			0.22					0.85					3.36			
			0.23					0.81					3.97			
			0.20					0.59					3.52			
			0.20					0.74					3.12			
4	内吸磷	0.25	0.14	0.17	0.02	12.0	1.00	0.57	0.62	0.04	5.7	5.00	2.81	2.76	0.15	5.4
			0.19					0.67					2.56			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.19					0.64					2.87			
			0.18					0.59					2.88			
			0.15					0.63					2.87			
			0.18					0.63					2.58			
5	虫线磷	0.25	0.22	0.22	0.01	5.3	1.00	0.94	0.83	0.09	11.3	5.00	3.83	3.75	0.32	8.6
			0.23					0.84					3.40			
			0.22					0.89					3.69			
			0.24					0.86					4.29			
			0.21					0.67					3.82			
			0.21					0.79					3.45			
6	灭克磷	0.25	0.22	0.22	0.01	4.9	1.00	0.94	0.85	0.08	8.9	5.00	4.66	4.57	0.32	6.9
			0.23					0.84					4.10			
			0.22					0.90					4.51			
			0.24					0.85					5.04			
			0.21					0.72					4.71			
			0.21					0.82					4.40			
7	甲拌磷	0.25	0.18	0.20	0.01	6.3	1.00	0.75	0.71	0.06	8.4	5.00	3.54	3.43	0.32	9.3
			0.21					0.75					3.10			
			0.20					0.77					3.43			
			0.21					0.73					3.91			
			0.18					0.61					3.54			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.19					0.68					3.04			
8	治螟磷	0.25	0.23	0.23	0.010	4.4	1.00	0.96	0.87	0.08	8.8	5.00	4.02	3.93	0.35	9.0
			0.24					0.87					3.50			
			0.23					0.94					3.85			
			0.25					0.88					4.53			
			0.22					0.74					4.01			
			0.23					0.86					3.70			
9	二嗪农	0.25	0.23	0.23	0.01	5.4	1.00	1.01	0.91	0.06	6.3	5.00	4.11	4.09	0.35	8.5
			0.23					0.88					3.56			
			0.22					0.93					3.92			
			0.24					0.91					4.59			
			0.21					0.84					4.08			
			0.22					0.91					4.27			
10	地虫硫磷	0.25	0.23	0.22	0.012	5.2	1.00	0.94	0.86	0.07	8.2	5.00	4.45	4.44	0.39	8.8
			0.23					0.84					3.92			
			0.22					0.92					4.25			
			0.24					0.87					5.10			
			0.21					0.74					4.39			
			0.21					0.84					4.56			
11	乙拌磷	0.25	0.15	0.17	0.02	10.0	1.00	0.60	0.63	0.04	5.6	5.00	3.22	3.32	0.12	3.7
			0.19					0.69					3.21			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.19					0.66					3.28			
			0.19					0.60					3.45			
			0.15					0.62					3.26			
			0.18					0.64					3.50			
12	异稻瘟净	0.25	0.22	0.22	0.01	4.4	1.00	1.03	0.93	0.06	6.2	5.00	4.04	3.96	0.33	8.3
			0.23					0.90					3.52			
			0.22					0.96					3.82			
			0.24					0.91					4.51			
			0.21					0.86					4.03			
			0.22					0.92					3.82			
13	除线磷	0.25	0.22	0.22	0.012	5.2	1.00	0.95	0.86	0.06	6.7	5.00	4.33	4.23	0.39	9.1
			0.22					0.84					3.69			
			0.22					0.90					4.10			
			0.24					0.85					4.86			
			0.21					0.78					4.32			
			0.22					0.85					4.08			
14	久效磷	0.25	0.18	0.20	0.02	10.0	1.00	0.93	0.87	0.07	7.8	5.00	3.88	4.11	0.51	12.4
			0.19					0.84					3.60			
			0.20					0.98					4.21			
			0.23					0.84					4.96			
			0.18					0.79					4.33			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.21					0.86					3.67			
15	乐果	0.25	0.22	0.21	0.01	4.8	1.00	0.93	0.86	0.06	6.6	5.00	4.61	4.49	0.43	9.5
			0.21					0.82					3.95			
			0.21					0.90					4.35			
			0.23					0.85					5.21			
			0.20					0.78					4.57			
			0.21					0.88					4.26			
16	皮蝇磷	0.25	0.22	0.22	0.01	4.8	1.00	0.92	0.84	0.05	6.1	5.00	4.13	4.03	0.32	8.0
			0.22					0.82					3.75			
			0.21					0.86					3.89			
			0.24					0.83					4.61			
			0.20					0.77					4.06			
			0.21					0.83					3.77			
17	甲基立枯磷	0.25	0.22	0.22	0.010	4.5	1.00	0.96	0.86	0.06	6.5	5.00	4.38	4.43	0.31	6.9
			0.23					0.84					4.63			
			0.22					0.88					4.16			
			0.24					0.85					4.92			
			0.21					0.79					4.36			
			0.22					0.86					4.10			
18	毒死蜱	0.25	0.23	0.23	0.011	4.7	1.00	0.97	0.89	0.05	5.9	5.00	4.10	3.99	0.38	9.6
			0.23					0.87					3.46			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.22					0.91					3.87			
			0.24					0.88					4.62			
			0.21					0.81					4.06			
			0.22					0.89					3.82			
19	甲基对硫磷	0.25	0.22	0.22	0.01	4.7	1.00	0.96	0.87	0.06	6.7	5.00	4.04	3.88	0.35	9.1
			0.22					0.85					3.40			
			0.21					0.90					3.77			
			0.23					0.86					4.45			
			0.20					0.79					3.91			
			0.21					0.86					3.71			
20	倍硫磷	0.25	0.22	0.22	0.01	4.9	1.00	0.94	0.86	0.05	5.5	5.00	3.96	3.88	0.36	9.3
			0.22					0.84					3.39			
			0.21					0.88					3.78			
			0.23					0.83					4.48			
			0.20					0.80					3.95			
			0.21					0.86					3.72			
21	马拉硫磷	0.25	0.23	0.23	0.014	5.9	1.00	1.01	0.93	0.05	5.5	5.00	4.24	4.15	0.43	10.4
			0.24					0.91					3.57			
			0.22					0.96					4.01			
			0.26					0.91					4.89			
			0.22					0.86					4.22			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.23					0.92					3.99			
22	溴硫磷	0.25	0.22	0.22	0.01	4.7	1.00	0.92	0.84	0.05	5.7	5.00	3.78	3.71	0.38	10.2
			0.23					0.83					3.24			
			0.21					0.86					3.60			
			0.23					0.82					4.37			
			0.20					0.78					3.77			
			0.22					0.84					3.50			
23	杀螟硫磷	0.25	0.22	0.22	0.01	5.9	1.00	0.95	0.86	0.06	7.0	5.00	3.99	4.02	0.42	10.5
			0.24					0.84					3.67			
			0.22					0.90					3.89			
			0.24					0.82					4.81			
			0.21					0.78					4.08			
			0.21					0.85					3.68			
24	对硫磷	0.25	0.22	0.22	0.01	5.3	1.00	1.01	0.89	0.06	7.3	5.00	4.08	4.00	0.38	9.4
			0.22					0.86					3.55			
			0.22					0.90					3.85			
			0.24					0.87					4.66			
			0.21					0.82					4.03			
			0.22					0.88					3.82			
25	育畜磷	0.25	0.23	0.23	0.01	5.8	1.00	0.99	0.90	0.05	5.5	5.00	4.17	4.04	0.42	10.4
			0.23					0.88					3.42			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.22					0.92					3.95			
			0.25					0.88					4.71			
			0.21					0.84					4.12			
			0.23					0.92					3.87			
26	水胺硫磷	0.25	0.22	0.22	0.01	4.9	1.00	1.01	0.92	0.05	5.6	5.00	4.20	4.01	0.45	11.1
			0.22					0.88					3.35			
			0.22					0.93					3.89			
			0.24					0.91					4.70			
			0.21					0.86					4.10			
			0.22					0.92					3.84			
27	稻丰散	0.25	0.24	0.24	0.02	6.4	1.00	1.02	0.95	0.04	4.4	5.00	5.05	4.56	0.58	12.6
			0.23					0.94					3.77			
			0.23					0.96					4.30			
			0.27					0.93					5.36			
			0.23					0.90					4.58			
			0.23					0.96					4.27			
28	甲拌磷砜	0.25	0.23	0.23	0.01	4.7	1.00	1.01	0.93	0.05	5.8	5.00	4.79	4.64	0.51	10.9
			0.23					0.89					3.92			
			0.22					0.95					4.47			
			0.25					0.92					5.46			
			0.22					0.86					4.74			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.23					0.93					4.48			
29	丙硫磷	0.25	0.23	0.23	0.012	5.3	1.00	0.99	0.91	0.05	5.1	5.00	4.57	4.43	0.47	10.6
			0.23					0.89					3.77			
			0.22					0.93					4.29			
			0.25					0.91					5.20			
			0.22					0.85					4.51			
			0.23					0.91					4.24			
30	脱叶磷	0.25	0.23	0.23	0.012	5.3	1.00	1.05	0.97	0.05	5.3	5.00	5.26	5.06	0.49	9.7
			0.24					0.94					4.30			
			0.22					0.99					4.89			
			0.25					0.97					5.76			
			0.22					0.90					5.26			
			0.23					0.96					4.90			
31	杀虫畏	0.25	0.22	0.22	0.01	5.0	1.00	0.96	0.86	0.06	7.1	5.00	4.15	4.05	0.50	12.3
			0.22					0.85					3.48			
			0.21					0.89					3.87			
			0.24					0.78					4.93			
			0.21					0.82					4.13			
			0.22					0.87					3.74			
32	丙溴磷	0.25	0.23	0.23	0.01	5.2	1.00	1.00	0.92	0.04	4.8	5.00	4.58	4.39	0.47	10.7
			0.23					0.90					3.74			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.22					0.93					4.23			
			0.25					0.90					5.14			
			0.22					0.87					4.49			
			0.23					0.92					4.17			
33	地胺磷	0.25	0.23	0.24	0.02	6.8	1.00	1.05	0.97	0.07	7.0	5.00	4.49	4.31	0.43	10.0
			0.25					0.99					3.59			
			0.24					0.97					4.39			
			0.26					0.92					4.88			
			0.21					0.86					4.38			
			0.24					1.02					4.11			
34	三硫磷	0.25	0.23	0.23	0.012	5.4	1.00	1.00	0.90	0.05	5.8	5.00	4.54	4.25	0.53	12.6
			0.23					0.87					3.53			
			0.21					0.90					4.11			
			0.25					0.89					5.10			
			0.22					0.85					4.28			
			0.23					0.91					3.96			
35	三唑磷	0.25	0.24	0.24	0.01	5.1	1.00	1.10	1.00	0.06	5.5	5.00	4.42	4.22	0.50	11.7
			0.24					0.98					3.53			
			0.23					0.99					4.09			
			0.26					0.99					5.02			
			0.23					0.94					4.29			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.24					1.02					3.99			

表 1-33　实验室 6 沉积物样品精密度测试数据

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
1	敌敌畏	0.25	0.17	0.16	0.01	4.3	1.00	0.67	0.66	0.04	6.5	5.00	3.21	3.24	0.08	2.6
			0.16					0.68					3.19			
			0.15					0.69					3.17			
			0.16					0.57					3.26			
			0.17					0.68					3.40			
			0.16					0.66					3.22			
2	甲胺磷	0.25	0.14	0.15	0.02	10.6	1.00	0.58	0.58	0.01	0.9	5.00	2.73	2.90	0.10	3.4
			0.14					0.59					2.93			
			0.15					0.59					2.98			
			0.18					0.57					2.99			
			0.15					0.58					2.86			
			0.14					0.58					2.94			
3	速灭磷	0.25	0.27	0.23	0.02	9.7	1.00	0.91	0.95	0.05	5.7	5.00	3.99	4.24	0.36	8.5
			0.21					0.87					4.19			
			0.22					1.01					4.18			
			0.22					0.95					4.66			
			0.25					0.94					4.67			
			0.22					1.00					3.76			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
4	内吸磷	0.25	0.20	0.17	0.02	13.3	1.00	0.72	0.71	0.01	1.1	5.00	3.66	3.66	0.12	3.2
			0.18					0.70					3.57			
			0.15					0.71					3.85			
			0.14					0.70					3.59			
			0.18					0.71					3.76			
			0.15					0.71					3.55			
5	虫线磷	0.25	0.29	0.24	0.02	10.4	1.00	0.93	0.97	0.05	4.7	5.00	4.09	4.38	0.30	6.9
			0.22					0.93					4.42			
			0.23					1.03					4.26			
			0.22					0.97					4.73			
			0.25					0.96					4.73			
			0.23					1.03					4.05			
6	灭克磷	0.25	0.29	0.24	0.02	10.1	1.00	0.93	0.98	0.05	4.8	5.00	4.14	4.42	0.26	5.8
			0.22					0.93					4.41			
			0.23					1.03					4.29			
			0.23					0.97					4.71			
			0.25					0.96					4.75			
			0.23					1.04					4.23			
7	甲拌磷	0.25	0.24	0.20	0.02	12.1	1.00	0.71	0.77	0.04	5.6	5.00	3.80	3.62	0.11	3.1
			0.18					0.75					3.64			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.19					0.79					3.59			
			0.18					0.78					3.68			
			0.21					0.84					3.51			
			0.20					0.74					3.51			
8	治螟磷	0.25	0.29	0.25	0.026	10.7	1.00	0.95	1.01	0.04	4.3	5.00	4.02	4.42	0.29	6.6
			0.22					0.96					4.45			
			0.23					1.04					4.27			
			0.23					1.03					4.73			
			0.26					1.04					4.78			
			0.25					1.04					4.28			
9	二嗪农	0.25	0.28	0.24	0.02	9.7	1.00	0.88	0.97	0.07	7.4	5.00	3.91	4.36	0.28	6.3
			0.22					0.94					4.29			
			0.23					1.02					4.37			
			0.23					1.05					4.54			
			0.26					0.90					4.73			
			0.24					1.04					4.32			
10	地虫硫磷	0.25	0.29	0.24	0.025	10.0	1.00	0.93	0.97	0.05	5.1	5.00	4.10	4.38	0.25	5.8
			0.22					0.92					4.36			
			0.23					1.02					4.23			
			0.23					0.96					4.69			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.26					0.95					4.70			
			0.24					1.04					4.23			
11	乙拌磷	0.25	0.21	0.19	0.01	6.5	1.00	0.71	0.73	0.02	3.0	5.00	3.66	3.61	0.05	1.4
			0.18					0.74					3.58			
			0.18					0.73					3.65			
			0.19					0.73					3.53			
			0.18					0.71					3.62			
			0.18					0.77					3.64			
12	异稻瘟净	0.25	0.29	0.25	0.02	9.8	1.00	0.93	0.97	0.05	5.0	5.00	3.94	4.24	0.25	5.9
			0.22					0.91					4.15			
			0.23					1.02					4.05			
			0.23					0.96					4.50			
			0.26					0.95					4.58			
			0.24					1.03					4.25			
13	除线磷	0.25	0.29	0.25	0.023	9.4	1.00	0.94	0.98	0.05	5.1	5.00	4.10	4.39	0.25	5.8
			0.22					0.92					4.33			
			0.23					1.03					4.20			
			0.23					0.97					4.66			
			0.26					0.96					4.74			
			0.24					1.05					4.33			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
14	久效磷	0.25	0.28	0.27	0.01	3.7	1.00	0.98	1.08	0.09	8.7	5.00	3.80	4.25	0.36	8.4
			0.27					0.97					4.07			
			0.28					1.16					4.27			
			0.26					1.17					4.42			
			0.28					1.04					4.84			
			0.26					1.16					4.11			
15	乐果	0.25	0.28	0.25	0.02	8.6	1.00	0.96	0.99	0.06	6.1	5.00	4.10	4.34	0.25	5.7
			0.22					0.90					4.19			
			0.24					1.03					4.16			
			0.23					0.98					4.60			
			0.26					0.98					4.69			
			0.25					1.07					4.29			
16	皮蝇磷	0.25	0.28	0.24	0.02	9.0	1.00	0.93	0.97	0.05	5.2	5.00	4.00	4.29	0.26	6.1
			0.22					0.91					4.21			
			0.23					1.01					4.09			
			0.23					0.96					4.56			
			0.26					0.96					4.65			
			0.24					1.05					4.19			
17	甲基立枯磷	0.25	0.28	0.25	0.020	8.2	1.00	0.94	0.98	0.05	5.3	5.00	4.09	4.36	0.24	5.6
			0.22					0.92					4.28			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.23					1.03					4.17			
			0.23					0.97					4.62			
			0.26					0.96					4.69			
			0.24					1.05					4.30			
18	毒死蜱	0.25	0.29	0.25	0.024	9.8	1.00	0.93	0.99	0.06	5.6	5.00	4.10	4.38	0.25	5.8
			0.23					0.93					4.31			
			0.23					1.03					4.16			
			0.23					0.98					4.63			
			0.26					0.98					4.74			
			0.25					1.07					4.32			
19	甲基对硫磷	0.25	0.29	0.25	0.03	10.3	1.00	0.90	0.96	0.05	5.7	5.00	4.07	4.33	0.26	5.9
			0.22					0.91					4.28			
			0.22					1.00					4.12			
			0.23					0.96					4.60			
			0.26					0.97					4.69			
			0.25					1.04					4.22			
20	倍硫磷	0.25	0.28	0.24	0.02	9.6	1.00	0.92	0.97	0.05	5.7	5.00	4.01	4.30	0.22	5.2
			0.22					0.91					4.25			
			0.23					1.02					4.14			
			0.23					0.95					4.51			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.26					0.94					4.61			
			0.24					1.04					4.28			
21	马拉硫磷	0.25	0.29	0.25	0.025	9.9	1.00	0.96	0.99	0.05	5.3	5.00	4.07	4.38	0.27	6.1
			0.22					0.93					4.29			
			0.23					1.04					4.15			
			0.23					0.99					4.65			
			0.26					0.98					4.74			
			0.25					1.07					4.36			
22	溴硫磷	0.25	0.29	0.25	0.02	9.4	1.00	0.94	0.98	0.05	5.5	5.00	4.03	4.28	0.27	6.3
			0.22					0.91					4.17			
			0.23					1.02					4.04			
			0.23					0.96					4.56			
			0.26					0.97					4.66			
			0.24					1.06					4.22			
23	杀螟硫磷	0.25	0.29	0.25	0.02	9.3	1.00	0.95	0.98	0.05	5.3	5.00	4.08	4.34	0.24	5.6
			0.23					0.92					4.28			
			0.24					1.03					4.13			
			0.23					0.97					4.60			
			0.26					0.97					4.67			
			0.25					1.06					4.27			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
24	对硫磷	0.25	0.29	0.25	0.02	9.3	1.00	0.94	0.98	0.05	5.2	5.00	4.13	4.39	0.24	5.5
			0.23					0.92					4.30			
			0.24					1.03					4.17			
			0.23					0.97					4.65			
			0.26					0.97					4.71			
			0.25					1.06					4.38			
25	育畜磷	0.25	0.29	0.25	0.02	9.2	1.00	0.95	0.99	0.06	5.8	5.00	4.21	4.41	0.20	4.6
			0.23					0.92					4.30			
			0.24					1.05					4.23			
			0.24					0.99					4.63			
			0.27					0.98					4.69			
			0.25					1.07					4.39			
26	水胺硫磷	0.25	0.29	0.25	0.02	8.7	1.00	0.97	1.01	0.06	6.0	5.00	4.08	4.30	0.23	5.4
			0.23					0.92					4.18			
			0.24					1.06					4.10			
			0.24					0.99					4.54			
			0.27					1.00					4.63			
			0.25					1.09					4.27			
27	稻丰散	0.25	0.30	0.25	0.03	11.0	1.00	0.94	0.98	0.06	6.1	5.00	3.99	4.35	0.30	6.9
			0.22					0.91					4.25			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.24					1.02					4.13			
			0.23					0.98					4.64			
			0.26					0.96					4.76			
			0.25					1.08					4.35			
28	甲拌磷砜	0.25	0.28	0.26	0.02	6.5	1.00	1.01	1.06	0.06	5.6	5.00	4.29	4.55	0.26	5.6
			0.24					0.98					4.44			
			0.25					1.10					4.32			
			0.25					1.06					4.84			
			0.28					1.05					4.88			
			0.27					1.15					4.52			
29	丙硫磷	0.25	0.28	0.25	0.022	8.9	1.00	0.94	0.99	0.05	5.4	5.00	4.09	4.34	0.24	5.6
			0.22					0.92					4.26			
			0.23					1.03					4.13			
			0.23					0.97					4.61			
			0.26					0.98					4.67			
			0.25					1.06					4.32			
30	脱叶磷	0.25	0.28	0.24	0.021	8.8	1.00	0.94	0.98	0.05	5.2	5.00	4.12	4.36	0.24	5.4
			0.22					0.92					4.26			
			0.23					1.03					4.15			
			0.23					0.97					4.61			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
			0.25					0.97					4.68			
			0.24					1.05					4.34			
31	杀虫畏	0.25	0.28	0.26	0.01	5.6	1.00	0.99	1.04	0.06	5.9	5.00	3.94	4.14	0.26	6.2
			0.24					0.96					4.06			
			0.25					1.09					3.89			
			0.26					1.03					4.39			
			0.28					1.03					4.51			
			0.27					1.13					4.02			
32	丙溴磷	0.25	0.30	0.26	0.02	8.8	1.00	0.96	1.00	0.06	5.7	5.00	3.97	4.18	0.24	5.7
			0.23					0.94					4.09			
			0.24					1.06					3.96			
			0.24					0.99					4.42			
			0.27					0.99					4.53			
			0.26					1.09					4.12			
33	地胺磷	0.25	0.29	0.26	0.02	7.1	1.00	1.02	1.06	0.08	7.1	5.00	4.29	4.43	0.22	5.0
			0.26					1.00					4.42			
			0.25					1.16					4.41			
			0.24					1.02					4.51			
			0.28					0.99					4.79			
			0.27					1.15					4.14			

序号	目标化合物	低浓度（mg/kg）					中浓度（mg/kg）					高浓度（mg/kg）				
		加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）	加标量	测定结果	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
34	三硫磷	0.25	0.29	0.25	0.023	9.1	1.00	0.94	0.98	0.05	5.5	5.00	4.07	4.31	0.23	5.4
			0.23					0.92					4.22			
			0.24					1.03					4.14			
			0.24					0.97					4.53			
			0.27					0.97					4.67			
			0.25					1.06					4.24			
35	三唑磷	0.25	0.28	0.27	0.02	5.7	1.00	1.01	1.06	0.06	5.8	5.00	5.10	5.05	0.24	4.7
			0.25					0.98					4.82			
			0.26					1.11					5.49			
			0.27					1.05					4.89			
			0.29					1.06					4.94			
			0.27					1.14					5.04			

1.5　方法正确度测试数据

分别称取 6 份 10.0 g 的空白石英砂、土壤样品和沉积物样品进行正确度测定。样品中均未检出目标化合物，分别按照低、中、高 3 种浓度进行加标，加标质量分数分别为：低浓度 0.25 mg/kg、中浓度 1.00 mg/kg、高浓度 5.00 mg/kg。加标后，按照本标准建立的方法体系进行样品提取、净化、定容，仪器分析。加标后，按照本标准建立的方法体系进行样品提取、净化、定容，仪器分析。分别计算各类型加标样品的平均值和加标回收率。对各验证实验室的数据进行汇总统计分析，计算加标回收率的均值及偏差。测试数据分别见表 1-34～表 1-51。

表 1-34　实验室 1 空白石英砂加标测试数据

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
1	敌敌畏	ND	0.25	0.24	95.6	91.4	1.00	0.88	88.4	92.9	5.00	4.36	87.2	83.3
		ND		0.22	89.5			0.92	91.6			4.17	83.4	
		ND		0.23	92.3			0.93	92.6			3.09	61.8	
		ND		0.22	88.5			0.92	92.5			4.43	88.6	
		ND		0.22	89.5			0.95	95.0			4.66	93.3	
		ND		0.23	92.9			0.97	97.0			4.28	85.6	
2	甲胺磷	ND	0.25	0.26	102	102	1.00	0.96	96.5	101	5.00	4.92	98.4	98.7
		ND		0.25	101			1.01	101			5.38	108	
		ND		0.26	104			1.01	101			4.62	92.5	
		ND		0.25	101			1.02	102			4.84	96.8	
		ND		0.26	102			1.04	104			4.95	99.1	
		ND		0.26	103			1.05	105			4.87	97.4	
3	速灭磷	ND	0.25	0.25	98.9	96.5	1.00	0.92	92.2	96.3	5.00	5.13	103	100
		ND		0.24	94.5			0.96	96.3			4.97	99.3	
		ND		0.24	98.0			0.96	95.7			4.50	90.0	
		ND		0.24	94.6			0.96	95.9			5.05	101	
		ND		0.24	96.6			0.98	98.2			5.29	106	
		ND		0.24	96.4			1.00	99.6			5.13	103	
4	内吸磷	ND	0.25	0.25	98.1	95.5	1.00	0.90	90.1	94.0	5.00	5.32	106	106
		ND		0.23	92.8			0.94	93.8			5.16	103	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.24	97.6			0.94	93.6			5.31	106	
		ND		0.23	93.7			0.93	93.3			5.17	103	
		ND		0.24	95.5			0.96	95.6			5.38	108	
		ND		0.24	95.4			0.97	97.4			5.35	107	
5	虫线磷	ND	0.25	0.24	97.1	94.4	1.00	0.90	89.7	93.4	5.00	5.27	105	103
		ND		0.23	92.1			0.93	93.5			5.07	101	
		ND		0.24	95.8			0.93	92.9			4.72	94.5	
		ND		0.23	92.7			0.93	92.7			5.15	103	
		ND		0.24	94.6			0.95	94.9			5.34	107	
		ND		0.24	94.1			0.97	96.7			5.26	105	
6	灭克磷	ND	0.25	0.24	96.9	94.2	1.00	0.95	94.9	98.3	5.00	5.33	107	104
		ND		0.23	92.1			0.99	98.5			5.11	102	
		ND		0.24	95.5			0.98	98.0			4.85	97.0	
		ND		0.23	92.4			0.98	97.5			5.18	104	
		ND		0.24	94.0			1.00	99.7			5.39	108	
		ND		0.24	94.1			1.01	101			5.34	107	
7	甲拌磷	ND	0.25	0.24	97.8	94.4	1.00	0.91	90.8	94.1	5.00	5.21	104	104
		ND		0.23	92.1			0.94	94.1			5.01	100	
		ND		0.24	95.8			0.94	93.8			5.44	109	
		ND		0.23	92.7			0.94	93.6			5.08	102	
		ND		0.23	93.7			0.95	95.4			5.31	106	
		ND		0.24	94.1			0.97	96.7			5.26	105	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
8	治螟磷	ND	0.25	0.25	99.7	96.7	1.00	0.93	93.0	96.4	5.00	5.25	105	103
		ND		0.24	94.4			0.96	96.5			5.15	103	
		ND		0.25	98.1			0.96	96.0			4.72	94.4	
		ND		0.24	94.6			0.96	95.7			5.17	104	
		ND		0.24	96.6			0.98	97.7			5.36	107	
		ND		0.24	96.6			0.99	99.3			5.28	106	
9	二嗪农	ND	0.25	0.24	97.2	95.1	1.00	0.91	91.3	94.8	5.00	5.32	106	106
		ND		0.23	92.9			0.95	94.8			5.22	104	
		ND		0.24	96.4			0.94	94.2			5.22	104	
		ND		0.23	93.1			0.94	94.2			5.22	104	
		ND		0.24	95.3			0.96	96.3			5.42	108	
		ND		0.24	95.5			0.98	98.1			5.43	109	
10	地虫硫磷	ND	0.25	0.25	98.8	94.1	1.00	0.92	91.7	95.3	5.00	5.24	105	106
		ND		0.23	91.3			0.95	95.4			5.12	103	
		ND		0.24	95.3			0.95	94.9			5.27	105	
		ND		0.23	92.0			0.95	94.6			5.14	103	
		ND		0.23	93.7			0.97	96.6			5.38	108	
		ND		0.23	93.6			0.98	98.3			5.54	111	
11	乙拌磷	ND	0.25	0.24	96.1	93.1	1.00	0.92	92.2	95.8	5.00	5.28	106	106
		ND		0.23	90.4			0.96	95.7			5.18	104	
		ND		0.24	94.8			0.95	95.3			5.11	102	
		ND		0.23	91.0			0.95	95.3			5.20	104	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.23	93.2			0.97	97.4			5.42	108	
		ND		0.23	93.1			0.99	99.0			5.56	111	
12	异稻瘟净	ND	0.25	0.26	103	102	1.00	0.94	94.2	98.1	5.00	5.55	111	109
		ND		0.25	99.1			0.98	98.0			5.39	108	
		ND		0.26	103			0.97	97.4			5.44	109	
		ND		0.25	99.3			0.97	97.3			5.33	107	
		ND		0.26	102			1.00	100.0			5.54	111	
		ND		0.25	102			1.02	102			5.58	112	
13	除线磷	ND	0.25	0.24	95.9	93.5	1.00	0.92	91.6	95.1	5.00	5.29	106	105
		ND		0.23	91.4			0.95	95.2			5.21	104	
		ND		0.24	94.9			0.95	94.6			4.96	99.2	
		ND		0.23	91.6			0.94	94.4			5.14	103	
		ND		0.23	93.8			0.96	96.5			5.35	107	
		ND		0.23	93.5			0.98	98.4			5.44	109	
14	久效磷	ND	0.25	0.33	130	126	1.00	1.03	103	108	5.00	5.59	112	107
		ND		0.34	137			1.07	107			5.49	110	
		ND		0.31	124			1.07	107			5.17	104	
		ND		0.30	118			1.07	107			5.19	104	
		ND		0.31	123			1.11	111			5.48	110	
		ND		0.31	124			1.10	110			5.30	106	
15	乐果	ND	0.25	0.25	101	99.9	1.00	0.94	94.3	98.7	5.00	5.49	110	107
		ND		0.24	97.5			0.98	97.8			5.41	108	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.25	102			0.99	99.2			5.30	106	
		ND		0.24	97.9			0.98	98.3			5.20	104	
		ND		0.25	100			1.01	101			5.42	108	
		ND		0.25	101			1.01	101			5.42	108	
16	皮蝇磷	ND	0.25	0.24	97.3	95.0	1.00	0.88	88.0	91.7	5.00	5.64	113	109
		ND		0.23	93.0			0.92	91.8			5.51	110	
		ND		0.24	96.0			0.91	91.0			5.43	109	
		ND		0.23	92.4			0.91	90.7			5.29	106	
		ND		0.24	95.6			0.93	93.4			5.37	107	
		ND		0.24	95.5			0.95	95.2			5.52	110	
17	甲基立枯磷	ND	0.25	0.24	97.8	95.2	1.00	0.90	90.1	93.9	5.00	5.74	115	109
		ND		0.23	92.8			0.94	93.5			5.68	114	
		ND		0.24	96.4			0.94	93.6			5.28	106	
		ND		0.23	93.3			0.93	93.2			5.36	107	
		ND		0.24	95.2			0.96	95.7			5.32	106	
		ND		0.24	95.4			0.97	97.2			5.38	108	
18	毒死蜱	ND	0.25	0.24	97.3	94.3	1.00	0.89	89.3	93.2	5.00	5.36	107	106
		ND		0.23	92.1			0.93	92.6			5.25	105	
		ND		0.24	94.8			0.93	92.9			5.33	107	
		ND		0.23	92.0			0.93	92.9			5.21	104	
		ND		0.24	95.3			0.94	94.2			5.40	108	
		ND		0.24	94.1			0.97	97.3			5.36	107	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
19	甲基对硫磷	ND	0.25	0.25	101	98.3	1.00	0.93	92.7	96.9	5.00	5.50	110	107
		ND		0.24	96.5			0.97	96.8			5.28	106	
		ND		0.25	99.2			0.97	96.5			5.32	106	
		ND		0.24	96.3			0.97	96.6			5.21	104	
		ND		0.25	100.0			0.98	98.2			5.40	108	
		ND		0.24	97.0			1.01	101			5.41	108	
20	倍硫磷	ND	0.25	0.24	97.3	95.1	1.00	0.90	90.0	93.5	5.00	5.39	108	107
		ND		0.23	92.5			0.94	93.5			5.31	106	
		ND		0.24	96.7			0.93	92.7			5.37	107	
		ND		0.23	93.1			0.93	92.8			5.24	105	
		ND		0.24	95.9			0.95	94.9			5.47	109	
		ND		0.24	95.3			0.97	96.9			5.43	109	
21	马拉硫磷	ND	0.25	0.25	102	99.5	1.00	0.92	92.1	95.7	5.00	5.35	107	106
		ND		0.24	96.9			0.95	95.2			5.22	104	
		ND		0.25	101			0.95	95.0			5.42	108	
		ND		0.24	97.7			0.95	95.2			5.17	104	
		ND		0.25	100			0.97	97.3			5.36	107	
		ND		0.25	98.9			0.99	99.3			5.34	107	
22	溴硫磷	ND	0.25	0.25	98.3	95.9	1.00	0.90	89.7	93.3	5.00	5.20	104	103
		ND		0.23	92.9			0.93	93.0			5.09	102	
		ND		0.24	97.3			0.93	92.6			5.15	103	
		ND		0.24	94.1			0.93	92.6			5.04	101	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.24	96.5			0.95	95.0			5.23	105	
		ND		0.24	96.1			0.97	96.9			5.20	104	
23	杀螟硫磷	ND	0.25	0.26	103	100	1.00	1.00	99.6	103	5.00	4.90	98.0	98.9
		ND		0.25	98.6			1.02	102			4.83	96.6	
		ND		0.25	102			1.02	102			5.14	103	
		ND		0.24	97.9			1.02	102			4.79	95.9	
		ND		0.26	102			1.04	104			5.09	102	
		ND		0.25	99.0			1.06	106			4.90	98.0	
24	对硫磷	ND	0.25	0.25	98.7	95.9	1.00	0.95	94.9	98.9	5.00	5.40	108	107
		ND		0.24	94.7			1.00	100			5.31	106	
		ND		0.24	96.7			0.98	98.1			5.29	106	
		ND		0.23	93.8			0.98	98.0			5.32	106	
		ND		0.24	96.8			1.00	100			5.46	109	
		ND		0.24	94.7			1.02	102			5.42	108	
25	育畜磷	ND	0.25	0.26	103	101	1.00	0.92	91.8	96.0	5.00	5.57	112	110
		ND		0.25	98.6			0.96	95.7			5.39	108	
		ND		0.25	102			0.95	95.2			5.47	109	
		ND		0.25	98.9			0.96	96.2			5.35	107	
		ND		0.25	101			0.98	98.3			5.60	112	
		ND		0.25	101			0.99	98.7			5.57	112	
26	水胺硫磷	ND	0.25	0.25	101	99.6	1.00	0.96	95.9	99.2	5.00	5.43	109	107
		ND		0.24	97.7			0.99	99.2			5.34	107	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.25	101			0.99	98.6			5.18	104	
		ND		0.24	96.6			0.98	98.4			5.25	105	
		ND		0.25	100			1.01	101			5.49	110	
		ND		0.25	101			1.02	102			5.44	109	
27	稻丰散	ND	0.25	0.25	98.4	97.2	1.00	0.94	93.6	96.8	5.00	5.35	107	106
		ND		0.24	95.2			0.96	96.3			5.16	103	
		ND		0.25	98.5			0.96	96.1			5.01	100	
		ND		0.24	95.6			0.97	96.8			5.27	105	
		ND		0.24	98.0			0.98	98.1			5.47	109	
		ND		0.24	97.6			1.00	99.8			5.40	108	
28	甲拌磷砜	ND	0.25	0.25	98.8	96.8	1.00	0.92	92.5	95.9	5.00	5.62	113	110
		ND		0.24	94.3			0.96	95.6			5.27	106	
		ND		0.25	98.2			0.95	95.3			5.48	110	
		ND		0.24	94.8			0.95	95.3			5.45	109	
		ND		0.24	97.2			0.97	97.3			5.67	113	
		ND		0.24	97.4			0.99	99.2			5.62	112	
29	丙硫磷	ND	0.25	0.24	97.8	95.6	1.00	0.91	91.0	94.4	5.00	5.69	114	112
		ND		0.23	93.1			0.94	94.2			5.31	106	
		ND		0.24	97.1			0.94	93.5			5.57	111	
		ND		0.23	93.9			0.94	93.5			5.53	111	
		ND		0.24	95.8			0.96	96.1			5.72	114	
		ND		0.24	96.0			0.98	97.8			5.69	114	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
30	脱叶磷	ND	0.25	0.25	101	98.7	1.00	0.94	94.4	98.1	5.00	5.80	116	113
		ND		0.24	95.6			0.98	97.7			5.26	105	
		ND		0.25	100			0.97	97.4			5.71	114	
		ND		0.24	96.9			0.97	97.5			5.60	112	
		ND		0.25	99.3			1.00	99.8			5.85	117	
		ND		0.25	99.5			1.02	102			5.78	116	
31	杀虫畏	ND	0.25	0.26	102	100	1.00	0.94	94.2	97.4	5.00	5.70	114	111
		ND		0.24	97.7			0.97	97.0			5.24	105	
		ND		0.25	102			0.96	96.4			5.51	110	
		ND		0.24	97.8			0.97	96.8			5.51	110	
		ND		0.25	101			1.00	99.6			5.65	113	
		ND		0.25	101			1.01	101			5.59	112	
32	丙溴磷	ND	0.25	0.25	99.6	97.5	1.00	0.95	94.6	98.1	5.00	5.79	116	111
		ND		0.24	95.1			0.98	97.9			5.36	107	
		ND		0.25	98.6			0.97	97.5			5.43	109	
		ND		0.24	95.6			0.97	97.1			5.55	111	
		ND		0.25	98.4			1.00	100.0			5.65	113	
		ND		0.24	97.5			1.01	101			5.57	112	
33	地胺磷	ND	0.25	0.26	105	105	1.00	0.96	95.6	100.0	5.00	5.52	110	110
		ND		0.26	103			0.99	99.3			5.58	112	
		ND		0.27	107			0.99	98.9			5.39	108	
		ND		0.26	102			1.00	99.5			5.29	106	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.26	106			1.03	103			5.64	113	
		ND		0.27	107			1.04	104			5.70	114	
34	三硫磷	ND	0.25	0.25	101	96.0	1.00	0.93	93.4	96.9	5.00	5.61	112	108
		ND		0.23	92.7			0.97	96.5			5.31	106	
		ND		0.24	96.7			0.96	96.0			5.33	107	
		ND		0.23	94.0			0.96	96.2			5.23	105	
		ND		0.24	96.0			0.99	98.9			5.49	110	
		ND		0.24	95.9			1.00	101			5.43	109	
35	三唑磷	ND	0.25	0.27	108	107	1.00	0.97	97.3	102	5.00	5.48	110	109
		ND		0.26	104			1.01	101			5.42	109	
		ND		0.27	110			1.00	100			5.38	108	
		ND		0.26	105			1.01	101			5.32	107	
		ND		0.27	108			1.04	104			5.58	112	
		ND		0.27	108			1.06	106			5.57	111	

表 1-35　实验室 2 空白石英砂加标测试数据

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
1	敌敌畏	ND	0.25	0.24	97.8	94.3	1.00	0.90	90.3	87.4	5.00	4.28	85.7	80.1
		ND		0.26	104			0.81	81.3			3.86	77.1	
		ND		0.22	88.6			0.88	88.3			3.96	79.1	
		ND		0.22	88.2			0.81	81.2			3.96	79.3	
		ND		0.22	89.3			0.90	90.2			3.95	79.0	
		ND		0.25	98.3			0.93	92.9			4.01	80.3	
2	甲胺磷	ND	0.25	0.23	93.0	92.3	1.00	0.90	90.2	87.5	5.00	4.63	92.6	82.2
		ND		0.26	104			0.84	84.1			4.08	81.6	
		ND		0.21	85.4			0.89	88.8			4.11	82.2	
		ND		0.22	86.2			0.79	79.0			3.84	76.8	
		ND		0.22	88.5			0.90	89.5			3.92	78.3	
		ND		0.24	96.4			0.94	93.6			4.09	81.9	
3	速灭磷	ND	0.25	0.25	99.0	97.0	1.00	0.90	90.5	88.4	5.00	4.50	89.9	79.8
		ND		0.27	107			0.85	84.7			3.98	79.6	
		ND		0.23	90.1			0.90	90.0			4.00	80.1	
		ND		0.23	90.9			0.80	80.2			3.76	75.3	
		ND		0.23	93.9			0.90	90.4			3.67	73.5	
		ND		0.25	101			0.94	94.3			4.03	80.5	
4	内吸磷	ND	0.25	0.25	101	98.4	1.00	0.91	90.7	88.5	5.00	4.75	94.9	85.4
		ND		0.27	108			0.85	84.6			4.17	83.5	
		ND		0.23	92.3			0.90	89.7			4.18	83.7	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.23	92.3			0.81	81.5			3.94	78.9	
		ND		0.24	94.3			0.91	90.9			4.33	86.5	
		ND		0.26	103			0.94	93.5			4.23	84.6	
5	虫线磷	ND	0.25	0.26	102	99.7	1.00	0.92	91.8	90.0	5.00	4.70	93.9	85.2
		ND		0.27	110			0.86	86.2			4.19	83.8	
		ND		0.23	93.0			0.92	92.0			4.20	84.0	
		ND		0.23	93.5			0.81	81.4			3.98	79.6	
		ND		0.24	95.7			0.93	92.6			4.23	84.5	
		ND		0.26	104			0.96	95.7			4.25	85.1	
6	灭克磷	ND	0.25	0.25	102	99.6	1.00	0.92	92.3	89.8	5.00	4.65	93.1	83.8
		ND		0.27	109			0.86	86.0			4.14	82.7	
		ND		0.23	93.0			0.92	91.6			4.13	82.6	
		ND		0.23	93.9			0.82	81.6			3.90	78.0	
		ND		0.24	95.2			0.92	92.3			4.18	83.6	
		ND		0.26	104			0.95	95.2			4.15	83.0	
7	甲拌磷	ND	0.25	0.25	101	98.9	1.00	0.92	91.6	89.2	5.00	4.65	93.0	84.1
		ND		0.27	108			0.85	85.5			4.12	82.4	
		ND		0.23	92.7			0.90	90.2			4.12	82.5	
		ND		0.23	93.1			0.82	81.6			3.87	77.5	
		ND		0.24	94.7			0.92	91.5			4.29	85.9	
		ND		0.26	104			0.95	94.5			4.15	83.0	
8	治螟磷	ND	0.25	0.26	103	100	1.00	0.95	95.5	92.8	5.00	4.70	94.1	84.2

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.27	110			0.89	88.7			4.15	83.0	
		ND		0.24	94.1			0.94	93.6			4.14	82.7	
		ND		0.24	94.3			0.85	84.9			3.89	77.7	
		ND		0.24	95.8			0.95	95.2			4.20	84.0	
		ND		0.26	104			0.99	98.7			4.17	83.5	
9	二嗪农	ND	0.25	0.26	103	102	1.00	0.93	93.3	90.1	5.00	4.88	97.7	86.5
		ND		0.28	112			0.86	85.9			4.24	84.9	
		ND		0.24	95.6			0.91	91.2			4.24	84.7	
		ND		0.24	94.7			0.83	82.7			3.99	79.8	
		ND		0.24	97.1			0.92	92.4			4.30	86.0	
		ND		0.27	107			0.95	95.1			4.28	85.6	
10	地虫硫磷	ND	0.25	0.26	105	101	1.00	0.94	94.1	89.5	5.00	4.82	96.4	85.4
		ND		0.28	111			0.85	85.5			4.20	83.9	
		ND		0.23	93.6			0.90	90.3			4.18	83.5	
		ND		0.24	94.1			0.82	81.6			3.95	79.0	
		ND		0.24	96.4			0.91	91.3			4.26	85.2	
		ND		0.27	106			0.94	94.3			4.22	84.3	
11	乙拌磷	ND	0.25	0.25	101	98.7	1.00	0.94	93.7	89.1	5.00	4.80	95.9	85.8
		ND		0.27	108			0.85	84.6			4.22	84.5	
		ND		0.23	92.3			0.89	89.4			4.20	84.1	
		ND		0.23	93.1			0.81	81.1			3.97	79.4	
		ND		0.24	94.4			0.92	92.2			4.29	85.8	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.26	103			0.93	93.4			4.26	85.2	
12	异稻瘟净	ND	0.25	0.25	98.2	96.2	1.00	0.90	90.4	88.2	5.00	4.71	94.2	84.2
		ND		0.27	107			0.85	84.5			4.14	82.9	
		ND		0.22	89.3			0.89	89.4			4.11	82.3	
		ND		0.23	90.9			0.80	80.0			3.87	77.5	
		ND		0.23	92.3			0.90	90.4			4.24	84.7	
		ND		0.25	99.3			0.95	94.5			4.16	83.3	
13	除线磷	ND	0.25	0.26	105	103	1.00	0.90	90.0	88.8	5.00	5.55	111	98.5
		ND		0.28	113			0.86	85.6			4.82	96.4	
		ND		0.24	97.0			0.90	90.1			4.80	96.0	
		ND		0.24	97.9			0.83	83.2			4.48	89.6	
		ND		0.25	99.4			0.90	90.0			4.96	99.3	
		ND		0.27	107			0.94	94.1			4.94	98.7	
14	久效磷	ND	0.25	0.26	103	101	1.00	0.88	88.0	88.5	5.00	4.60	92.1	81.0
		ND		0.31	124			0.84	84.5			3.99	79.8	
		ND		0.22	88.1			0.91	90.9			3.98	79.7	
		ND		0.23	90.5			0.82	81.9			3.75	74.9	
		ND		0.23	92.3			0.88	88.2			3.96	79.3	
		ND		0.27	107			0.97	97.3			4.01	80.3	
15	乐果	ND	0.25	0.25	99.3	98.7	1.00	0.90	90.4	89.8	5.00	4.83	96.5	86.1
		ND		0.27	109			0.86	86.3			4.23	84.6	
		ND		0.23	91.7			0.93	92.5			4.22	84.4	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.23	92.1			0.82	82.4			3.97	79.4	
		ND		0.24	97.7			0.90	89.9			4.32	86.3	
		ND		0.26	102			0.97	97.4			4.27	85.5	
16	皮蝇磷	ND	0.25	0.25	100	98.5	1.00	0.89	89.5	87.6	5.00	5.49	110	96.5
		ND		0.27	109			0.83	82.9			4.70	93.9	
		ND		0.23	93.2			0.88	88.4			4.64	92.7	
		ND		0.23	92.8			0.82	81.9			4.33	86.6	
		ND		0.23	93.9			0.89	89.2			4.97	99.4	
		ND		0.26	102			0.94	93.9			4.83	96.6	
17	甲基立枯磷	ND	0.25	0.26	104	103	1.00	0.91	90.8	89.7	5.00	5.56	111	98.8
		ND		0.28	112			0.86	85.9			4.82	96.3	
		ND		0.24	95.5			0.91	91.5			4.81	96.2	
		ND		0.24	96.5			0.84	84.0			4.49	89.7	
		ND		0.25	98.7			0.91	90.9			5.00	100	
		ND		0.27	107			0.95	95.1			4.95	99.0	
18	毒死蜱	ND	0.25	0.26	104	101	1.00	0.91	91.3	88.7	5.00	5.60	112	99.9
		ND		0.28	112			0.85	84.9			4.88	97.6	
		ND		0.24	94.9			0.89	89.3			4.84	96.8	
		ND		0.24	95.1			0.82	82.4			4.52	90.4	
		ND		0.24	96.6			0.91	90.6			5.10	102	
		ND		0.27	106			0.93	93.4			5.04	101	
19	甲基对硫磷	ND	0.25	0.26	106	105	1.00	0.94	94.1	90.4	5.00	4.76	95.3	85.6

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.29	114			0.86	86.3			4.25	85.0	
		ND		0.25	98.3			0.92	91.5			4.17	83.4	
		ND		0.25	101			0.83	82.6			3.93	78.6	
		ND		0.25	101			0.92	92.0			4.31	86.3	
		ND		0.27	108			0.96	95.6			4.25	85.1	
20	倍硫磷	ND	0.25	0.25	102	100	1.00	0.92	91.6	88.7	5.00	4.73	94.5	86.0
		ND		0.28	111			0.85	85.3			4.26	85.2	
		ND		0.23	93.0			0.90	89.7			4.23	84.6	
		ND		0.24	94.1			0.80	80.3			3.96	79.2	
		ND		0.24	96.5			0.91	91.1			4.33	86.7	
		ND		0.26	105			0.94	94.0			4.30	86.0	
21	马拉硫磷	ND	0.25	0.25	100	98.2	1.00	0.93	92.9	89.6	5.00	4.78	95.6	86.1
		ND		0.27	109			0.85	84.6			4.24	84.8	
		ND		0.23	90.6			0.91	91.3			4.18	83.7	
		ND		0.22	89.4			0.81	80.6			3.91	78.3	
		ND		0.24	95.2			0.92	91.6			4.37	87.4	
		ND		0.26	104			0.96	96.4			4.33	86.6	
22	溴硫磷	ND	0.25	0.25	99.3	97.9	1.00	0.90	90.1	87.2	5.00	5.28	106	93.6
		ND		0.27	109			0.83	82.8			4.56	91.1	
		ND		0.23	92.4			0.88	87.6			4.53	90.6	
		ND		0.23	91.1			0.80	80.3			4.21	84.1	
		ND		0.23	93.7			0.89	89.2			4.81	96.2	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.26	102			0.93	93.0			4.69	93.7	
23	杀螟硫磷	ND	0.25	0.26	104	103	1.00	0.94	93.5	89.3	5.00	4.78	95.6	86.1
		ND		0.28	113			0.84	83.8			4.27	85.4	
		ND		0.24	95.6			0.90	89.6			4.20	84.0	
		ND		0.25	99.8			0.80	79.8			3.92	78.4	
		ND		0.25	99.5			0.92	91.8			4.35	87.1	
		ND		0.26	106			0.97	97.1			4.31	86.2	
24	对硫磷	ND	0.25	0.26	106	106	1.00	0.94	93.7	90.4	5.00	4.79	95.9	87.2
		ND		0.29	115			0.86	85.8			4.36	87.1	
		ND		0.25	98.0			0.91	91.1			4.28	85.6	
		ND		0.25	101			0.82	81.7			3.99	79.9	
		ND		0.25	102			0.94	93.5			4.38	87.7	
		ND		0.28	112			0.97	96.7			4.36	87.2	
25	育畜磷	ND	0.25	0.25	98.9	97.7	1.00	0.93	92.6	89.4	5.00	4.66	93.2	85.5
		ND		0.27	110			0.84	84.5			4.29	85.8	
		ND		0.23	90.5			0.91	91.2			4.28	85.6	
		ND		0.23	92.3			0.82	81.6			3.99	79.7	
		ND		0.23	93.0			0.91	91.0			4.23	84.5	
		ND		0.25	102			0.95	95.4			4.20	84.1	
26	水胺硫磷	ND	0.25	0.24	97.5	95.3	1.00	0.90	90.5	87.9	5.00	5.33	107	93.9
		ND		0.27	107			0.84	84.3			4.58	91.6	
		ND		0.22	88.9			0.89	88.5			4.52	90.5	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.22	88.6			0.80	80.2			4.20	83.9	
		ND		0.23	91.4			0.90	90.3			4.80	96.0	
		ND		0.25	98.2			0.94	93.6			4.73	94.7	
27	稻丰散	ND	0.25	0.26	102	102	1.00	0.94	94.3	90.6	5.00	4.86	97.1	88.3
		ND		0.28	112			0.86	86.0			4.41	88.2	
		ND		0.24	95.5			0.92	92.0			4.31	86.3	
		ND		0.24	96.7			0.82	82.3			4.03	80.6	
		ND		0.24	97.4			0.93	92.7			4.46	89.2	
		ND		0.26	105			0.96	96.2			4.42	88.3	
28	甲拌磷砜	ND	0.25	0.25	98.1	98.1	1.00	0.93	93.0	88.8	5.00	4.96	99.3	89.6
		ND		0.27	107			0.84	84.1			4.47	89.4	
		ND		0.23	93.6			0.91	90.6			4.37	87.3	
		ND		0.24	94.0			0.81	80.7			4.10	81.9	
		ND		0.24	95.0			0.91	90.5			4.48	89.7	
		ND		0.25	101			0.94	93.7			4.51	90.2	
29	丙硫磷	ND	0.25	0.25	102	101	1.00	0.91	91.5	88.4	5.00	5.63	113	100.0
		ND		0.28	111			0.85	84.5			4.92	98.4	
		ND		0.24	94.7			0.91	90.9			4.87	97.3	
		ND		0.24	94.7			0.81	80.6			4.51	90.2	
		ND		0.25	99.2			0.90	89.8			5.06	101	
		ND		0.26	105			0.93	92.8			5.03	101	
30	脱叶磷	ND	0.25	0.25	101	101	1.00	0.95	94.7	89.8	5.00	4.95	99.0	89.3

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.28	111			0.85	84.7			4.46	89.2	
		ND		0.24	94.4			0.93	93.4			4.36	87.2	
		ND		0.24	94.3			0.81	80.6			4.12	82.4	
		ND		0.24	97.4			0.91	91.1			4.44	88.9	
		ND		0.26	105			0.94	94.2			4.47	89.3	
31	杀虫畏	ND	0.25	0.25	99.1	97.1	1.00	0.90	90.0	86.8	5.00	5.75	115	99.8
		ND		0.28	111			0.82	82.0			4.94	98.9	
		ND		0.22	89.0			0.89	88.9			4.85	97.0	
		ND		0.23	90.5			0.79	79.5			4.44	88.8	
		ND		0.23	93.5			0.88	88.3			5.00	100.0	
		ND		0.25	100.0			0.92	92.0			4.96	99.1	
32	丙溴磷	ND	0.25	0.25	102	98.9	1.00	0.92	91.8	88.6	5.00	5.68	114	99.9
		ND		0.28	112			0.84	84.3			4.96	99.2	
		ND		0.23	90.2			0.90	90.0			4.84	96.8	
		ND		0.23	93.0			0.81	81.1			4.51	90.2	
		ND		0.24	95.4			0.90	90.3			4.96	99.3	
		ND		0.25	102			0.94	93.8			5.00	99.9	
33	地胺磷	ND	0.25	0.25	99.0	94.6	1.00	0.90	90.1	88.9	5.00	4.74	94.8	84.2
		ND		0.27	109			0.84	84.3			4.12	82.4	
		ND		0.21	84.3			0.91	91.1			4.11	82.1	
		ND		0.21	85.7			0.79	78.9			3.88	77.6	
		ND		0.23	91.1			0.92	91.8			4.23	84.6	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.25	98.6			0.97	97.4			4.18	83.7	
34	三硫磷	ND	0.25	0.25	101	100	1.00	0.91	91.1	88.5	5.00	5.25	105	93.9
		ND		0.28	111			0.84	84.3			4.62	92.4	
		ND		0.23	93.7			0.89	89.0			4.58	91.6	
		ND		0.23	93.9			0.82	81.7			4.26	85.2	
		ND		0.24	96.2			0.90	90.2			4.78	95.6	
		ND		0.26	105			0.94	94.4			4.69	93.8	
35	三唑磷	ND	0.25	0.24	96.3	95.3	1.00	0.92	92.1	89.0	5.00	4.72	94.4	85.0
		ND		0.27	107			0.84	84.2			4.18	83.6	
		ND		0.22	88.7			0.90	90.1			4.17	83.3	
		ND		0.22	88.5			0.80	80.1			3.91	78.2	
		ND		0.23	91.7			0.91	91.4			4.30	86.0	
		ND		0.25	99.5			0.96	96.2			4.23	84.5	

表 1-36　实验室 3 空白石英砂加标测试数据

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
1	敌敌畏	ND	0.25	0.24	97.9	92.3	1.00	0.79	79.3	84.2	5.00	3.86	77.2	77.4
		ND		0.22	89.3			0.87	87.3			4.24	84.7	
		ND		0.24	97.0			0.85	84.6			3.65	73.1	
		ND		0.25	98.1			0.81	81.1			3.66	73.1	
		ND		0.20	81.0			0.86	85.7			3.79	75.8	
		ND		0.23	90.3			0.87	87.4			4.02	80.4	
2	甲胺磷	ND	0.25	0.24	95.3	91.5	1.00	0.87	87.2	92.4	5.00	4.77	95.5	94.5
		ND		0.22	88.1			0.95	95.3			4.71	94.3	
		ND		0.23	93.8			0.95	94.5			4.62	92.5	
		ND		0.24	95.5			0.88	87.9			4.61	92.3	
		ND		0.23	90.2			0.95	95.4			4.71	94.2	
		ND		0.22	86.3			0.94	94.3			4.90	98.1	
3	速灭磷	ND	0.25	0.26	103	108	1.00	0.80	80.1	84.7	5.00	4.74	94.8	93.6
		ND		0.30	119			0.86	86.3			4.70	94.0	
		ND		0.26	103			0.86	86.0			4.54	90.9	
		ND		0.26	105			0.81	81.4			4.55	91.0	
		ND		0.27	107			0.87	87.3			4.68	93.5	
		ND		0.28	113			0.87	87.2			4.87	97.4	
4	内吸磷	ND	0.25	0.27	110	109	1.00	0.91	91.1	95.9	5.00	4.82	96.4	97.0
		ND		0.29	114			0.98	97.9			5.22	105	
		ND		0.27	108			0.98	98.2			4.66	93.1	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.28	110			0.91	91.1			4.66	93.2	
		ND		0.28	113			0.99	98.9			4.75	95.0	
		ND		0.25	99.9			0.98	98.0			4.98	99.6	
5	虫线磷	ND	0.25	0.28	114	114	1.00	0.98	98.4	103	5.00	5.58	112	112
		ND		0.30	120			1.05	105			6.06	121	
		ND		0.28	111			1.05	105			5.34	107	
		ND		0.29	115			0.98	98.3			5.34	107	
		ND		0.30	118			1.06	106			5.51	110	
		ND		0.26	104			1.05	105			5.74	115	
6	灭克磷	ND	0.25	0.30	119	118	1.00	0.89	89.3	93.8	5.00	4.98	99.7	100
		ND		0.32	126			0.96	95.7			5.40	108	
		ND		0.29	117			0.96	95.7			4.78	95.7	
		ND		0.29	118			0.90	89.6			4.78	95.6	
		ND		0.31	124			0.97	96.7			4.93	98.6	
		ND		0.27	107			0.96	96.0			5.14	103	
7	甲拌磷	ND	0.25	0.29	114	114	1.00	0.99	98.7	104	5.00	5.66	113	114
		ND		0.30	121			1.06	106			6.15	123	
		ND		0.28	112			1.06	106			5.40	108	
		ND		0.29	116			0.99	99.0			5.42	108	
		ND		0.30	119			1.07	107			5.58	112	
		ND		0.26	105			1.06	106			5.84	117	
8	治螟磷	ND	0.25	0.30	120	119	1.00	0.93	92.9	97.3	5.00	5.03	101	102

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.32	126			0.99	98.9			5.46	109	
		ND		0.29	117			0.99	99.4			4.90	98.0	
		ND		0.30	119			0.93	92.6			4.90	98.1	
		ND		0.31	124			1.00	100			4.98	99.6	
		ND		0.27	108			0.99	99.3			5.19	104	
9	二嗪农	ND	0.25	0.28	114	114	1.00	0.97	97.2	102	5.00	5.96	119	121
		ND		0.30	120			1.03	103			6.44	129	
		ND		0.28	111			1.04	104			5.90	118	
		ND		0.29	115			0.97	96.7			5.83	117	
		ND		0.30	118			1.05	105			5.96	119	
		ND		0.26	104			1.04	104			6.27	125	
10	地虫硫磷	ND	0.25	0.28	114	113	1.00	0.95	95.3	99.9	5.00	4.77	95.3	95.7
		ND		0.30	120			1.01	102			5.16	103	
		ND		0.28	111			1.02	102			4.59	91.8	
		ND		0.28	114			0.95	95.3			4.62	92.3	
		ND		0.29	118			1.03	103			4.69	93.8	
		ND		0.26	103			1.02	102			4.90	98.0	
11	乙拌磷	ND	0.25	0.29	115	115	1.00	0.89	89.4	93.9	5.00	5.13	103	103
		ND		0.31	123			0.96	95.5			5.56	111	
		ND		0.28	113			0.96	96.1			4.96	99.2	
		ND		0.28	113			0.89	89.3			4.99	99.8	
		ND		0.30	121			0.97	97.1			5.07	101	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.26	104			0.96	95.9			5.29	106	
12	异稻瘟净	ND	0.25	0.28	114	113	1.00	0.79	78.6	78.1	5.00	4.89	97.9	98.1
		ND		0.30	118			0.76	75.9			4.81	96.2	
		ND		0.27	110			0.76	76.2			4.73	94.6	
		ND		0.29	115			0.74	73.8			4.79	95.8	
		ND		0.29	117			0.81	80.9			4.94	98.9	
		ND		0.26	104			0.83	83.0			5.25	105	
13	除线磷	ND	0.25	0.28	114	114	1.00	0.98	98.3	103	5.00	5.50	110	110
		ND		0.30	120			1.05	105			5.63	113	
		ND		0.28	111			1.06	106			5.34	107	
		ND		0.29	115			0.98	98.2			5.36	107	
		ND		0.30	118			1.07	107			5.42	108	
		ND		0.26	104			1.06	106			5.67	114	
14	久效磷	ND	0.25	0.29	118	116	1.00	0.90	89.8	94.5	5.00	4.67	93.4	93.3
		ND		0.30	119			0.96	95.8			4.42	88.5	
		ND		0.28	112			0.96	96.3			4.63	92.5	
		ND		0.31	124			0.89	89.1			4.67	93.4	
		ND		0.30	119			0.98	98.1			4.70	94.1	
		ND		0.26	102			0.98	98.0			4.91	98.1	
15	乐果	ND	0.25	0.29	114	114	1.00	0.89	89.3	93.6	5.00	4.80	96.0	97.0
		ND		0.30	119			0.95	95.4			5.09	102	
		ND		0.28	111			0.96	95.7			4.73	94.5	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.29	115			0.89	88.6			4.75	95.0	
		ND		0.30	119			0.97	96.7			4.76	95.1	
		ND		0.26	103			0.96	95.6			4.99	99.7	
16	皮蝇磷	ND	0.25	0.28	112	112	1.00	0.97	96.8	101	5.00	5.06	101	103
		ND		0.30	119			1.03	103			5.46	109	
		ND		0.27	109			1.03	103			5.02	100	
		ND		0.29	114			0.96	96.1			5.03	101	
		ND		0.29	117			1.04	104			5.01	100	
		ND		0.26	103			1.04	104			5.21	104	
17	甲基立枯磷	ND	0.25	0.28	112	114	1.00	0.91	91.5	97.8	5.00	4.28	85.6	85.1
		ND		0.30	118			1.03	103			4.23	84.6	
		ND		0.29	117			0.98	97.6			4.18	83.6	
		ND		0.28	112			0.97	97.1			4.20	84.0	
		ND		0.31	126			0.99	99.0			4.23	84.5	
		ND		0.25	101			0.98	98.0			4.43	88.5	
18	毒死蜱	ND	0.25	0.28	113	112	1.00	0.92	92.1	96.3	5.00	5.16	103	104
		ND		0.30	118			0.98	97.5			5.60	112	
		ND		0.28	110			0.99	98.7			5.07	101	
		ND		0.28	113			0.92	91.5			5.08	102	
		ND		0.29	117			1.00	99.5			5.09	102	
		ND		0.26	103			0.98	98.2			5.32	106	
19	甲基对硫磷	ND	0.25	0.28	112	111	1.00	0.85	84.7	94.4	5.00	4.34	86.8	90.8

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.28	114			1.01	101			5.12	102	
		ND		0.28	113			0.93	92.5			4.31	86.2	
		ND		0.26	105			0.93	93.4			4.69	93.9	
		ND		0.31	122			0.98	97.5			4.29	85.7	
		ND		0.25	101			0.97	96.8			4.48	89.7	
20	倍硫磷	ND	0.25	0.28	113	112	1.00	1.04	104	109	5.00	5.70	114	116
		ND		0.30	118			1.11	111			6.18	124	
		ND		0.27	109			1.12	112			5.62	112	
		ND		0.28	113			1.03	103			5.60	112	
		ND		0.29	117			1.13	113			5.67	113	
		ND		0.26	103			1.11	111			5.91	118	
21	马拉硫磷	ND	0.25	0.28	112	114	1.00	0.91	90.7	90.0	5.00	5.24	105	106
		ND		0.31	123			0.88	87.6			5.65	113	
		ND		0.27	107			0.95	95.2			5.09	102	
		ND		0.31	122			0.83	82.8			5.16	103	
		ND		0.28	113			0.93	92.6			5.15	103	
		ND		0.26	103			0.91	91.3			5.43	109	
22	溴硫磷	ND	0.25	0.27	110	111	1.00	0.95	94.8	96.2	5.00	5.19	104	106
		ND		0.29	116			0.97	96.8			5.54	111	
		ND		0.27	108			0.97	97.3			5.25	105	
		ND		0.29	117			0.91	90.6			5.15	103	
		ND		0.29	115			0.98	98.4			5.18	104	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.25	101			0.99	99.1			5.36	107	
23	杀螟硫磷	ND	0.25	0.27	109	107	1.00	0.82	81.6	86.3	5.00	5.25	105	107
		ND		0.29	115			0.87	86.8			5.68	114	
		ND		0.26	105			0.89	88.9			5.15	103	
		ND		0.26	106			0.82	82.3			5.24	105	
		ND		0.28	113			0.89	89.1			5.21	104	
		ND		0.24	96.3			0.89	88.8			5.48	110	
24	对硫磷	ND	0.25	0.28	112	109	1.00	0.77	76.7	85.7	5.00	4.70	94.0	93.4
		ND		0.28	114			0.92	91.7			4.41	88.2	
		ND		0.28	111			0.84	84.2			4.64	92.8	
		ND		0.26	104			0.85	84.7			4.76	95.2	
		ND		0.28	111			0.89	89.0			4.64	92.8	
		ND		0.25	100			0.88	87.6			4.87	97.3	
25	育畜磷	ND	0.25	0.29	115	114	1.00	0.98	98.2	105	5.00	5.53	111	113
		ND		0.30	119			1.07	107			5.92	118	
		ND		0.28	110			1.08	108			5.51	110	
		ND		0.29	117			1.00	99.9			5.60	112	
		ND		0.30	119			1.09	109			5.58	112	
		ND		0.26	103			1.07	107			5.75	115	
26	水胺硫磷	ND	0.25	0.30	118	117	1.00	0.93	93.0	95.4	5.00	5.49	110	109
		ND		0.31	123			0.96	96.1			5.70	114	
		ND		0.28	113			0.97	97.3			5.27	105	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.29	117			0.90	90.2			5.24	105	
		ND		0.30	121			0.99	98.9			5.30	106	
		ND		0.27	107			0.97	96.9			5.75	115	
27	稻丰散	ND	0.25	0.28	113	112	1.00	0.91	91.4	95.6	5.00	4.97	99.5	99.0
		ND		0.30	118			0.97	97.1			4.86	97.2	
		ND		0.27	109			0.98	97.8			4.89	97.8	
		ND		0.28	113			0.91	91.0			4.93	98.5	
		ND		0.29	118			0.99	98.8			4.91	98.2	
		ND		0.25	102			0.98	97.5			5.15	103	
28	甲拌磷砜	ND	0.25	0.28	111	110	1.00	0.92	92.0	96.2	5.00	5.15	103	104
		ND		0.29	117			0.98	97.6			5.38	108	
		ND		0.27	107			0.98	98.5			5.05	101	
		ND		0.28	112			0.91	91.4			5.09	102	
		ND		0.29	115			0.99	99.5			5.09	102	
		ND		0.25	101			0.98	98.0			5.34	107	
29	丙硫磷	ND	0.25	0.28	112	112	1.00	0.95	95.0	99.5	5.00	5.57	111	112
		ND		0.30	118			1.01	101			5.76	115	
		ND		0.27	109			1.02	102			5.44	109	
		ND		0.28	113			0.95	94.6			5.45	109	
		ND		0.29	117			1.03	103			5.50	110	
		ND		0.25	102			1.01	101			5.77	116	
30	脱叶磷	ND	0.25	0.28	112	110	1.00	0.95	94.9	99.9	5.00	5.04	101	102

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.29	118			1.01	101			5.23	105	
		ND		0.27	106			1.03	103			4.93	98.7	
		ND		0.28	111			0.95	95.0			5.17	103	
		ND		0.29	117			1.04	104			4.98	99.6	
		ND		0.24	95.3			1.02	102			5.23	105	
31	杀虫畏	ND	0.25	0.27	109	107	1.00	0.87	86.8	91.1	5.00	4.67	93.4	94.9
		ND		0.28	114			0.92	92.5			5.07	101	
		ND		0.26	106			0.93	93.1			4.61	92.2	
		ND		0.27	107			0.87	86.8			4.64	92.8	
		ND		0.28	113			0.94	94.3			4.63	92.5	
		ND		0.24	95.5			0.93	93.0			4.85	96.9	
32	丙溴磷	ND	0.25	0.26	105	101	1.00	0.76	75.5	79.1	5.00	4.71	94.3	93.1
		ND		0.27	109			0.80	80.0			4.39	87.9	
		ND		0.25	101			0.81	81.2			4.61	92.1	
		ND		0.25	98.3			0.75	75.1			4.64	92.8	
		ND		0.27	108			0.82	82.1			4.66	93.2	
		ND		0.21	82.5			0.81	80.8			4.91	98.1	
33	地胺磷	ND	0.25	0.26	105	101	1.00	0.76	76.4	80.5	5.00	5.71	114	119
		ND		0.27	109			0.81	81.4			6.01	120	
		ND		0.26	103			0.82	82.3			5.66	113	
		ND		0.25	98.5			0.77	76.9			5.92	119	
		ND		0.27	109			0.83	83.5			6.10	122	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.20	81.7			0.83	82.7			6.20	124	
34	三硫磷	ND	0.25	0.25	102	97.7	1.00	0.81	80.5	84.3	5.00	4.22	84.3	85.2
		ND		0.27	107			0.85	85.2			4.58	91.6	
		ND		0.25	99.0			0.86	86.4			4.14	82.7	
		ND		0.24	95.1			0.80	80.2			4.16	83.1	
		ND		0.26	106			0.87	87.5			4.14	82.9	
		ND		0.20	78.3			0.86	86.1			4.33	86.6	
35	三唑磷	ND	0.25	0.23	90.3	88.6	1.00	0.83	82.6	86.1	5.00	4.52	90.5	90.5
		ND		0.23	93.7			0.87	87.0			4.48	89.6	
		ND		0.22	88.0			0.87	87.3			4.47	89.4	
		ND		0.20	78.9			0.82	81.9			4.49	89.7	
		ND		0.24	94.0			0.89	89.3			4.48	89.6	
		ND		0.22	86.9			0.88	88.2			4.70	93.9	

表 1-37　实验室 4 空白石英砂加标测试数据

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
1	敌敌畏	ND	0.25	0.21	85.4	82.4	1.00	0.99	99.4	100	5.00	4.54	90.8	89.0
		ND		0.22	88.6			0.95	94.7			4.23	84.5	
		ND		0.19	77.3			0.98	98.3			4.47	89.4	
		ND		0.18	73.8			0.93	92.6			4.59	91.7	
		ND		0.21	82.4			1.11	111			4.41	88.3	
		ND		0.22	86.6			1.05	105			4.45	89.0	
2	甲胺磷	ND	0.25	0.21	83.6	90.3	1.00	0.94	93.9	99.5	5.00	4.58	91.6	94.1
		ND		0.25	100.0			0.98	97.8			4.63	92.6	
		ND		0.21	84.8			1.01	101			4.70	94.0	
		ND		0.22	87.2			0.96	95.7			4.71	94.1	
		ND		0.22	89.2			1.03	103			4.65	93.0	
		ND		0.24	96.8			1.05	105			4.96	99.1	
3	速灭磷	ND	0.25	0.22	89.2	91.7	1.00	0.97	97.3	104	5.00	4.37	87.4	89.6
		ND		0.25	99.6			1.05	106			4.40	88.0	
		ND		0.23	90.8			1.07	107			4.38	87.6	
		ND		0.21	84.8			1.01	101			4.42	88.5	
		ND		0.21	84.9			1.03	103			4.63	92.7	
		ND		0.25	101			1.09	109			4.67	93.4	
4	内吸磷	ND	0.25	0.21	84.5	81.3	1.00	0.90	90.2	96.6	5.00	4.46	89.2	89.1
		ND		0.17	69.4			0.89	89.3			4.37	87.5	
		ND		0.20	78.9			1.03	103			4.47	89.4	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.20	81.9			0.89	88.9			4.37	87.4	
		ND		0.21	82.6			1.01	101			4.41	88.3	
		ND		0.23	90.2			1.06	106			4.63	92.7	
5	虫线磷	ND	0.25	0.23	92.1	90.1	1.00	0.95	95.2	103	5.00	4.55	91.0	91.9
		ND		0.24	97.5			1.02	102			4.53	90.6	
		ND		0.20	81.9			1.05	105			4.58	91.7	
		ND		0.21	84.0			1.00	99.8			4.57	91.4	
		ND		0.21	84.8			1.07	107			4.52	90.4	
		ND		0.25	100			1.11	111			4.81	96.2	
6	灭克磷	ND	0.25	0.21	82.5	84.8	1.00	0.94	94.4	101	5.00	4.53	90.7	91.7
		ND		0.22	88.3			1.00	99.8			4.51	90.2	
		ND		0.20	80.2			1.02	102			4.58	91.6	
		ND		0.20	79.1			0.96	95.8			4.56	91.3	
		ND		0.21	85.0			1.04	104			4.51	90.2	
		ND		0.23	93.4			1.07	107			4.82	96.4	
7	甲拌磷	ND	0.25	0.22	89.2	87.4	1.00	0.96	96.4	103	5.00	4.53	90.6	91.4
		ND		0.24	97.6			1.01	101			4.50	90.1	
		ND		0.20	81.0			1.04	105			4.57	91.4	
		ND		0.20	78.5			0.99	99.4			4.53	90.6	
		ND		0.21	85.9			1.05	106			4.49	89.7	
		ND		0.23	92.0			1.09	109			4.79	95.8	
8	治螟磷	ND	0.25	0.23	90.6	92.0	1.00	0.98	97.6	104	5.00	4.65	93.1	94.3

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.26	103			1.02	102			4.66	93.2	
		ND		0.22	86.7			1.05	105			4.72	94.4	
		ND		0.21	85.5			1.00	99.8			4.68	93.6	
		ND		0.23	91.3			1.06	106			4.61	92.3	
		ND		0.24	95.2			1.10	110			4.95	98.9	
9	二嗪农	ND	0.25	0.23	91.0	94.4	1.00	0.98	98.3	105	5.00	4.69	93.8	95.6
		ND		0.25	98.5			1.04	104			4.76	95.1	
		ND		0.24	96.2			1.07	107			4.78	95.6	
		ND		0.21	86.0			1.00	100			4.75	95.1	
		ND		0.23	93.9			1.08	108			4.68	93.6	
		ND		0.25	101			1.12	112			5.02	101	
10	地虫硫磷	ND	0.25	0.23	93.3	90.3	1.00	1.00	99.7	105	5.00	4.62	92.5	94.1
		ND		0.23	93.7			1.05	105			4.66	93.2	
		ND		0.21	83.5			1.05	105			4.70	94.0	
		ND		0.20	80.1			1.02	103			4.68	93.6	
		ND		0.23	91.7			1.06	106			4.62	92.3	
		ND		0.25	99.7			1.11	111			4.94	98.8	
11	乙拌磷	ND	0.25	0.21	85.8	87.1	1.00	0.94	94.1	102	5.00	4.63	92.5	94.0
		ND		0.23	93.3			1.00	99.6			4.66	93.1	
		ND		0.21	85.6			1.04	104			4.71	94.1	
		ND		0.19	77.7			0.99	99.0			4.67	93.4	
		ND		0.21	82.8			1.05	105			4.60	92.1	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.24	97.2			1.09	109			4.95	99.0	
12	异稻瘟净	ND	0.25	0.24	94.9	91.0	1.00	1.01	101	109	5.00	4.02	80.4	83.0
		ND		0.24	94.6			1.06	106			4.12	82.5	
		ND		0.21	85.0			1.13	113			4.16	83.3	
		ND		0.22	86.7			1.04	104			4.13	82.7	
		ND		0.21	84.0			1.12	112			4.10	82.0	
		ND		0.25	101			1.17	117			4.37	87.3	
13	除线磷	ND	0.25	0.26	102	96.4	1.00	0.98	97.9	104	5.00	4.76	95.1	96.0
		ND		0.26	103			1.02	102			4.77	95.5	
		ND		0.23	92.9			1.07	107			4.78	95.7	
		ND		0.22	89.0			1.00	100			4.76	95.2	
		ND		0.23	93.5			1.07	107			4.68	93.6	
		ND		0.24	97.9			1.11	111			5.04	101	
14	久效磷	ND	0.25	0.22	86.2	93.5	1.00	0.95	95.2	100.0	5.00	4.29	85.8	91.9
		ND		0.25	99.7			0.98	98.3			4.65	93.0	
		ND		0.22	88.9			1.03	103			4.55	91.0	
		ND		0.23	91.7			0.95	95.4			4.62	92.4	
		ND		0.23	92.4			1.03	104			4.61	92.3	
		ND		0.26	102			1.05	105			4.84	96.8	
15	乐果	ND	0.25	0.22	86.2	86.1	1.00	0.98	98.2	103	5.00	4.59	91.7	94.9
		ND		0.22	89.7			1.00	99.9			4.76	95.2	
		ND		0.21	84.0			1.03	104			4.71	94.3	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.19	75.9			0.97	97.1			4.73	94.6	
		ND		0.21	82.5			1.07	107			4.68	93.7	
		ND		0.25	98.1			1.11	111			5.01	100	
16	皮蝇磷	ND	0.25	0.22	86.2	89.0	1.00	0.95	94.9	101	5.00	4.57	91.4	94.2
		ND		0.25	102			0.99	98.5			4.71	94.1	
		ND		0.22	87.0			1.03	103			4.70	94.1	
		ND		0.20	81.3			0.98	98.4			4.68	93.6	
		ND		0.21	85.3			1.03	103			4.65	93.0	
		ND		0.23	92.3			1.10	110			4.95	98.9	
17	甲基立枯磷	ND	0.25	0.22	89.8	92.2	1.00	0.95	94.6	103	5.00	4.71	94.2	95.8
		ND		0.25	98.5			1.02	102			4.78	95.6	
		ND		0.22	87.2			1.06	106			4.77	95.4	
		ND		0.22	88.9			0.99	99.1			4.76	95.2	
		ND		0.22	88.7			1.07	107			4.69	93.8	
		ND		0.25	99.8			1.10	110			5.04	101	
18	毒死蜱	ND	0.25	0.24	95.9	94.6	1.00	0.97	97.0	103	5.00	4.71	94.3	96.2
		ND		0.25	102			1.01	101			4.81	96.2	
		ND		0.23	91.8			1.06	106			4.79	95.8	
		ND		0.20	80.5			0.99	99.3			4.79	95.9	
		ND		0.24	96.0			1.06	106			4.70	94.0	
		ND		0.25	101			1.11	111			5.05	101	
19	甲基对硫磷	ND	0.25	0.23	92.3	92.2	1.00	0.94	94.4	101	5.00	4.55	91.1	93.7

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.25	100			0.99	98.6			4.70	94.1	
		ND		0.23	92.2			1.02	102			4.63	92.7	
		ND		0.21	84.6			0.98	98.2			4.66	93.3	
		ND		0.22	88.4			1.02	102			4.64	92.7	
		ND		0.24	95.3			1.10	110			4.92	98.5	
20	倍硫磷	ND	0.25	0.20	78.9	86.6	1.00	0.98	97.8	103	5.00	4.69	93.8	96.2
		ND		0.25	98.2			1.02	102			4.82	96.5	
		ND		0.20	79.5			1.05	105			4.81	96.1	
		ND		0.20	79.3			0.99	99.2			4.78	95.7	
		ND		0.21	85.3			1.06	106			4.69	93.9	
		ND		0.25	98.5			1.09	109			5.05	101	
21	马拉硫磷	ND	0.25	0.21	83.2	84.6	1.00	0.98	97.7	103	5.00	4.64	92.8	95.4
		ND		0.22	86.9			1.01	101			4.78	95.7	
		ND		0.19	77.3			1.04	104			4.74	94.8	
		ND		0.20	80.4			0.99	99.1			4.74	94.8	
		ND		0.22	86.2			1.04	105			4.69	93.9	
		ND		0.23	93.4			1.11	111			5.02	101	
22	溴硫磷	ND	0.25	0.21	83.4	89.1	1.00	0.95	94.8	101	5.00	4.57	91.4	94.6
		ND		0.23	91.9			0.98	98.4			4.74	94.7	
		ND		0.21	85.2			1.03	103			4.69	93.8	
		ND		0.21	83.2			0.97	97.5			4.71	94.2	
		ND		0.23	90.6			1.03	103			4.65	93.1	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.25	100			1.10	110			5.01	100	
23	杀螟硫磷	ND	0.25	0.19	77.8	81.4	1.00	0.97	96.9	103	5.00	4.62	92.5	94.8
		ND		0.20	80.7			1.01	101			4.78	95.6	
		ND		0.20	78.4			1.04	104			4.71	94.2	
		ND		0.19	76.4			0.99	99.0			4.68	93.6	
		ND		0.20	80.1			1.06	106			4.67	93.3	
		ND		0.24	95.1			1.10	110			4.98	99.6	
24	对硫磷	ND	0.25	0.24	97.4	91.6	1.00	1.00	99.9	105	5.00	4.64	92.9	95.3
		ND		0.24	95.7			1.04	104			4.77	95.3	
		ND		0.22	88.4			1.06	106			4.76	95.2	
		ND		0.21	83.0			1.01	101			4.74	94.9	
		ND		0.22	87.6			1.09	109			4.66	93.2	
		ND		0.24	97.6			1.12	113			5.01	100	
25	育畜磷	ND	0.25	0.24	94.5	92.8	1.00	0.97	96.6	103	5.00	4.68	93.7	95.8
		ND		0.25	101			1.01	101			4.78	95.6	
		ND		0.23	90.1			1.05	105			4.81	96.1	
		ND		0.21	85.5			0.99	99.5			4.78	95.6	
		ND		0.22	87.8			1.06	106			4.63	92.7	
		ND		0.24	98.0			1.09	109			5.04	101	
26	水胺硫磷	ND	0.25	0.21	84.2	90.9	1.00	0.98	98.3	103	5.00	4.74	94.8	97.9
		ND		0.25	101			1.00	99.9			4.94	98.9	
		ND		0.21	85.6			1.08	108			4.79	95.9	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.23	91.0			1.00	100			4.84	96.8	
		ND		0.23	90.6			1.03	103			4.92	98.4	
		ND		0.23	93.3			1.10	110			5.13	103	
27	稻丰散	ND	0.25	0.26	104	98.4	1.00	0.99	98.6	106	5.00	4.72	94.4	97.2
		ND		0.26	104			1.03	103			4.87	97.3	
		ND		0.24	95.4			1.07	107			4.84	96.9	
		ND		0.23	92.6			1.03	103			4.85	97.0	
		ND		0.23	93.4			1.08	108			4.76	95.3	
		ND		0.25	102			1.14	114			5.11	102	
28	甲拌磷砜	ND	0.25	0.23	93.4	93.0	1.00	0.97	96.9	103	5.00	4.72	94.3	95.9
		ND		0.24	97.1			1.02	102			4.77	95.5	
		ND		0.23	91.1			1.04	104			4.80	95.9	
		ND		0.21	83.0			0.98	97.5			4.77	95.5	
		ND		0.24	97.2			1.05	105			4.67	93.4	
		ND		0.24	96.1			1.09	110			5.03	101	
29	丙硫磷	ND	0.25	0.23	93.7	92.0	1.00	0.98	97.8	104	5.00	4.72	94.4	96.5
		ND		0.25	99.5			1.03	103			4.84	96.8	
		ND		0.21	84.8			1.06	106			4.82	96.4	
		ND		0.22	86.2			0.99	99.3			4.79	95.9	
		ND		0.23	90.5			1.07	107			4.72	94.3	
		ND		0.24	97.3			1.09	109			5.06	101	
30	脱叶磷	ND	0.25	0.21	84.6	87.6	1.00	0.98	98.3	101	5.00	4.68	93.6	96.4

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.23	92.9			1.01	101			4.82	96.4	
		ND		0.20	79.6			1.02	102			4.83	96.6	
		ND		0.21	82.3			0.97	97.4			4.79	95.9	
		ND		0.23	91.3			1.03	103			4.70	94.1	
		ND		0.24	94.9			1.04	104			5.07	102	
31	杀虫畏	ND	0.25	0.21	83.7	89.8	1.00	0.90	89.6	99.8	5.00	4.64	92.7	97.7
		ND		0.23	93.1			1.00	100			4.89	97.7	
		ND		0.20	81.0			1.05	105			4.79	95.8	
		ND		0.22	86.0			0.99	99.3			4.93	98.5	
		ND		0.25	98.2			0.99	98.9			4.85	97.0	
		ND		0.24	96.5			1.06	106			5.23	105	
32	丙溴磷	ND	0.25	0.21	82.7	88.1	1.00	0.99	98.8	104	5.00	4.66	93.2	95.5
		ND		0.22	89.2			1.04	104			4.75	95.1	
		ND		0.21	82.6			1.04	104			4.77	95.3	
		ND		0.21	85.5			0.98	97.6			4.77	95.4	
		ND		0.23	92.8			1.08	108			4.66	93.2	
		ND		0.24	95.9			1.09	109			5.03	101	
33	地胺磷	ND	0.25	0.22	88.1	94.3	1.00	1.03	103	108	5.00	4.72	94.3	96.0
		ND		0.25	102			1.07	107			4.84	96.7	
		ND		0.24	96.2			1.08	108			4.79	95.8	
		ND		0.22	87.9			1.02	102			4.81	96.1	
		ND		0.22	89.7			1.13	113			4.73	94.5	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.25	102			1.15	115			4.93	98.5	
34	三硫磷	ND	0.25	0.21	83.4	90.8	1.00	0.94	94.4	102	5.00	4.67	93.5	95.9
		ND		0.24	97.8			0.99	98.6			4.81	96.2	
		ND		0.22	86.5			1.05	105			4.78	95.7	
		ND		0.21	85.6			1.00	99.8			4.77	95.5	
		ND		0.22	89.8			1.04	104			4.66	93.2	
		ND		0.25	102			1.07	108			5.07	101	
35	三唑磷	ND	0.25	0.21	84.0	89.3	1.00	0.97	97.0	103	5.00	4.68	93.6	95.8
		ND		0.24	97.6			1.01	101			4.81	96.2	
		ND		0.22	89.2			1.06	106			4.78	95.6	
		ND		0.20	81.6			0.98	98.3			4.78	95.6	
		ND		0.21	85.6			1.06	106			4.67	93.4	
		ND		0.24	97.5			1.11	111			5.03	101	

表 1-38　实验室 5 空白石英砂加标测试数据

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
1	敌敌畏	ND	0.25	0.23	91.9	93.3	1.00	0.99	99.2	96.7	5.00	4.87	97.4	90.8
		ND		0.23	90.3			0.94	93.7			4.54	90.8	
		ND		0.22	86.0			0.99	99.4			4.49	89.8	
		ND		0.26	103			0.94	94.0			4.73	94.5	
		ND		0.25	98.0			1.00	99.6			4.44	88.9	
		ND		0.23	91.3			0.94	94.4			4.16	83.3	
2	甲胺磷	ND	0.25	0.24	94.5	101	1.00	1.04	104	104	5.00	5.24	105	100
		ND		0.25	101			1.00	100.0			5.14	103	
		ND		0.23	92.8			1.07	107			5.08	102	
		ND		0.27	109			1.01	101			5.15	103	
		ND		0.26	105			1.05	105			4.81	96.2	
		ND		0.25	100			1.06	106			4.64	92.8	
3	速灭磷	ND	0.25	0.22	89.9	94.4	1.00	1.01	101	100	5.00	5.05	101	95.2
		ND		0.23	92.9			0.97	97.1			4.86	97.2	
		ND		0.22	87.2			1.02	102			4.82	96.5	
		ND		0.26	103			0.96	95.9			4.88	97.7	
		ND		0.25	99.8			1.01	101			4.60	92.0	
		ND		0.23	93.7			1.03	104			4.33	86.6	
4	内吸磷	ND	0.25	0.24	96.1	103	1.00	1.09	109	107	5.00	5.31	106	99.9
		ND		0.25	101			1.03	103			5.14	103	
		ND		0.23	93.0			1.09	109			5.11	102	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.28	113			1.05	105			5.13	103	
		ND		0.27	108			1.08	108			4.71	94.1	
		ND		0.26	105			1.10	110			4.57	91.5	
5	虫线磷	ND	0.25	0.23	93.1	97.5	1.00	1.05	105	103	5.00	5.16	103	96.7
		ND		0.24	96.7			1.00	100			4.98	99.6	
		ND		0.23	90.2			1.06	106			4.95	99.0	
		ND		0.26	105			0.99	98.5			4.97	99.4	
		ND		0.26	103			1.04	104			4.61	92.2	
		ND		0.24	96.9			1.05	105			4.35	87.1	
6	灭克磷	ND	0.25	0.24	94.7	99.6	1.00	1.05	105	104	5.00	6.12	122	114
		ND		0.25	98.3			1.00	99.6			5.89	118	
		ND		0.23	91.0			1.06	106			5.90	118	
		ND		0.27	108			1.01	101			5.83	117	
		ND		0.26	105			1.05	105			5.40	108	
		ND		0.25	100			1.08	108			4.98	99.7	
7	甲拌磷	ND	0.25	0.23	91.9	96.4	1.00	1.05	105	103	5.00	5.49	110	102
		ND		0.24	96.7			0.99	98.7			5.30	106	
		ND		0.22	89.0			1.05	105			5.23	105	
		ND		0.26	104			0.98	98.4			5.27	105	
		ND		0.26	102			1.03	103			4.85	97.0	
		ND		0.24	94.7			1.05	105			4.56	91.2	
8	治螟磷	ND	0.25	0.23	93.7	100	1.00	1.10	110	108	5.00	5.69	114	107

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.25	99.3			1.04	104			5.60	112	
		ND		0.23	92.2			1.10	111			5.48	110	
		ND		0.27	110			1.05	105			5.50	110	
		ND		0.27	106			1.09	109			5.08	102	
		ND		0.25	101			1.09	110			4.86	97.3	
9	二嗪农	ND	0.25	0.24	96.1	103	1.00	1.16	116	114	5.00	5.61	112	106
		ND		0.26	103			1.08	108			5.43	109	
		ND		0.23	93.2			1.15	115			5.41	108	
		ND		0.29	114			1.13	113			5.42	109	
		ND		0.27	108			1.13	113			4.95	99.0	
		ND		0.26	106			1.16	116			4.82	96.5	
10	地虫硫磷	ND	0.25	0.24	94.1	101	1.00	1.08	108	107	5.00	6.09	122	115
		ND		0.25	101			1.04	104			6.00	120	
		ND		0.23	91.8			1.10	110			5.98	120	
		ND		0.27	110			1.04	104			5.94	119	
		ND		0.27	107			1.08	108			5.38	108	
		ND		0.25	101			1.09	110			5.16	103	
11	乙拌磷	ND	0.25	0.24	94.9	101	1.00	1.09	109	107	5.00	6.02	121	113
		ND		0.25	99.9			1.03	103			5.92	119	
		ND		0.23	92.0			1.09	109			5.82	117	
		ND		0.28	111			1.05	105			5.78	116	
		ND		0.27	107			1.06	106			5.27	105	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.25	101			1.09	109			5.02	101	
12	异稻瘟净	ND	0.25	0.24	95.9	104	1.00	1.17	117	115	5.00	5.41	108	101
		ND		0.25	102			1.11	111			5.17	103	
		ND		0.23	93.0			1.16	116			5.18	104	
		ND		0.29	115			1.13	113			5.21	104	
		ND		0.27	109			1.15	115			4.75	95.0	
		ND		0.27	107			1.16	116			4.68	93.6	
13	除线磷	ND	0.25	0.24	94.9	103	1.00	1.08	108	107	5.00	5.46	109	107
		ND		0.26	102			1.03	103			5.53	111	
		ND		0.23	92.2			1.09	109			5.56	111	
		ND		0.28	113			1.05	105			5.56	111	
		ND		0.27	108			1.06	107			5.07	101	
		ND		0.26	106			1.08	108			4.92	98.4	
14	久效磷	ND	0.25	0.23	93.1	101	1.00	1.17	117	113	5.00	5.13	103	103
		ND		0.25	98.9			1.07	107			5.31	106	
		ND		0.23	91.4			1.14	114			5.32	106	
		ND		0.28	112			1.11	111			5.42	108	
		ND		0.27	107			1.14	114			4.89	97.8	
		ND		0.26	105			1.12	112			4.67	93.4	
15	乐果	ND	0.25	0.24	95.9	103	1.00	1.12	112	109	5.00	5.56	111	112
		ND		0.25	101			1.05	105			5.73	115	
		ND		0.23	92.2			1.12	112			5.85	117	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.29	115			1.08	108			5.92	118	
		ND		0.27	108			1.08	108			5.38	108	
		ND		0.27	106			1.11	111			5.20	104	
16	皮蝇磷	ND	0.25	0.23	91.1	99.6	1.00	1.06	106	105	5.00	5.20	104	102
		ND		0.25	98.3			1.01	101			5.26	105	
		ND		0.22	89.8			1.06	106			5.25	105	
		ND		0.28	111			1.03	103			5.29	106	
		ND		0.27	106			1.06	106			4.87	97.4	
		ND		0.26	102			1.06	106			4.68	93.7	
17	甲基立枯磷	ND	0.25	0.24	95.9	103	1.00	1.08	108	107	5.00	5.48	110	108
		ND		0.25	102			1.04	104			5.60	112	
		ND		0.23	92.4			1.09	109			5.64	113	
		ND		0.28	112			1.06	106			5.64	113	
		ND		0.27	108			1.08	108			5.13	103	
		ND		0.27	107			1.08	108			4.99	99.8	
18	毒死蜱	ND	0.25	0.24	95.1	103	1.00	1.12	112	109	5.00	5.45	109	103
		ND		0.26	103			1.05	105			5.29	106	
		ND		0.24	94.0			1.11	111			5.25	105	
		ND		0.29	115			1.07	108			5.27	105	
		ND		0.27	108			1.08	109			4.79	95.7	
		ND		0.26	106			1.11	111			4.68	93.7	
19	甲基对硫磷	ND	0.25	0.23	91.9	100	1.00	1.08	108	106	5.00	5.18	104	97.8

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.25	99.5			1.02	102			5.09	102	
		ND		0.23	90.4			1.08	108			4.96	99.2	
		ND		0.28	111			1.04	105			5.00	100.0	
		ND		0.26	106			1.06	106			4.64	92.8	
		ND		0.26	103			1.07	107			4.46	89.2	
20	倍硫磷	ND	0.25	0.24	94.7	103	1.00	1.10	110	108	5.00	5.47	109	103
		ND		0.25	101			1.04	104			5.31	106	
		ND		0.23	92.8			1.10	110			5.27	106	
		ND		0.29	115			1.07	107			5.31	106	
		ND		0.27	109			1.08	108			4.79	95.8	
		ND		0.27	107			1.09	109			4.68	93.6	
21	马拉硫磷	ND	0.25	0.23	93.7	103	1.00	1.10	110	108	5.00	5.42	109	102
		ND		0.26	102			1.04	104			5.32	107	
		ND		0.23	92.4			1.12	112			5.25	105	
		ND		0.29	115			1.08	108			5.23	105	
		ND		0.27	110			1.09	109			4.71	94.1	
		ND		0.26	105			1.07	107			4.64	92.8	
22	溴硫磷	ND	0.25	0.23	92.1	101	1.00	1.03	103	103	5.00	5.23	105	100
		ND		0.25	98.9			0.99	99.0			5.19	104	
		ND		0.23	90.2			1.07	107			5.10	102	
		ND		0.28	112			1.02	102			5.22	104	
		ND		0.27	106			1.03	103			4.77	95.5	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.26	105			1.03	104			4.60	92.0	
23	杀螟硫磷	ND	0.25	0.23	93.7	102	1.00	1.03	103	103	5.00	5.21	104	98.8
		ND		0.25	102			0.97	97.2			5.10	102	
		ND		0.23	91.6			1.09	109			5.02	100	
		ND		0.28	113			1.04	104			5.06	101	
		ND		0.27	108			1.01	101			4.75	94.9	
		ND		0.26	106			1.01	101			4.51	90.2	
24	对硫磷	ND	0.25	0.24	94.5	103	1.00	1.11	111	109	5.00	5.31	106	99.9
		ND		0.25	101			1.08	108			5.13	103	
		ND		0.23	92.4			1.09	109			5.15	103	
		ND		0.28	114			1.06	106			5.14	103	
		ND		0.27	108			1.08	108			4.69	93.9	
		ND		0.26	106			1.09	109			4.55	91.0	
25	育畜磷	ND	0.25	0.24	97.5	106	1.00	1.15	115	111	5.00	5.38	108	101
		ND		0.26	105			1.06	106			5.15	103	
		ND		0.24	95.2			1.12	112			5.13	103	
		ND		0.29	118			1.10	110			5.26	105	
		ND		0.28	112			1.11	111			4.69	93.8	
		ND		0.27	109			1.11	111			4.55	91.1	
26	水胺硫磷	ND	0.25	0.23	93.1	103	1.00	1.17	117	112	5.00	5.76	115	107
		ND		0.25	99.7			1.08	108			5.48	110	
		ND		0.23	90.0			1.14	114			5.61	112	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.29	117			1.10	110			5.48	110	
		ND		0.27	110			1.11	111			4.86	97.1	
		ND		0.27	108			1.12	112			4.83	96.6	
27	稻丰散	ND	0.25	0.24	95.7	103	1.00	1.10	110	105	5.00	5.36	107	97.7
		ND		0.26	103			1.02	102			4.94	98.8	
		ND		0.23	93.0			1.04	104			5.01	100	
		ND		0.29	115			1.06	106			5.12	102	
		ND		0.27	109			1.03	103			4.51	90.2	
		ND		0.26	106			1.04	104			4.39	87.7	
28	甲拌磷砜	ND	0.25	0.24	95.7	104	1.00	1.13	113	109	5.00	5.73	115	106
		ND		0.26	103			1.05	105			5.51	110	
		ND		0.24	94.6			1.11	111			5.43	109	
		ND		0.29	115			1.08	108			5.46	109	
		ND		0.27	109			1.09	109			4.90	98.0	
		ND		0.27	108			1.09	109			4.75	95.0	
29	丙硫磷	ND	0.25	0.24	97.7	105	1.00	1.12	112	110	5.00	5.63	113	104
		ND		0.26	103			1.06	106			5.42	109	
		ND		0.24	94.6			1.12	112			5.36	107	
		ND		0.29	116			1.08	108			5.39	108	
		ND		0.28	110			1.09	109			4.72	94.4	
		ND		0.27	107			1.11	111			4.67	93.4	
30	脱叶磷	ND	0.25	0.24	96.1	103	1.00	1.11	111	112	5.00	5.88	118	109.1

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.25	101			1.09	109			5.58	112	
		ND		0.23	93.8			1.16	116			5.71	114	
		ND		0.29	115			1.10	110			5.73	115	
		ND		0.27	109			1.14	114			4.95	99.1	
		ND		0.26	104			1.14	114			4.89	97.7	
31	杀虫畏	ND	0.25	0.24	94.7	103	1.00	1.12	112	107	5.00	5.18	104	98.8
		ND		0.25	101			1.03	103			5.17	103	
		ND		0.23	91.4			1.09	109			5.04	101	
		ND		0.29	115			1.06	106			5.12	102	
		ND		0.28	111			1.08	108			4.66	93.2	
		ND		0.27	106			1.07	107			4.46	89.2	
32	丙溴磷	ND	0.25	0.24	95.9	106	1.00	1.15	115	111	5.00	5.76	115	106
		ND		0.26	103			1.07	107			5.45	109	
		ND		0.24	95.0			1.13	113			5.46	109	
		ND		0.29	118			1.10	110			5.52	110	
		ND		0.28	114			1.10	110			4.94	98.8	
		ND		0.28	112			1.11	111			4.66	93.1	
33	地胺磷	ND	0.25	0.23	90.5	101	1.00	1.17	117	112	5.00	5.61	112	104
		ND		0.24	97.3			1.08	108			5.31	106	
		ND		0.22	88.6			1.13	113			5.39	108	
		ND		0.29	115			1.11	111			5.41	108	
		ND		0.27	108			1.13	113			4.74	94.8	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.27	108			1.13	113			4.67	93.5	
34	三硫磷	ND	0.25	0.24	94.5	105	1.00	1.14	114	109	5.00	5.62	112	110
		ND		0.25	102			1.04	104			5.73	115	
		ND		0.23	93.2			1.10	110			5.75	115	
		ND		0.29	118			1.07	107			5.82	117	
		ND		0.28	112			1.08	108			5.08	102	
		ND		0.27	109			1.09	109			5.00	100	
35	三唑磷	ND	0.25	0.24	94.7	104	1.00	1.20	120	113	5.00	5.85	117	109
		ND		0.25	101			1.09	109			5.58	112	
		ND		0.23	91.4			1.15	115			5.70	114	
		ND		0.29	116			1.12	112			5.70	114	
		ND		0.28	111			1.12	112			4.97	99.3	
		ND		0.28	110			1.12	112			4.95	98.9	

表 1-39　实验室 6 空白石英砂加标测试数据

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
1	敌敌畏	ND	0.25	0.23	93.6	92.5	1.00	0.96	95.9	101	5.00	4.95	98.9	96.5
		ND		0.24	97.4			0.99	99.2			4.74	94.8	
		ND		0.24	97.0			0.99	99.3			4.75	95.1	
		ND		0.21	84.6			1.06	106			4.84	96.7	
		ND		0.22	86.6			1.00	99.8			4.78	95.5	
		ND		0.24	95.7			1.05	105			4.91	98.2	
2	甲胺磷	ND	0.25	0.27	107	103	1.00	1.00	100	109	5.00	5.15	103	101
		ND		0.28	111			1.13	113			4.93	98.7	
		ND		0.28	111			1.14	114			4.98	99.6	
		ND		0.22	88.0			1.12	112			5.34	107	
		ND		0.25	98.2			1.15	115			4.93	98.7	
		ND		0.26	105			0.98	98.1			5.04	101	
3	速灭磷	ND	0.25	0.25	98.2	95.8	1.00	0.96	95.5	105	5.00	5.11	102	101
		ND		0.26	102			1.07	107			4.92	98.3	
		ND		0.25	101			1.06	106			4.97	99.3	
		ND		0.22	86.8			1.07	107			5.31	106	
		ND		0.22	89.4			1.08	108			4.93	98.5	
		ND		0.24	96.7			1.09	109			5.05	101	
4	内吸磷	ND	0.25	0.26	103	99.2	1.00	0.98	97.6	109	5.00	5.03	101	99.3
		ND		0.26	105			1.12	112			4.85	97.1	
		ND		0.26	105			1.10	110			4.87	97.5	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.22	88.4			1.10	110			5.30	106	
		ND		0.24	94.0			1.11	111			4.78	95.5	
		ND		0.25	100			1.12	112			4.95	98.9	
5	虫线磷	ND	0.25	0.25	99.8	96.6	1.00	0.96	96.1	105	5.00	5.08	102	100
		ND		0.26	102			1.08	108			4.93	98.5	
		ND		0.26	103			1.06	106			4.90	98.0	
		ND		0.22	87.0			1.06	106			5.25	105	
		ND		0.23	90.2			1.07	107			4.83	96.6	
		ND		0.24	97.3			1.07	107			5.01	100	
6	灭克磷	ND	0.25	0.25	99.4	96.4	1.00	0.96	96.0	106	5.00	5.04	101	100
		ND		0.25	102			1.09	109			4.91	98.3	
		ND		0.25	102			1.06	106			4.94	98.7	
		ND		0.22	87.6			1.07	107			5.27	105	
		ND		0.23	90.2			1.08	108			4.88	97.6	
		ND		0.24	97.3			1.08	108			5.04	101	
7	甲拌磷	ND	0.25	0.24	97.8	95.2	1.00	0.94	94.1	103	5.00	5.06	101	99.2
		ND		0.25	101			1.05	106			4.82	96.4	
		ND		0.26	103			1.05	105			4.81	96.2	
		ND		0.21	84.6			0.98	98.4			5.28	106	
		ND		0.22	88.6			1.07	107			4.81	96.3	
		ND		0.24	95.5			1.08	108			4.97	99.5	
8	治螟磷	ND	0.25	0.26	102	99.2	1.00	0.97	96.9	106	5.00	5.10	102	101

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.26	105			1.08	108			4.95	99.1	
		ND		0.27	106			1.08	108			4.97	99.5	
		ND		0.22	88.0			1.03	103			5.31	106	
		ND		0.23	93.6			1.10	110			4.94	98.7	
		ND		0.25	99.9			1.11	111			5.05	101	
9	二嗪农	ND	0.25	0.26	105	101	1.00	0.98	98.3	110	5.00	5.13	103	102
		ND		0.27	106			1.13	113			4.98	99.6	
		ND		0.26	106			1.11	111			5.00	100	
		ND		0.23	90.4			1.11	111			5.35	107	
		ND		0.24	95.8			1.12	112			4.92	98.4	
		ND		0.26	102			1.13	113			5.07	101	
10	地虫硫磷	ND	0.25	0.26	103	98.9	1.00	0.97	97.1	107	5.00	5.05	101	99.7
		ND		0.26	105			1.10	110			4.91	98.1	
		ND		0.26	104			1.08	108			4.91	98.1	
		ND		0.22	88.8			1.08	108			5.26	105	
		ND		0.23	93.2			1.08	109			4.84	96.8	
		ND		0.25	100			1.10	110			4.97	99.3	
11	乙拌磷	ND	0.25	0.26	103	100	1.00	0.97	97.2	108	5.00	5.06	101	100
		ND		0.27	107			1.10	110			4.92	98.4	
		ND		0.26	105			1.09	109			4.95	99.0	
		ND		0.22	88.4			1.08	108			5.29	106	
		ND		0.24	96.4			1.09	110			4.86	97.3	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.26	102			1.11	111			5.04	101	
12	异稻瘟净	ND	0.25	0.26	105	102	1.00	1.00	100	111	5.00	5.15	103	102
		ND		0.27	108			1.15	115			5.02	100	
		ND		0.27	107			1.12	112			5.05	101	
		ND		0.22	90.0			1.12	112			5.41	108	
		ND		0.24	96.8			1.13	113			4.97	99.4	
		ND		0.26	103			1.14	114			5.11	102	
13	除线磷	ND	0.25	0.26	104	101	1.00	0.99	98.8	110	5.00	5.15	103	102
		ND		0.27	106			1.13	113			5.01	100	
		ND		0.26	105			1.10	110			5.03	101	
		ND		0.23	90.6			1.11	111			5.37	108	
		ND		0.24	95.4			1.11	111			4.91	98.1	
		ND		0.25	102			1.12	112			5.10	102	
14	久效磷	ND	0.25	0.27	109	104	1.00	1.01	101	113	5.00	5.09	102	102
		ND		0.28	111			1.18	118			5.03	101	
		ND		0.27	108			1.14	114			4.96	99.2	
		ND		0.22	89.6			1.16	116			5.39	108	
		ND		0.25	99.8			1.16	116			4.89	97.7	
		ND		0.26	106			1.13	113			5.11	102	
15	乐果	ND	0.25	0.26	105	102	1.00	0.99	99.0	111	5.00	5.13	103	102
		ND		0.27	107			1.15	115			5.07	102	
		ND		0.27	106			1.11	112			5.01	100	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.22	89.8			1.12	112			5.37	107	
		ND		0.24	97.2			1.14	114			4.93	98.5	
		ND		0.26	103			1.13	113			5.13	103	
16	皮蝇磷	ND	0.25	0.25	99.0	96.7	1.00	0.93	93.5	106	5.00	4.89	97.9	99.0
		ND		0.25	102			1.09	109			4.89	97.8	
		ND		0.25	101			1.06	107			4.84	96.8	
		ND		0.22	87.4			1.08	108			5.26	105	
		ND		0.23	91.4			1.10	110			4.78	95.6	
		ND		0.25	99.7			1.10	110			5.04	101	
17	甲基立枯磷	ND	0.25	0.26	104	101	1.00	0.98	98.5	110	5.00	5.12	103	101
		ND		0.27	106			1.14	114			4.96	99.2	
		ND		0.26	105			1.11	111			5.01	100	
		ND		0.23	90.6			1.12	112			5.31	106	
		ND		0.24	95.6			1.12	112			4.93	98.6	
		ND		0.26	102			1.13	113			5.07	101	
18	毒死蜱	ND	0.25	0.26	106	102	1.00	1.00	100	111	5.00	5.17	103	102
		ND		0.27	108			1.15	115			5.05	101	
		ND		0.27	106			1.12	112			5.03	101	
		ND		0.23	91.2			1.13	113			5.41	108	
		ND		0.24	96.8			1.13	113			4.94	98.7	
		ND		0.26	103			1.14	114			5.09	102	
19	甲基对硫磷	ND	0.25	0.26	103	99.4	1.00	0.96	96.5	109	5.00	5.01	100	100

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.26	105			1.12	113			4.93	98.5	
		ND		0.26	103			1.09	109			4.90	98.0	
		ND		0.22	89.2			1.11	111			5.30	106	
		ND		0.24	94.8			1.11	112			4.84	96.7	
		ND		0.25	102			1.12	112			5.02	100	
20	倍硫磷	ND	0.25	0.26	106	102	1.00	1.00	100	111	5.00	5.11	102	102
		ND		0.27	108			1.15	115			5.03	101	
		ND		0.27	106			1.11	111			5.01	100	
		ND		0.23	91.2			1.12	112			5.32	106	
		ND		0.24	97.2			1.13	113			4.91	98.2	
		ND		0.26	104			1.14	114			5.06	101	
21	马拉硫磷	ND	0.25	0.26	103	99.7	1.00	0.97	97.0	109	5.00	5.06	101	101
		ND		0.26	105			1.13	113			4.99	99.7	
		ND		0.26	104			1.10	110			4.96	99.3	
		ND		0.22	88.4			1.10	110			5.33	107	
		ND		0.24	94.8			1.13	113			4.91	98.2	
		ND		0.25	102			1.13	113			5.10	102	
22	溴硫磷	ND	0.25	0.25	100	97.5	1.00	0.94	94.1	107	5.00	4.93	98.7	99.5
		ND		0.26	102			1.10	111			4.92	98.3	
		ND		0.25	101			1.07	107			4.86	97.2	
		ND		0.22	88.2			1.09	109			5.29	106	
		ND		0.23	92.4			1.10	110			4.81	96.2	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.25	101			1.10	110			5.05	101	
23	杀螟硫磷	ND	0.25	0.26	103	100	1.00	0.97	97.3	109	5.00	5.02	101	100
		ND		0.26	105			1.13	113			4.95	99.0	
		ND		0.26	104			1.09	109			4.92	98.5	
		ND		0.22	89.6			1.11	111			5.29	106	
		ND		0.24	95.2			1.12	112			4.88	97.6	
		ND		0.26	102			1.12	112			5.04	101	
24	对硫磷	ND	0.25	0.26	106	102	1.00	1.00	100	111	5.00	5.16	103	102
		ND		0.27	108			1.16	116			5.02	100	
		ND		0.27	106			1.12	112			5.04	101	
		ND		0.23	91.6			1.13	113			5.34	107	
		ND		0.24	97.4			1.13	113			4.96	99.3	
		ND		0.26	104			1.14	114			5.05	101	
25	育畜磷	ND	0.25	0.26	103	100	1.00	0.97	97.4	109	5.00	5.17	103	103
		ND		0.27	106			1.13	113			5.02	100	
		ND		0.27	106			1.11	111			5.04	101	
		ND		0.22	88.2			1.09	109			5.38	108	
		ND		0.24	95.2			1.12	112			5.02	100	
		ND		0.26	102			1.13	113			5.11	102	
26	水胺硫磷	ND	0.25	0.27	109	105	1.00	1.02	102	114	5.00	5.23	105	104
		ND		0.28	111			1.19	119			5.11	102	
		ND		0.27	108			1.15	115			5.17	104	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.23	92.8			1.16	116			5.42	108	
		ND		0.25	101			1.16	116			5.00	100	
		ND		0.27	107			1.17	117			5.15	103	
27	稻丰散	ND	0.25	0.26	102	100	1.00	0.95	94.6	107	5.00	5.16	103	102
		ND		0.26	106			1.11	111			5.01	100	
		ND		0.27	107			1.10	110			4.96	99.2	
		ND		0.22	88.2			1.04	105			5.40	108	
		ND		0.24	95.8			1.11	111			4.97	99.3	
		ND		0.26	103			1.12	112			5.07	101	
28	甲拌磷砜	ND	0.25	0.26	106	102	1.00	0.99	100	111	5.00	5.14	103	102
		ND		0.27	108			1.16	116			5.04	101	
		ND		0.27	106			1.13	113			5.02	101	
		ND		0.23	91.2			1.13	113			5.35	107	
		ND		0.24	97.6			1.13	114			4.92	98.4	
		ND		0.26	104			1.14	114			5.06	101	
29	丙硫磷	ND	0.25	0.26	106	102	1.00	1.00	100	112	5.00	5.20	104	103
		ND		0.27	108			1.16	116			5.07	102	
		ND		0.26	106			1.13	113			5.09	102	
		ND		0.23	91.8			1.13	113			5.43	109	
		ND		0.24	97.2			1.13	113			4.99	99.7	
		ND		0.26	104			1.14	114			5.09	102	
30	脱叶磷	ND	0.25	0.26	106	102	1.00	1.00	100	111	5.00	5.13	103	103

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.27	108			1.16	116			5.06	101	
		ND		0.26	106			1.12	113			5.09	102	
		ND		0.23	92.0			1.12	113			5.41	108	
		ND		0.24	96.8			1.13	113			5.01	100	
		ND		0.26	104			1.13	114			5.13	103	
31	杀虫畏	ND	0.25	0.27	107	103	1.00	1.00	100	112	5.00	5.09	102	102
		ND		0.27	109			1.18	118			5.07	102	
		ND		0.27	106			1.12	113			4.98	99.6	
		ND		0.23	92.2			1.15	115			5.39	108	
		ND		0.25	98.0			1.15	115			4.93	98.6	
		ND		0.26	105			1.14	114			5.12	102	
32	丙溴磷	ND	0.25	0.27	108	107	1.00	1.01	102	113	5.00	5.25	105	103
		ND		0.28	111			1.18	118			5.09	102	
		ND		0.27	108			1.15	115			5.12	102	
		ND		0.28	110			1.15	115			5.44	109	
		ND		0.25	99.2			1.15	115			4.97	99.4	
		ND		0.26	106			1.15	116			5.08	102	
33	地胺磷	ND	0.25	0.27	107	103	1.00	1.01	101	113	5.00	5.18	104	102
		ND		0.28	110			1.18	118			5.06	101	
		ND		0.27	106			1.15	115			5.04	101	
		ND		0.23	91.6			1.15	115			5.33	107	
		ND		0.25	99.8			1.16	116			4.97	99.4	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.26	105			1.15	115			5.06	101	
34	三硫磷	ND	0.25	0.26	106	103	1.00	1.00	100	112	5.00	5.23	105	103
		ND		0.27	109			1.15	115			5.08	102	
		ND		0.27	108			1.12	113			5.08	102	
		ND		0.22	89.6			1.12	112			5.40	108	
		ND		0.25	98.8			1.15	115			5.00	100	
		ND		0.26	104			1.14	114			5.13	103	
35	三唑磷	ND	0.25	0.27	107	103	1.00	1.01	101	113	5.00	5.30	106	104
		ND		0.27	109			1.18	118			5.12	103	
		ND		0.27	107			1.14	115			5.10	102	
		ND		0.22	89.8			1.14	114			5.38	108	
		ND		0.25	99.2			1.16	116			5.05	101	
		ND		0.26	105			1.15	115			5.16	103	

表 1-40　实验室 1 土壤样品加标测试数据

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
1	敌敌畏	ND	0.25	0.17	67.5	69.7	1.00	0.69	68.6	70.6	5.00	3.28	65.6	68.6
		ND		0.18	70.4			0.71	70.8			3.19	63.8	
		ND		0.17	67.1			0.72	71.6			3.43	68.6	
		ND		0.17	68.7			0.72	71.6			3.57	71.4	
		ND		0.17	69.7			0.70	70.3			3.45	69.0	
		ND		0.19	74.5			0.71	70.6			3.67	73.4	
2	甲胺磷	ND	0.25	0.12	46.7	48.0	1.00	0.32	32.5	36.6	5.00	3.04	60.8	44.3
		ND		0.12	48.3			0.39	38.8			2.19	43.8	
		ND		0.12	46.8			0.36	35.5			1.90	38.1	
		ND		0.12	47.0			0.35	35.3			2.06	41.3	
		ND		0.13	50.2			0.40	40.4			2.00	40.1	
		ND		0.12	49.2			0.37	37.1			2.09	41.8	
3	速灭磷	ND	0.25	0.18	73.7	71.2	1.00	0.60	59.7	60.6	5.00	3.42	68.4	64.1
		ND		0.17	67.2			0.59	59.0			3.15	62.9	
		ND		0.18	73.8			0.63	62.9			3.25	65.0	
		ND		0.18	70.2			0.63	62.7			3.24	64.8	
		ND		0.17	66.2			0.60	59.8			3.20	64.0	
		ND		0.19	76.0			0.59	59.5			2.96	59.2	
4	内吸磷	ND	0.25	0.18	71.9	76.5	1.00	0.89	89.0	87.4	5.00	3.86	77.2	78.9
		ND		0.20	78.6			0.88	87.6			3.93	78.5	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.19	76.1			0.86	86.3			4.01	80.1	
		ND		0.19	74.7			0.86	85.8			3.85	77.0	
		ND		0.20	80.1			0.88	88.0			4.16	83.2	
		ND		0.19	77.7			0.88	87.7			3.88	77.6	
5	虫线磷	ND	0.25	0.18	72.7	78.0	1.00	0.92	92.3	90.7	5.00	4.17	83.4	86.7
		ND		0.20	79.6			0.91	91.1			4.38	87.5	
		ND		0.19	77.4			0.90	89.6			4.37	87.4	
		ND		0.19	76.7			0.89	89.2			4.14	82.9	
		ND		0.20	81.4			0.91	90.8			4.56	91.2	
		ND		0.20	80.3			0.91	91.0			4.39	87.7	
6	灭克磷	ND	0.25	0.18	71.7	77.2	1.00	0.91	90.6	89.2	5.00	4.07	81.3	84.9
		ND		0.20	79.3			0.89	89.4			4.32	86.4	
		ND		0.19	76.4			0.88	88.3			4.26	85.2	
		ND		0.19	76.2			0.88	87.8			4.05	81.1	
		ND		0.20	80.5			0.89	89.3			4.40	88.0	
		ND		0.20	79.3			0.90	89.6			4.36	87.1	
7	甲拌磷	ND	0.25	0.18	70.3	75.9	1.00	0.91	90.8	89.5	5.00	4.01	80.2	83.0
		ND		0.19	75.9			0.90	89.6			4.15	82.9	
		ND		0.19	75.3			0.88	88.4			4.22	84.4	
		ND		0.19	75.4			0.88	88.2			4.01	80.1	
		ND		0.20	79.4			0.90	90.1			4.39	87.8	
		ND		0.20	79.1			0.90	89.8			4.12	82.5	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
8	治螟磷	ND	0.25	0.18	70.9	75.9	1.00	0.91	90.7	89.0	5.00	4.20	84.0	86.9
		ND		0.19	77.7			0.89	89.3			4.30	86.0	
		ND		0.19	75.6			0.88	88.1			4.40	88.1	
		ND		0.18	73.5			0.87	87.5			4.23	84.5	
		ND		0.20	79.4			0.89	89.1			4.56	91.2	
		ND		0.20	78.2			0.89	89.4			4.37	87.3	
9	二嗪农	ND	0.25	0.18	72.6	77.3	1.00	0.92	92.2	90.1	5.00	4.28	85.7	88.8
		ND		0.20	78.5			0.90	90.4			4.41	88.3	
		ND		0.19	76.7			0.89	88.8			4.53	90.6	
		ND		0.19	75.9			0.88	88.4			4.35	87.1	
		ND		0.20	80.6			0.90	90.2			4.63	92.6	
		ND		0.20	79.6			0.90	90.4			4.42	88.5	
10	地虫硫磷	ND	0.25	0.18	71.9	77.1	1.00	0.92	92.3	90.4	5.00	4.28	85.5	88.7
		ND		0.20	78.4			0.91	90.7			4.41	88.2	
		ND		0.19	76.5			0.89	89.4			4.52	90.3	
		ND		0.19	76.0			0.89	89.0			4.32	86.4	
		ND		0.20	80.3			0.90	90.5			4.66	93.2	
		ND		0.20	79.3			0.91	90.6			4.43	88.7	
11	乙拌磷	ND	0.25	0.18	71.1	75.9	1.00	0.91	91.2	89.1	5.00	3.92	78.4	80.4
		ND		0.19	77.8			0.90	89.8			3.96	79.2	
		ND		0.19	75.6			0.88	87.8			4.10	81.9	
		ND		0.18	73.4			0.87	87.3			3.89	77.9	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.20	79.5			0.89	89.4			4.25	85.0	
		ND		0.19	77.7			0.89	89.1			4.00	79.9	
12	异稻瘟净	ND	0.25	0.19	75.5	81.3	1.00	0.88	87.9	86.4	5.00	4.33	86.7	90.5
		ND		0.21	82.1			0.84	84.4			4.47	89.4	
		ND		0.20	81.9			0.85	85.4			4.60	92.1	
		ND		0.20	79.8			0.85	84.9			4.45	89.0	
		ND		0.21	84.8			0.88	87.7			4.71	94.2	
		ND		0.21	83.9			0.88	87.8			4.57	91.3	
13	除线磷	ND	0.25	0.18	73.0	77.2	1.00	0.93	92.6	90.5	5.00	4.21	84.1	87.7
		ND		0.20	78.2			0.90	90.4			4.35	87.0	
		ND		0.19	76.8			0.89	89.4			4.47	89.3	
		ND		0.19	75.8			0.89	89.0			4.32	86.4	
		ND		0.20	79.8			0.91	90.7			4.56	91.2	
		ND		0.20	79.5			0.91	90.9			4.41	88.2	
14	久效磷	ND	0.25	0.18	73.6	75.9	1.00	0.44	43.9	49.6	5.00	4.46	89.3	76.3
		ND		0.17	69.5			0.51	51.2			3.67	73.4	
		ND		0.19	76.9			0.50	50.1			3.64	72.9	
		ND		0.18	70.4			0.50	49.5			3.47	69.5	
		ND		0.20	80.5			0.52	52.4			3.79	75.9	
		ND		0.21	84.2			0.50	50.4			3.83	76.6	
15	乐果	ND	0.25	0.18	73.2	77.8	1.00	0.84	83.5	84.6	5.00	3.98	79.7	81.8
		ND		0.20	80.1			0.83	82.5			3.99	79.9	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.19	76.9			0.85	84.9			4.19	83.7	
		ND		0.19	76.3			0.84	84.4			4.06	81.1	
		ND		0.20	80.8			0.86	85.8			4.20	84.0	
		ND		0.20	79.3			0.86	86.4			4.11	82.2	
16	皮蝇磷	ND	0.25	0.18	70.9	75.7	1.00	0.91	91.0	89.2	5.00	4.10	82.1	85.4
		ND		0.19	77.7			0.88	88.1			4.16	83.2	
		ND		0.19	75.9			0.89	88.7			4.38	87.6	
		ND		0.19	75.7			0.88	88.1			4.15	83.1	
		ND		0.19	75.7			0.90	89.6			4.48	89.6	
		ND		0.20	78.4			0.90	89.5			4.35	87.0	
17	甲基立枯磷	ND	0.25	0.18	72.0	76.9	1.00	0.93	92.8	91.0	5.00	3.89	77.8	81.8
		ND		0.20	78.5			0.91	90.9			4.00	80.1	
		ND		0.19	76.5			0.90	89.9			4.21	84.3	
		ND		0.19	75.7			0.90	89.5			3.97	79.4	
		ND		0.20	79.7			0.91	91.2			4.18	83.7	
		ND		0.20	79.2			0.92	91.5			4.26	85.3	
18	毒死蜱	ND	0.25	0.18	70.9	75.9	1.00	0.91	91.3	89.8	5.00	4.29	85.7	88.8
		ND		0.19	77.5			0.90	90.0			4.39	87.8	
		ND		0.19	75.4			0.89	89.1			4.51	90.2	
		ND		0.19	74.3			0.88	88.3			4.37	87.3	
		ND		0.20	78.8			0.90	90.0			4.59	91.9	
		ND		0.20	78.5			0.90	90.0			4.49	89.8	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
19	甲基对硫磷	ND	0.25	0.17	69.9	75.7	1.00	0.89	88.6	86.8	5.00	4.23	84.6	88.3
		ND		0.19	77.9			0.79	79.2			4.29	85.8	
		ND		0.19	75.7			0.88	87.7			4.51	90.2	
		ND		0.19	75.1			0.88	87.7			4.31	86.2	
		ND		0.19	76.8			0.89	88.9			4.55	91.0	
		ND		0.20	78.7			0.89	88.5			4.59	91.9	
20	倍硫磷	ND	0.25	0.18	73.3	78.0	1.00	0.93	92.9	91.1	5.00	4.31	86.2	89.8
		ND		0.20	79.8			0.91	91.4			4.44	88.8	
		ND		0.19	77.6			0.90	90.2			4.55	90.9	
		ND		0.19	76.5			0.89	89.5			4.40	88.0	
		ND		0.20	81.0			0.91	91.1			4.69	93.8	
		ND		0.20	80.0			0.91	91.2			4.55	90.9	
21	马拉硫磷	ND	0.25	0.19	77.7	83.6	1.00	0.92	91.6	90.2	5.00	4.30	86.0	89.9
		ND		0.21	85.0			0.91	91.2			4.42	88.4	
		ND		0.21	83.4			0.89	89.2			4.59	91.7	
		ND		0.21	82.4			0.89	88.6			4.41	88.2	
		ND		0.21	85.7			0.90	90.1			4.68	93.7	
		ND		0.22	87.3			0.91	90.6			4.56	91.3	
22	溴硫磷	ND	0.25	0.18	71.2	76.2	1.00	0.90	89.9	89.2	5.00	4.27	85.3	88.8
		ND		0.20	78.5			0.92	91.5			4.36	87.2	
		ND		0.19	76.3			0.88	88.0			4.53	90.5	
		ND		0.19	75.7			0.88	87.6			4.35	87.0	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.19	76.3			0.89	88.8			4.67	93.4	
		ND		0.20	79.1			0.89	89.3			4.47	89.4	
23	杀螟硫磷	ND	0.25	0.18	71.5	77.1	1.00	0.87	86.8	85.2	5.00	4.26	85.3	89.4
		ND		0.20	78.8			0.82	81.6			4.47	89.3	
		ND		0.19	76.9			0.85	84.7			4.53	90.6	
		ND		0.19	76.3			0.85	85.1			4.36	87.1	
		ND		0.20	79.3			0.87	86.5			4.69	93.9	
		ND		0.20	79.6			0.86	86.3			4.51	90.2	
24	对硫磷	ND	0.25	0.18	70.8	76.2	1.00	0.88	87.8	85.3	5.00	4.20	84.0	87.8
		ND		0.19	77.6			0.78	77.6			4.34	86.9	
		ND		0.19	75.8			0.86	85.6			4.48	89.6	
		ND		0.19	74.8			0.87	87.3			4.31	86.1	
		ND		0.20	79.4			0.87	87.3			4.53	90.6	
		ND		0.20	78.8			0.86	86.3			4.47	89.3	
25	育畜磷	ND	0.25	0.17	69.3	73.3	1.00	0.77	76.9	76.8	5.00	3.90	78.0	77.2
		ND		0.19	75.8			0.74	73.5			3.74	74.8	
		ND		0.18	72.5			0.79	79.1			3.91	78.1	
		ND		0.18	71.8			0.79	78.9			3.96	79.3	
		ND		0.20	78.5			0.76	75.9			3.87	77.5	
		ND		0.18	71.9			0.76	76.4			3.77	75.5	
26	水胺硫磷	ND	0.25	0.19	77.3	83.3	1.00	0.79	78.5	77.0	5.00	4.04	80.9	81.4
		ND		0.22	86.7			0.73	73.5			3.91	78.1	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.20	80.7			0.79	79.0			4.12	82.5	
		ND		0.21	82.3			0.78	78.2			4.15	83.0	
		ND		0.23	90.6			0.76	76.2			4.18	83.6	
		ND		0.21	82.3			0.77	76.8			4.01	80.2	
27	稻丰散	ND	0.25	0.18	70.7	76.0	1.00	0.89	89.4	88.2	5.00	4.27	85.5	89.4
		ND		0.19	77.7			0.87	86.8			4.32	86.5	
		ND		0.19	75.3			0.88	87.8			4.55	90.9	
		ND		0.19	74.6			0.87	87.1			4.46	89.2	
		ND		0.20	78.2			0.89	88.5			4.65	93.0	
		ND		0.20	79.6			0.89	89.3			4.56	91.3	
28	甲拌磷砜	ND	0.25	0.20	79.1	82.6	1.00	0.94	93.8	91.9	5.00	4.44	88.7	91.9
		ND		0.21	82.7			0.91	91.3			4.51	90.3	
		ND		0.21	83.1			0.91	91.1			4.66	93.2	
		ND		0.20	80.5			0.90	90.4			4.57	91.4	
		ND		0.22	86.3			0.92	92.2			4.76	95.2	
		ND		0.21	84.1			0.93	92.8			4.63	92.6	
29	丙硫磷	ND	0.25	0.18	72.9	77.8	1.00	0.94	93.9	91.4	5.00	4.38	87.5	90.8
		ND		0.20	79.5			0.91	91.0			4.48	89.6	
		ND		0.19	77.8			0.90	90.5			4.60	92.1	
		ND		0.19	76.0			0.90	90.0			4.49	89.9	
		ND		0.20	80.9			0.92	91.6			4.69	93.8	
		ND		0.20	79.9			0.92	91.5			4.59	91.8	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
30	脱叶磷	ND	0.25	0.18	71.6	76.6	1.00	0.91	91.4	89.5	5.00	4.33	86.7	89.1
		ND		0.20	78.4			0.89	88.8			4.37	87.5	
		ND		0.19	76.1			0.89	88.6			4.52	90.3	
		ND		0.19	75.3			0.88	88.5			4.46	89.1	
		ND		0.20	79.6			0.90	89.7			4.58	91.6	
		ND		0.20	78.6			0.90	89.9			4.48	89.6	
31	杀虫畏	ND	0.25	0.21	84.6	90.8	1.00	0.83	82.7	79.8	5.00	4.14	82.8	85.3
		ND		0.24	94.3			0.76	76.3			4.15	83.0	
		ND		0.22	89.7			0.81	80.9			4.35	87.0	
		ND		0.22	89.7			0.79	79.4			4.28	85.7	
		ND		0.24	95.1			0.79	78.7			4.38	87.6	
		ND		0.23	91.5			0.81	81.0			4.28	85.6	
32	丙溴磷	ND	0.25	0.18	71.4	76.6	1.00	0.79	79.2	77.3	5.00	3.94	78.9	80.0
		ND		0.20	80.1			0.75	74.8			3.89	77.8	
		ND		0.19	75.4			0.80	79.5			4.04	80.8	
		ND		0.19	75.8			0.77	76.6			4.04	80.8	
		ND		0.20	81.2			0.76	75.6			4.07	81.5	
		ND		0.19	75.8			0.78	78.1			4.00	80.0	
33	地胺磷	ND	0.25	0.17	69.0	74.1	1.00	0.72	72.2	72.6	5.00	4.06	81.2	80.7
		ND		0.19	77.7			0.69	69.4			3.99	79.9	
		ND		0.18	73.9			0.73	73.4			3.99	79.8	
		ND		0.17	66.9			0.74	73.6			4.03	80.6	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.20	81.0			0.73	73.1			4.16	83.1	
		ND		0.19	76.1			0.74	73.9			3.98	79.7	
34	三硫磷	ND	0.25	0.18	73.0	78.1	1.00	0.95	94.8	92.5	5.00	4.37	87.4	91.1
		ND		0.20	79.8			0.92	92.0			4.51	90.2	
		ND		0.19	77.5			0.91	91.4			4.62	92.4	
		ND		0.19	76.3			0.91	91.1			4.48	89.7	
		ND		0.20	81.1			0.93	93.0			4.73	94.5	
		ND		0.20	80.8			0.93	92.7			4.63	92.6	
35	三唑磷	ND	0.25	0.19	76.0	82.0	1.00	0.90	89.6	88.8	5.00	4.34	86.7	89.9
		ND		0.21	83.6			0.86	85.9			4.43	88.6	
		ND		0.20	80.9			0.89	88.7			4.59	91.8	
		ND		0.20	81.4			0.89	88.6			4.48	89.6	
		ND		0.21	85.8			0.90	89.7			4.61	92.3	
		ND		0.21	84.3			0.90	90.1			4.53	90.6	

表 1-41　实验室 2 土壤样品加标测试数据

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
1	敌敌畏	ND	0.25	0.19	77.7	81.5	1.00	0.70	69.8	72.6	5.00	3.08	61.6	64.4
		ND		0.20	80.8			0.75	75.3			3.08	61.6	
		ND		0.21	82.9			0.73	73.0			3.24	64.7	
		ND		0.21	85.7			0.73	73.3			3.33	66.7	
		ND		0.20	79.8			0.75	74.6			3.19	63.8	
		ND		0.21	82.2			0.70	69.7			3.41	68.2	
2	甲胺磷	ND	0.25	0.10	41.2	45.8	1.00	0.38	37.6	41.8	5.00	3.22	64.4	47.7
		ND		0.12	47.5			0.47	46.7			2.43	48.6	
		ND		0.12	46.6			0.39	39.4			2.06	41.3	
		ND		0.12	46.9			0.40	39.9			2.24	44.8	
		ND		0.12	48.0			0.47	47.1			2.14	42.9	
		ND		0.11	44.8			0.40	39.8			2.22	44.4	
3	速灭磷	ND	0.25	0.19	75.7	79.6	1.00	0.63	63.5	65.0	5.00	3.50	69.9	64.6
		ND		0.19	76.1			0.66	66.2			3.34	66.7	
		ND		0.21	82.4			0.67	66.8			3.26	65.1	
		ND		0.21	85.8			0.67	66.6			3.24	64.8	
		ND		0.19	75.6			0.66	65.9			3.15	63.0	
		ND		0.20	81.7			0.61	60.7			2.90	58.1	
4	内吸磷	ND	0.25	0.24	95.3	98.8	1.00	0.88	88.3	87.8	5.00	3.82	76.5	76.6
		ND		0.24	96.5			0.91	90.8			3.93	78.7	
		ND		0.26	103			0.86	86.2			3.87	77.3	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.26	102			0.86	85.9			3.69	73.7	
		ND		0.24	94.8			0.91	90.9			3.98	79.6	
		ND		0.25	101			0.85	84.8			3.70	74.0	
5	虫线磷	ND	0.25	0.24	95.1	99.7	1.00	0.90	90.3	89.0	5.00	4.21	84.3	85.9
		ND		0.24	97.6			0.92	92.2			4.50	89.9	
		ND		0.26	103			0.88	87.6			4.30	86.0	
		ND		0.26	104			0.87	87.1			4.07	81.5	
		ND		0.24	95.4			0.90	90.3			4.46	89.1	
		ND		0.26	103			0.86	86.3			4.23	84.5	
6	灭克磷	ND	0.25	0.24	95.0	99.7	1.00	0.90	90.0	88.8	5.00	4.23	84.6	85.5
		ND		0.24	97.7			0.92	92.0			4.47	89.4	
		ND		0.26	103			0.88	87.7			4.27	85.4	
		ND		0.26	104			0.87	86.9			4.06	81.3	
		ND		0.24	95.7			0.90	89.6			4.40	88.1	
		ND		0.26	103			0.87	86.5			4.21	84.1	
7	甲拌磷	ND	0.25	0.24	95.6	99.6	1.00	0.90	90.1	89.2	5.00	4.07	81.4	82.5
		ND		0.24	97.7			0.92	91.8			4.31	86.2	
		ND		0.26	103			0.87	87.5			4.18	83.5	
		ND		0.26	103			0.87	87.1			3.96	79.3	
		ND		0.24	95.7			0.92	92.3			4.24	84.8	
		ND		0.26	103			0.86	86.1			3.98	79.6	
8	治螟磷	ND	0.25	0.24	95.1	98.8	1.00	0.91	90.9	90.1	5.00	4.30	86.0	87.1

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.24	96.9			0.92	92.3			4.52	90.3	
		ND		0.26	102			0.88	88.4			4.38	87.6	
		ND		0.25	102			0.88	88.0			4.21	84.2	
		ND		0.24	94.2			0.94	94.0			4.46	89.2	
		ND		0.26	103			0.87	87.0			4.27	85.4	
9	二嗪农	ND	0.25	0.24	96.9	99.4	1.00	0.91	91.2	90.1	5.00	4.29	85.8	87.7
		ND		0.24	96.5			0.92	92.2			4.53	90.6	
		ND		0.26	103			0.89	88.8			4.45	89.0	
		ND		0.26	103			0.88	88.1			4.25	85.0	
		ND		0.24	94.9			0.93	92.8			4.49	89.8	
		ND		0.26	102			0.88	87.6			4.29	85.9	
10	地虫硫磷	ND	0.25	0.24	96.7	99.8	1.00	0.91	90.6	89.7	5.00	4.30	85.9	87.6
		ND		0.24	96.5			0.92	91.8			4.49	89.7	
		ND		0.26	103			0.89	88.7			4.45	89.0	
		ND		0.26	105			0.88	87.7			4.24	84.9	
		ND		0.24	95.8			0.92	91.9			4.49	89.8	
		ND		0.26	102			0.87	87.5			4.30	86.1	
11	乙拌磷	ND	0.25	0.23	93.5	97.4	1.00	0.90	89.7	88.6	5.00	3.96	79.3	79.7
		ND		0.24	95.5			0.91	91.4			4.03	80.6	
		ND		0.25	101			0.87	86.9			4.04	80.8	
		ND		0.25	101			0.86	86.4			3.85	77.0	
		ND		0.23	93.1			0.92	91.5			4.14	82.9	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.25	100			0.85	85.5			3.87	77.5	
12	异稻瘟净	ND	0.25	0.29	117	122	1.00	0.95	95.1	95.9	5.00	4.41	88.2	90.5
		ND		0.30	120			0.98	97.5			4.70	93.9	
		ND		0.32	127			0.94	94.3			4.59	91.8	
		ND		0.31	126			0.95	94.6			4.39	87.8	
		ND		0.29	116			1.00	100			4.62	92.3	
		ND		0.31	124			0.93	93.3			4.44	88.8	
13	除线磷	ND	0.25	0.24	95.8	102	1.00	0.92	91.5	90.6	5.00	4.16	83.1	86.4
		ND		0.25	101			0.93	92.8			4.48	89.7	
		ND		0.27	108			0.89	88.7			4.39	87.9	
		ND		0.27	107			0.89	88.7			4.14	82.9	
		ND		0.25	99.0			0.94	94.0			4.48	89.6	
		ND		0.26	103			0.88	87.9			4.26	85.2	
14	久效磷	ND	0.25	0.22	88.0	96.1	1.00	0.61	60.7	66.3	5.00	4.65	92.9	79.1
		ND		0.24	95.4			0.73	73.2			4.07	81.4	
		ND		0.26	102			0.63	63.5			3.75	75.0	
		ND		0.24	96.9			0.65	64.6			3.55	71.0	
		ND		0.27	106			0.73	72.8			3.88	77.6	
		ND		0.22	88.3			0.63	62.9			3.84	76.9	
15	乐果	ND	0.25	0.25	99.0	104	1.00	0.87	87.4	87.3	5.00	4.26	85.3	85.8
		ND		0.25	101			0.89	88.7			4.42	88.4	
		ND		0.27	109			0.86	86.4			4.35	87.1	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.27	110			0.87	86.8			4.18	83.5	
		ND		0.25	99.4			0.90	90.1			4.34	86.9	
		ND		0.27	106			0.84	84.2			4.17	83.3	
16	皮蝇磷	ND	0.25	0.23	93.1	98.2	1.00	0.91	90.7	90.0	5.00	4.16	83.1	85.9
		ND		0.24	97.1			0.90	89.8			4.35	87.0	
		ND		0.26	102			0.89	88.7			4.40	88.1	
		ND		0.26	103			0.89	89.0			4.12	82.3	
		ND		0.23	92.2			0.94	94.3			4.49	89.9	
		ND		0.25	102			0.87	87.2			4.26	85.1	
17	甲基立枯磷	ND	0.25	0.23	93.4	99.0	1.00	0.91	90.7	90.0	5.00	4.12	82.4	85.7
		ND		0.24	96.0			0.92	91.9			4.44	88.7	
		ND		0.26	103			0.88	88.3			4.36	87.2	
		ND		0.26	103			0.88	88.3			4.10	82.1	
		ND		0.24	94.2			0.94	93.5			4.47	89.3	
		ND		0.26	105			0.87	87.4			4.22	84.4	
18	毒死蜱	ND	0.25	0.23	93.9	97.7	1.00	0.90	90.5	91.2	5.00	4.12	82.5	86.3
		ND		0.24	96.7			0.93	93.1			4.47	89.5	
		ND		0.25	99.3			0.90	89.8			4.39	87.8	
		ND		0.26	103			0.89	89.4			4.13	82.6	
		ND		0.23	91.4			0.95	95.2			4.51	90.1	
		ND		0.26	102			0.89	89.0			4.25	85.0	
19	甲基对硫磷	ND	0.25	0.25	100.0	105	1.00	0.93	92.6	94.7	5.00	4.26	85.2	87.7

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.25	102			0.95	94.7			4.50	90.1	
		ND		0.27	109			0.93	93.5			4.51	90.2	
		ND		0.27	110			0.94	93.7			4.23	84.6	
		ND		0.24	97.7			1.00	100			4.49	89.9	
		ND		0.27	109			0.94	93.8			4.31	86.3	
20	倍硫磷	ND	0.25	0.24	95.3	100.0	1.00	0.91	90.7	91.0	5.00	4.30	86.1	88.9
		ND		0.25	99.0			0.94	93.5			4.62	92.4	
		ND		0.26	103			0.90	89.5			4.53	90.6	
		ND		0.26	104			0.89	89.4			4.27	85.4	
		ND		0.24	95.6			0.94	94.2			4.57	91.5	
		ND		0.26	103			0.88	88.5			4.36	87.3	
21	马拉硫磷	ND	0.25	0.24	94.5	99.5	1.00	0.90	90.3	89.4	5.00	4.32	86.4	89.3
		ND		0.25	101			0.89	89.4			4.60	92.0	
		ND		0.25	102			0.89	88.6			4.58	91.5	
		ND		0.26	104			0.88	88.0			4.31	86.2	
		ND		0.24	94.2			0.93	93.5			4.58	91.6	
		ND		0.25	102			0.86	86.4			4.41	88.2	
22	溴硫磷	ND	0.25	0.23	92.2	98.2	1.00	0.90	89.5	89.6	5.00	4.16	83.3	86.6
		ND		0.25	98.6			0.90	89.6			4.38	87.7	
		ND		0.25	101			0.89	88.5			4.45	89.0	
		ND		0.26	103			0.89	88.9			4.15	83.1	
		ND		0.23	92.5			0.95	94.6			4.53	90.6	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.25	102			0.86	86.5			4.31	86.1	
23	杀螟硫磷	ND	0.25	0.26	105	110	1.00	0.92	91.5	92.7	5.00	4.30	86.1	88.7
		ND		0.27	110			0.93	93.3			4.57	91.4	
		ND		0.28	114			0.92	91.7			4.55	91.1	
		ND		0.29	115			0.92	92.4			4.26	85.2	
		ND		0.26	105			0.97	97.1			4.56	91.2	
		ND		0.28	113			0.90	90.0			4.37	87.4	
24	对硫磷	ND	0.25	0.26	103	105	1.00	0.91	91.2	92.6	5.00	4.26	85.2	88.9
		ND		0.26	104			0.95	94.5			4.67	93.5	
		ND		0.27	109			0.92	91.7			4.56	91.2	
		ND		0.27	108			0.92	91.8			4.26	85.3	
		ND		0.25	101			0.97	96.7			4.54	90.9	
		ND		0.27	108			0.90	89.7			4.35	87.0	
25	育畜磷	ND	0.25	0.20	81.6	85.8	1.00	0.77	76.9	79.2	5.00	4.03	80.5	78.2
		ND		0.21	82.5			0.79	78.6			3.99	79.8	
		ND		0.22	89.1			0.81	81.5			3.89	77.8	
		ND		0.23	93.2			0.81	81.3			3.91	78.2	
		ND		0.20	81.5			0.81	81.2			3.96	79.2	
		ND		0.22	86.7			0.76	75.7			3.70	73.9	
26	水胺硫磷	ND	0.25	0.25	99.9	105	1.00	0.80	80.4	84.7	5.00	3.79	75.9	77.1
		ND		0.26	103			0.85	85.4			3.94	78.7	
		ND		0.27	110			0.87	86.8			3.99	79.7	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.28	113			0.86	86.2			3.80	75.9	
		ND		0.25	101			0.88	88.1			3.91	78.3	
		ND		0.26	105			0.81	81.1			3.69	73.9	
27	稻丰散	ND	0.25	0.23	93.9	94.0	1.00	0.89	89.4	90.0	5.00	4.25	84.9	88.4
		ND		0.23	91.6			0.91	91.4			4.58	91.5	
		ND		0.24	96.2			0.89	88.8			4.55	91.0	
		ND		0.24	97.3			0.89	88.9			4.26	85.2	
		ND		0.22	89.2			0.94	94.1			4.56	91.1	
		ND		0.24	95.6			0.88	87.6			4.33	86.6	
28	甲拌磷砜	ND	0.25	0.25	99.7	104	1.00	0.90	90.4	90.7	5.00	4.35	86.9	90.5
		ND		0.25	99.9			0.92	92.5			4.76	95.3	
		ND		0.27	108			0.90	89.5			4.69	93.9	
		ND		0.27	108			0.89	89.0			4.33	86.6	
		ND		0.25	99.9			0.95	94.6			4.64	92.9	
		ND		0.27	106			0.88	88.4			4.38	87.6	
29	丙硫磷	ND	0.25	0.24	94.6	100.0	1.00	0.90	89.6	89.9	5.00	4.14	82.7	87.0
		ND		0.24	97.7			0.92	92.0			4.56	91.2	
		ND		0.26	104			0.88	88.5			4.45	89.0	
		ND		0.26	104			0.88	88.0			4.16	83.1	
		ND		0.24	96.2			0.94	94.1			4.50	90.0	
		ND		0.26	104			0.87	87.2			4.28	85.7	
30	脱叶磷	ND	0.25	0.23	91.9	97.5	1.00	0.89	89.0	89.5	5.00	4.26	85.2	88.1

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.24	95.2			0.91	91.4			4.60	92.1	
		ND		0.25	101			0.89	88.7			4.55	90.9	
		ND		0.26	102			0.88	88.2			4.27	85.4	
		ND		0.24	94.2			0.93	93.2			4.48	89.6	
		ND		0.25	100			0.87	86.7			4.28	85.6	
31	杀虫畏	ND	0.25	0.28	113	119	1.00	0.89	88.6	91.5	5.00	3.90	78.0	80.8
		ND		0.29	116			0.92	92.3			4.22	84.4	
		ND		0.31	125			0.92	91.7			4.18	83.5	
		ND		0.32	130			0.92	91.5			3.93	78.5	
		ND		0.28	112			0.96	96.4			4.13	82.6	
		ND		0.30	118			0.88	88.3			3.89	77.8	
32	丙溴磷	ND	0.25	0.24	95.0	102	1.00	0.81	80.9	84.2	5.00	3.80	76.1	77.4
		ND		0.25	99.1			0.85	84.7			4.01	80.1	
		ND		0.26	105			0.86	85.6			3.97	79.3	
		ND		0.29	117			0.86	85.6			3.82	76.4	
		ND		0.24	96.0			0.87	87.1			3.90	77.9	
		ND		0.25	100			0.81	81.0			3.74	74.7	
33	地胺磷	ND	0.25	0.28	111	115	1.00	0.78	78.0	82.6	5.00	4.07	81.4	80.0
		ND		0.29	116			0.83	83.0			4.07	81.4	
		ND		0.29	117			0.83	83.4			4.04	80.7	
		ND		0.31	122			0.83	83.5			3.93	78.6	
		ND		0.28	111			0.86	86.3			4.09	81.8	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.29	116			0.81	81.3			3.80	76.1	
34	三硫磷	ND	0.25	0.24	97.9	104	1.00	0.91	90.9	91.2	5.00	4.18	83.5	87.7
		ND		0.25	101			0.93	93.0			4.53	90.7	
		ND		0.27	108			0.91	90.5			4.49	89.8	
		ND		0.27	109			0.89	89.2			4.19	83.9	
		ND		0.25	101			0.95	95.4			4.56	91.1	
		ND		0.27	107			0.88	88.4			4.37	87.4	
35	三唑磷	ND	0.25	0.31	124	126	1.00	0.91	91.0	92.9	5.00	4.31	86.3	88.4
		ND		0.30	122			0.94	93.6			4.57	91.3	
		ND		0.33	131			0.93	92.9			4.49	89.8	
		ND		0.33	133			0.92	91.8			4.31	86.3	
		ND		0.30	120			0.97	97.4			4.48	89.5	
		ND		0.32	128			0.91	90.8			4.36	87.1	

表 1-42　实验室 3 土壤样品加标测试数据

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
1	敌敌畏	ND	0.25	0.20	81.7	72.7	1.00	0.87	87.5	86.9	5.00	3.72	74.3	78.7
		ND		0.20	81.3			0.91	91.1			4.12	82.4	
		ND		0.15	61.0			0.84	84.0			3.95	79.0	
		ND		0.20	78.4			0.87	86.5			3.97	79.4	
		ND		0.16	64.6			0.90	89.7			3.77	75.4	
		ND		0.17	69.1			0.83	82.8			4.08	81.7	
2	甲胺磷	ND	0.25	0.13	51.7	49.5	1.00	0.51	50.8	52.4	5.00	2.55	51.0	50.5
		ND		0.14	54.5			0.57	56.7			2.51	50.2	
		ND		0.11	42.1			0.54	54.0			2.79	55.7	
		ND		0.14	54.0			0.51	50.8			2.47	49.4	
		ND		0.13	50.2			0.52	52.3			2.24	44.9	
		ND		0.11	44.7			0.50	50.0			2.58	51.6	
3	速灭磷	ND	0.25	0.18	71.5	73.0	1.00	0.73	72.7	73.5	5.00	3.66	73.3	76.7
		ND		0.18	71.5			0.73	72.9			4.03	80.5	
		ND		0.20	79.8			0.74	74.1			3.94	78.8	
		ND		0.18	70.2			0.72	72.1			3.77	75.4	
		ND		0.18	71.2			0.74	74.3			3.69	73.9	
		ND		0.18	73.5			0.75	74.8			3.90	78.0	
4	内吸磷	ND	0.25	0.24	96.7	98.4	1.00	1.04	104	103	5.00	3.88	77.7	80.2
		ND		0.25	101			1.01	101			4.26	85.2	
		ND		0.24	94.3			1.05	105			4.06	81.2	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.25	102			1.03	103			3.91	78.3	
		ND		0.26	103			1.06	106			3.98	79.6	
		ND		0.24	94.2			0.98	97.5			3.97	79.4	
5	虫线磷	ND	0.25	0.25	100	103	1.00	1.07	107	107	5.00	4.77	95.4	96.4
		ND		0.26	105			1.09	109			5.12	102	
		ND		0.25	99.5			1.11	111			5.03	101	
		ND		0.26	106			1.05	105			4.58	91.6	
		ND		0.28	110			1.09	109			4.71	94.2	
		ND		0.25	98.4			1.01	101			4.70	94.0	
6	灭克磷	ND	0.25	0.25	98.7	98.5	1.00	1.06	106	106	5.00	4.75	95.0	96.5
		ND		0.25	101			1.08	108			5.10	102	
		ND		0.23	92.5			1.11	111			5.03	101	
		ND		0.25	101			1.05	105			4.62	92.4	
		ND		0.26	105			1.08	109			4.72	94.4	
		ND		0.23	93.4			0.99	99.1			4.73	94.7	
7	甲拌磷	ND	0.25	0.25	101	105	1.00	1.06	106	106	5.00	4.39	87.9	88.8
		ND		0.27	107			1.07	107			4.69	93.8	
		ND		0.25	102			1.10	110			4.62	92.4	
		ND		0.27	108			1.04	104			4.23	84.6	
		ND		0.28	112			1.08	108			4.36	87.2	
		ND		0.25	99.8			1.01	101			4.35	87.0	
8	治螟磷	ND	0.25	0.25	99.3	100	1.00	1.05	105	105	5.00	4.71	94.2	95.9

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.26	102			1.07	107			5.04	101	
		ND		0.24	95.7			1.09	109			4.94	98.8	
		ND		0.26	103			1.04	104			4.65	92.9	
		ND		0.27	106			1.08	108			4.71	94.1	
		ND		0.24	95.4			0.99	99.4			4.72	94.5	
9	二嗪农	ND	0.25	0.25	101	104	1.00	1.06	106	107	5.00	5.03	101	103
		ND		0.26	105			1.06	106			5.41	108	
		ND		0.25	101			1.11	111			5.28	106	
		ND		0.27	106			1.05	105			5.02	101	
		ND		0.28	110			1.09	109			5.06	101	
		ND		0.25	98.6			1.02	102			5.07	101	
10	地虫硫磷	ND	0.25	0.25	102	104	1.00	1.06	106	107	5.00	4.78	95.6	97.2
		ND		0.26	105			1.07	107			5.10	102	
		ND		0.25	99.9			1.11	111			5.01	100	
		ND		0.27	106			1.05	105			4.70	93.9	
		ND		0.28	110			1.08	109			4.78	95.6	
		ND		0.25	98.0			1.01	101			4.78	95.6	
11	乙拌磷	ND	0.25	0.24	97.5	98.0	1.00	1.04	104	104	5.00	4.02	80.4	83.0
		ND		0.25	101			1.06	106			4.38	87.6	
		ND		0.24	94.1			1.05	106			4.18	83.6	
		ND		0.25	101			1.03	103			4.06	81.2	
		ND		0.25	102			1.06	106			4.14	82.8	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.23	93.6			0.99	98.6			4.12	82.3	
12	异稻瘟净	ND	0.25	0.25	102	107	1.00	0.91	90.7	90.2	5.00	4.73	94.5	106
		ND		0.27	107			0.77	77.2			5.50	110	
		ND		0.26	104			0.94	93.6			5.54	111	
		ND		0.27	110			0.92	91.8			5.47	109	
		ND		0.29	115			0.93	93.4			5.38	108	
		ND		0.25	102			0.95	94.7			5.33	107	
13	除线磷	ND	0.25	0.26	102	105	1.00	1.07	107	107	5.00	4.94	98.8	100
		ND		0.27	107			1.08	108			5.25	105	
		ND		0.26	102			1.11	111			5.13	103	
		ND		0.27	108			1.05	105			4.88	97.6	
		ND		0.28	112			1.09	109			4.96	99.1	
		ND		0.25	100.0			1.02	102			4.92	98.4	
14	久效磷	ND	0.25	0.18	71.7	75.0	1.00	0.71	71.1	73.5	5.00	4.59	91.9	89.6
		ND		0.20	79.1			0.76	76.0			4.59	91.9	
		ND		0.18	71.8			0.75	75.3			4.82	96.3	
		ND		0.20	78.6			0.72	71.9			4.29	85.7	
		ND		0.20	79.2			0.74	73.6			4.39	87.9	
		ND		0.17	69.3			0.73	73.2			4.21	84.1	
15	乐果	ND	0.25	0.24	95.7	98.1	1.00	1.02	102	102	5.00	4.70	94.0	96.3
		ND		0.25	99.1			1.04	104			5.05	101	
		ND		0.24	95.7			1.06	106			4.86	97.2	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.25	100			1.01	101			4.74	94.9	
		ND		0.26	105			1.04	104			4.78	95.5	
		ND		0.23	93.2			0.97	97.0			4.76	95.1	
16	皮蝇磷	ND	0.25	0.25	101	104	1.00	1.05	105	106	5.00	4.57	91.5	95.4
		ND		0.27	106			1.08	109			5.09	102	
		ND		0.25	102			1.09	109			4.72	94.4	
		ND		0.27	107			1.04	104			4.71	94.1	
		ND		0.28	110			1.07	107			4.82	96.3	
		ND		0.25	99.2			1.02	102			4.69	93.9	
17	甲基立枯磷	ND	0.25	0.25	99.7	104	1.00	1.13	113	115	5.00	4.88	97.6	99.7
		ND		0.26	103			1.18	118			5.19	104	
		ND		0.26	105			1.19	119			5.08	102	
		ND		0.26	104			1.13	113			4.87	97.5	
		ND		0.29	117			1.16	116			4.96	99.3	
		ND		0.24	96.4			1.08	108			4.92	98.5	
18	毒死蜱	ND	0.25	0.25	101	104	1.00	1.06	106	107	5.00	4.90	98.0	99.0
		ND		0.26	106			1.09	109			5.15	103	
		ND		0.25	101			1.10	110			5.02	100	
		ND		0.27	106			1.05	105			4.87	97.4	
		ND		0.27	110			1.08	108			4.93	98.6	
		ND		0.25	98.8			1.02	102			4.85	97.0	
19	甲基对硫磷	ND	0.25	0.26	104	111	1.00	1.16	116	116	5.00	5.21	104	107

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.28	111			1.22	122			5.57	112	
		ND		0.28	112			1.24	124			5.39	108	
		ND		0.29	114			1.13	113			5.28	106	
		ND		0.30	119			1.14	115			5.40	108	
		ND		0.26	105			1.08	108			5.13	103	
20	倍硫磷	ND	0.25	0.26	103	106	1.00	1.06	106	107	5.00	4.85	97.0	98.5
		ND		0.27	107			1.10	110			5.10	102	
		ND		0.26	104			1.10	110			4.92	98.5	
		ND		0.27	109			1.05	105			4.94	98.9	
		ND		0.29	114			1.09	109			4.87	97.4	
		ND		0.26	102			1.04	104			4.86	97.2	
21	马拉硫磷	ND	0.25	0.24	96.1	96.7	1.00	0.97	96.9	98.2	5.00	4.76	95.2	96.0
		ND		0.25	100			0.99	98.8			5.05	101	
		ND		0.23	91.5			0.99	99.3			4.86	97.2	
		ND		0.25	99.1			0.97	96.8			4.59	91.7	
		ND		0.25	102			1.02	102			4.92	98.4	
		ND		0.23	91.8			0.95	95.4			4.63	92.7	
22	溴硫磷	ND	0.25	0.24	97.9	101	1.00	1.04	104	106	5.00	4.51	90.1	93.6
		ND		0.26	102			1.07	107			5.00	99.9	
		ND		0.24	97.9			1.09	109			4.60	92.0	
		ND		0.26	105			1.04	104			4.62	92.4	
		ND		0.27	109			1.06	107			4.75	94.9	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.24	96.6			1.03	104			4.61	92.2	
23	杀螟硫磷	ND	0.25	0.25	101	102	1.00	1.05	105	106	5.00	4.83	96.6	99.2
		ND		0.26	105			1.09	109			5.16	103	
		ND		0.25	99.1			1.10	110			4.96	99.2	
		ND		0.26	104			1.04	104			4.90	98.0	
		ND		0.27	107			1.08	108			5.02	100	
		ND		0.24	96.4			1.02	102			4.90	97.9	
24	对硫磷	ND	0.25	0.25	98.7	105	1.00	1.17	117	117	5.00	5.25	105	105
		ND		0.26	105			1.23	123			5.39	108	
		ND		0.26	105			1.24	124			5.37	107	
		ND		0.27	108			1.15	115			5.19	104	
		ND		0.28	112			1.16	116			5.28	106	
		ND		0.25	101			1.10	110			5.01	100	
25	育畜磷	ND	0.25	0.22	88.1	90.5	1.00	0.95	95.3	94.4	5.00	4.15	83.1	86.4
		ND		0.22	89.9			0.94	94.2			4.43	88.7	
		ND		0.23	90.5			0.94	94.5			4.29	85.8	
		ND		0.23	92.1			0.93	93.3			4.42	88.4	
		ND		0.24	94.9			0.98	98.0			4.26	85.2	
		ND		0.22	87.4			0.91	90.8			4.35	87.0	
26	水胺硫磷	ND	0.25	0.23	91.7	94.6	1.00	0.99	98.9	101	5.00	4.61	92.2	93.0
		ND		0.24	94.5			1.04	104			4.68	93.6	
		ND		0.23	93.7			1.04	104			4.48	89.6	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.24	95.7			1.02	102			4.77	95.3	
		ND		0.25	101			1.02	102			4.72	94.4	
		ND		0.23	91.6			0.97	96.6			4.63	92.6	
27	稻丰散	ND	0.25	0.24	97.9	101	1.00	1.03	103	104	5.00	4.73	94.6	96.5
		ND		0.25	102			1.06	106			5.01	100	
		ND		0.24	97.9			1.06	106			4.80	96.1	
		ND		0.26	103			1.03	103			4.79	95.9	
		ND		0.27	107			1.06	106			4.87	97.4	
		ND		0.24	96.2			1.01	101			4.73	94.7	
28	甲拌磷砜	ND	0.25	0.26	103	107	1.00	1.09	109	110	5.00	5.15	103	104
		ND		0.27	108			1.12	112			5.36	107	
		ND		0.26	105			1.13	113			5.21	104	
		ND		0.27	110			1.08	108			5.14	103	
		ND		0.28	113			1.10	110			5.20	104	
		ND		0.25	102			1.06	106			5.06	101	
29	丙硫磷	ND	0.25	0.26	102	105	1.00	1.07	107	108	5.00	5.03	101	101
		ND		0.27	107			1.10	110			5.20	104	
		ND		0.26	104			1.10	111			5.07	101	
		ND		0.27	108			1.06	106			4.99	99.7	
		ND		0.28	110			1.08	108			5.06	101	
		ND		0.25	101			1.05	105			4.88	97.6	
30	脱叶磷	ND	0.25	0.25	101	102	1.00	1.06	106	107	5.00	5.02	100	101

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.26	105			1.10	110			5.18	104	
		ND		0.25	100			1.08	108			5.04	101	
		ND		0.27	106			1.06	106			5.01	100	
		ND		0.25	101			1.05	105			5.07	101	
		ND		0.25	99.2			1.04	104			4.91	98.3	
31	杀虫畏	ND	0.25	0.25	98.3	100	1.00	1.04	104	105	5.00	4.71	94.3	95.8
		ND		0.25	102			1.07	107			4.94	98.8	
		ND		0.25	98.3			1.07	107			4.76	95.3	
		ND		0.26	103			1.04	104			4.80	96.0	
		ND		0.26	105			1.06	106			4.81	96.2	
		ND		0.24	96.2			1.01	101			4.71	94.1	
32	丙溴磷	ND	0.25	0.23	92.9	90.8	1.00	0.98	98.5	95.6	5.00	4.59	91.9	93.6
		ND		0.23	93.5			1.01	101			4.75	94.9	
		ND		0.22	88.1			1.00	100.0			4.65	92.9	
		ND		0.23	92.1			0.99	99.4			4.74	94.9	
		ND		0.23	90.9			0.79	79.2			4.67	93.5	
		ND		0.22	87.4			0.95	95.2			4.66	93.3	
33	地胺磷	ND	0.25	0.22	89.3	88.7	1.00	0.95	95.0	95.9	5.00	5.59	112	114
		ND		0.23	91.1			0.99	98.7			5.46	109	
		ND		0.21	85.3			0.97	97.0			5.86	117	
		ND		0.23	91.3			0.96	96.3			5.75	115	
		ND		0.23	90.5			0.94	94.3			5.83	117	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.21	84.8			0.94	93.8			5.65	113	
34	三硫磷	ND	0.25	0.25	100	99.4	1.00	1.08	108	109	5.00	4.91	98.2	98.4
		ND		0.25	101			1.12	112			5.08	102	
		ND		0.24	96.3			1.12	112			4.85	97.1	
		ND		0.25	101			1.08	108			4.91	98.2	
		ND		0.26	104			1.07	107			4.95	99.0	
		ND		0.23	93.8			1.07	107			4.79	95.9	
35	三唑磷	ND	0.25	0.25	100	99.7	1.00	1.10	110	111	5.00	4.96	99.1	100
		ND		0.25	101			1.12	112			5.16	103	
		ND		0.24	96.1			1.15	115			4.93	98.6	
		ND		0.25	102			1.10	110			5.01	100	
		ND		0.26	105			1.09	110			5.09	102	
		ND		0.24	94.4			1.08	108			4.87	97.4	

表 1-43　实验室 4 土壤样品加标测试数据

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
1	敌敌畏	ND	0.25	0.18	73.9	73.6	1.00	0.76	75.8	81.0	5.00	3.59	71.8	64.0
		ND		0.21	82.1			0.79	78.9			3.49	69.9	
		ND		0.18	70.4			0.87	87.2			2.81	56.2	
		ND		0.18	72.5			0.80	80.2			2.84	56.9	
		ND		0.17	69.7			0.80	80.4			3.31	66.2	
		ND		0.18	73.0			0.84	83.6			3.15	63.0	
2	甲胺磷	ND	0.25	0.19	76.2	72.7	1.00	0.38	38.2	44.3	5.00	2.11	42.2	41.0
		ND		0.19	74.8			0.45	45.4			2.00	40.1	
		ND		0.18	72.7			0.45	45.3			1.83	36.6	
		ND		0.18	70.8			0.44	43.6			2.01	40.3	
		ND		0.17	69.3			0.47	47.4			2.16	43.3	
		ND		0.18	72.4			0.46	46.0			2.18	43.6	
3	速灭磷	ND	0.25	0.24	95.3	90.8	1.00	0.72	72.2	79.4	5.00	3.76	75.3	74.3
		ND		0.22	89.8			0.75	75.4			3.44	68.8	
		ND		0.23	91.0			0.86	85.7			3.88	77.7	
		ND		0.22	89.3			0.85	84.8			4.04	80.7	
		ND		0.22	88.7			0.79	78.8			3.65	72.9	
		ND		0.23	90.6			0.79	79.4			3.51	70.2	
4	内吸磷	ND	0.25	0.24	94.4	89.1	1.00	0.89	88.6	92.7	5.00	3.83	76.6	73.5
		ND		0.24	95.1			0.97	96.6			3.40	67.9	
		ND		0.23	92.8			0.94	93.9			3.82	76.4	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.22	86.8			0.94	94.0			3.83	76.6	
		ND		0.21	84.8			0.90	90.5			3.64	72.7	
		ND		0.20	80.7			0.93	92.6			3.52	70.5	
5	虫线磷	ND	0.25	0.23	93.7	93.9	1.00	0.96	96.4	102	5.00	4.56	91.3	89.8
		ND		0.24	96.2			0.98	98.1			4.04	80.8	
		ND		0.22	89.5			1.07	107			4.72	94.3	
		ND		0.24	94.1			1.03	103			4.71	94.3	
		ND		0.23	91.5			1.02	102			4.49	89.9	
		ND		0.25	98.4			1.06	106			4.42	88.3	
6	灭克磷	ND	0.25	0.24	97.6	92.5	1.00	0.93	93.2	98.1	5.00	4.53	90.6	88.9
		ND		0.23	93.4			0.93	93.1			4.01	80.1	
		ND		0.23	90.6			1.04	104			4.64	92.8	
		ND		0.23	93.1			0.99	99.0			4.64	92.9	
		ND		0.22	88.3			0.97	97.4			4.45	88.9	
		ND		0.23	91.9			1.02	102			4.39	87.8	
7	甲拌磷	ND	0.25	0.24	94.5	91.6	1.00	0.95	95.4	99.4	5.00	4.36	87.1	84.9
		ND		0.24	94.1			0.96	95.6			3.85	76.9	
		ND		0.22	87.9			1.04	104			4.43	88.6	
		ND		0.23	93.0			1.00	99.7			4.44	88.7	
		ND		0.22	88.1			0.99	99.3			4.21	84.1	
		ND		0.23	91.8			1.03	103			4.19	83.7	
8	治螟磷	ND	0.25	0.25	102	99.5	1.00	0.97	96.7	101	5.00	4.58	91.7	90.0

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.25	98.1			0.97	97.0			4.07	81.4	
		ND		0.23	93.8			1.05	105			4.71	94.2	
		ND		0.26	104			1.02	102			4.70	94.0	
		ND		0.25	99.0			1.00	100			4.50	89.9	
		ND		0.25	101			1.06	106			4.45	89.0	
9	二嗪农	ND	0.25	0.25	99.7	96.4	1.00	0.99	99.0	103	5.00	4.67	93.4	91.7
		ND		0.24	95.1			0.98	98.0			4.14	82.9	
		ND		0.24	95.3			1.08	109			4.78	95.7	
		ND		0.23	91.5			1.04	104			4.77	95.3	
		ND		0.24	95.1			1.02	102			4.60	92.0	
		ND		0.25	102			1.07	107			4.55	91.0	
10	地虫硫磷	ND	0.25	0.25	101	95.1	1.00	0.99	99.5	104	5.00	4.60	91.9	90.2
		ND		0.25	99.6			1.01	101			4.06	81.2	
		ND		0.24	94.1			1.07	107			4.72	94.3	
		ND		0.22	89.6			1.04	104			4.70	94.1	
		ND		0.23	90.2			1.06	106			4.51	90.3	
		ND		0.24	96.6			1.08	108			4.48	89.6	
11	乙拌磷	ND	0.25	0.23	91.4	87.2	1.00	0.95	94.9	94.9	5.00	4.08	81.5	80.2
		ND		0.23	93.2			0.93	92.7			3.67	73.4	
		ND		0.20	80.4			0.95	95.4			4.17	83.4	
		ND		0.21	85.5			0.98	97.6			4.21	84.1	
		ND		0.21	85.9			0.96	96.0			3.97	79.5	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.22	86.5			0.93	92.9			3.95	79.0	
12	异稻瘟净	ND	0.25	0.24	98.0	94.9	1.00	1.02	102	107	5.00	5.15	103	101
		ND		0.24	96.1			1.01	101			4.61	92.3	
		ND		0.23	93.3			1.14	114			5.25	105	
		ND		0.23	93.1			1.07	107			5.21	104	
		ND		0.23	91.2			1.05	106			5.10	102	
		ND		0.24	97.5			1.11	111			5.02	100	
13	除线磷	ND	0.25	0.27	108	102	1.00	0.99	98.7	103	5.00	4.64	92.8	91.1
		ND		0.25	100.0			0.98	98.0			4.11	82.1	
		ND		0.24	97.3			1.09	109			4.75	95.0	
		ND		0.24	95.5			1.03	103			4.74	94.9	
		ND		0.26	105			1.05	105			4.57	91.3	
		ND		0.26	105			1.07	107			4.51	90.2	
14	久效磷	ND	0.25	0.22	89.3	86.2	1.00	0.54	54.0	61.9	5.00	3.83	76.6	72.3
		ND		0.20	80.9			0.65	64.5			3.51	70.2	
		ND		0.21	83.2			0.65	65.3			3.53	70.5	
		ND		0.21	83.0			0.61	61.5			3.70	73.9	
		ND		0.22	86.6			0.64	64.0			3.62	72.4	
		ND		0.24	94.2			0.62	62.1			3.51	70.2	
15	乐果	ND	0.25	0.22	87.5	86.8	1.00	0.90	89.9	95.5	5.00	4.49	89.9	87.3
		ND		0.21	85.7			0.91	91.3			4.00	80.1	
		ND		0.21	83.3			1.01	101			4.52	90.4	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.21	83.4			0.97	96.9			4.55	91.0	
		ND		0.21	85.8			0.94	93.6			4.32	86.4	
		ND		0.24	94.9			1.00	100			4.29	85.7	
16	皮蝇磷	ND	0.25	0.23	91.5	93.5	1.00	0.96	96.4	101	5.00	4.67	93.4	89.2
		ND		0.24	95.3			0.92	91.7			4.07	81.4	
		ND		0.21	86.0			1.06	106			4.52	90.3	
		ND		0.24	97.9			1.02	102			4.60	92.0	
		ND		0.23	91.8			1.02	102			4.46	89.1	
		ND		0.25	98.6			1.06	106			4.46	89.2	
17	甲基立枯磷	ND	0.25	0.24	95.9	96.8	1.00	0.98	98.4	104	5.00	4.65	93.0	90.9
		ND		0.25	99.5			0.98	98.1			4.11	82.1	
		ND		0.23	92.1			1.10	110			4.71	94.1	
		ND		0.24	97.4			1.05	105			4.73	94.5	
		ND		0.23	92.6			1.02	102			4.56	91.2	
		ND		0.26	103			1.09	109			4.52	90.4	
18	毒死蜱	ND	0.25	0.27	108	103	1.00	0.98	98.2	103	5.00	4.67	93.4	91.4
		ND		0.24	96.3			1.00	99.5			4.12	82.5	
		ND		0.25	100			1.09	110			4.75	95.1	
		ND		0.25	98.9			1.02	102			4.76	95.2	
		ND		0.26	102			1.00	99.9			4.58	91.6	
		ND		0.28	110			1.07	107			4.54	90.8	
19	甲基对硫磷	ND	0.25	0.26	105	98.2	1.00	0.96	95.8	99.3	5.00	4.70	93.9	90.5

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.21	85.5			0.92	92.3			4.14	82.8	
		ND		0.26	105			1.06	106			4.62	92.3	
		ND		0.25	101			1.00	100			4.66	93.3	
		ND		0.23	91.6			0.97	97.0			4.51	90.2	
		ND		0.25	102			1.04	104			4.52	90.3	
20	倍硫磷	ND	0.25	0.23	92.6	89.1	1.00	0.97	97.1	102	5.00	4.59	91.8	89.8
		ND		0.22	88.0			0.98	98.3			4.05	81.1	
		ND		0.21	84.5			1.06	106			4.67	93.4	
		ND		0.21	83.8			1.02	102			4.66	93.2	
		ND		0.23	91.4			1.01	101			4.49	89.7	
		ND		0.24	94.3			1.06	106			4.47	89.5	
21	马拉硫磷	ND	0.25	0.23	90.8	86.5	1.00	0.97	96.7	101	5.00	4.64	92.7	89.6
		ND		0.21	85.9			0.96	96.3			4.05	81.0	
		ND		0.21	82.1			1.07	107			4.61	92.2	
		ND		0.21	83.5			1.01	101			4.64	92.7	
		ND		0.21	85.6			1.00	99.6			4.49	89.7	
		ND		0.23	91.0			1.07	107			4.46	89.2	
22	溴硫磷	ND	0.25	0.25	101	98.0	1.00	0.97	96.8	101	5.00	4.68	93.5	89.3
		ND		0.23	92.8			0.94	93.7			4.06	81.2	
		ND		0.25	98.0			1.07	107			4.54	90.8	
		ND		0.25	100			1.02	102			4.59	91.8	
		ND		0.23	93.9			1.01	101			4.46	89.2	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.25	102			1.07	107			4.47	89.5	
23	杀螟硫磷	ND	0.25	0.22	86.3	87.9	1.00	0.98	97.5	102	5.00	4.65	93.0	90.2
		ND		0.21	82.8			0.98	97.6			4.09	81.9	
		ND		0.25	98.2			1.06	106			4.62	92.3	
		ND		0.21	85.3			1.02	102			4.67	93.4	
		ND		0.21	83.6			1.00	99.8			4.52	90.3	
		ND		0.23	91.2			1.08	108			4.50	90.1	
24	对硫磷	ND	0.25	0.25	99.4	95.6	1.00	0.99	99.3	103	5.00	4.69	93.7	92.0
		ND		0.24	94.9			0.99	99.2			4.16	83.1	
		ND		0.23	91.8			1.09	109			4.81	96.1	
		ND		0.22	89.3			1.03	104			4.77	95.5	
		ND		0.23	93.7			1.00	100			4.59	91.9	
		ND		0.26	104			1.09	110			4.59	91.8	
25	育畜磷	ND	0.25	0.24	97.7	91.2	1.00	0.80	80.0	85.9	5.00	3.95	78.9	76.7
		ND		0.23	91.5			0.80	80.3			3.54	70.9	
		ND		0.22	88.5			0.94	94.2			4.01	80.2	
		ND		0.21	83.3			0.86	86.1			4.13	82.5	
		ND		0.22	86.6			0.85	84.8			3.64	72.8	
		ND		0.25	99.5			0.90	89.8			3.74	74.9	
26	水胺硫磷	ND	0.25	0.24	97.4	95.5	1.00	0.85	84.6	92.0	5.00	4.18	83.7	82.8
		ND		0.23	93.8			0.86	85.8			3.79	75.9	
		ND		0.22	86.9			1.01	102			4.42	88.4	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.25	99.1			0.93	92.5			4.36	87.3	
		ND		0.24	95.9			0.92	92.5			4.06	81.2	
		ND		0.25	100.0			0.95	95.2			4.00	80.1	
27	稻丰散	ND	0.25	0.26	102	98.9	1.00	0.99	99.2	104	5.00	4.80	96.0	93.0
		ND		0.24	97.7			0.97	96.9			4.23	84.6	
		ND		0.24	94.3			1.10	110			4.82	96.3	
		ND		0.26	103			1.04	104			4.86	97.2	
		ND		0.25	98.5			1.05	105			4.64	92.7	
		ND		0.24	97.7			1.10	110			4.57	91.4	
28	甲拌磷砜	ND	0.25	0.24	97.4	94.3	1.00	0.96	96.4	102	5.00	4.66	93.3	91.4
		ND		0.22	89.6			0.95	94.7			4.12	82.5	
		ND		0.23	90.2			1.09	109			4.76	95.2	
		ND		0.24	94.4			1.02	102			4.76	95.2	
		ND		0.23	90.2			1.01	101			4.55	91.0	
		ND		0.26	104			1.07	107			4.54	90.9	
29	丙硫磷	ND	0.25	0.25	101	97.1	1.00	0.99	98.9	104	5.00	4.67	93.3	90.9
		ND		0.24	97.6			0.97	96.9			4.09	81.9	
		ND		0.23	90.9			1.11	111			4.75	94.9	
		ND		0.24	97.3			1.03	103			4.74	94.7	
		ND		0.23	93.1			1.03	104			4.52	90.5	
		ND		0.26	103			1.11	111			4.51	90.3	
30	脱叶磷	ND	0.25	0.23	91.1	95.6	1.00	0.91	91.0	95.6	5.00	4.66	93.2	90.6

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.24	94.1			0.90	90.4			4.06	81.2	
		ND		0.24	97.1			1.02	102			4.75	95.0	
		ND		0.24	95.1			0.97	96.6			4.73	94.6	
		ND		0.23	93.4			0.95	94.7			4.49	89.9	
		ND		0.26	103			0.99	99.4			4.49	89.8	
31	杀虫畏	ND	0.25	0.22	89.9	92.7	1.00	0.87	86.9	95.8	5.00	4.96	99.1	93.6
		ND		0.23	90.1			0.96	96.5			4.41	88.2	
		ND		0.23	90.7			1.04	104			4.56	91.1	
		ND		0.25	99.1			0.97	97.3			4.92	98.4	
		ND		0.23	90.4			0.90	90.5			4.66	93.3	
		ND		0.24	95.8			1.00	100			4.56	91.2	
32	丙溴磷	ND	0.25	0.21	83.0	86.3	1.00	0.87	87.2	91.6	5.00	4.25	85.0	83.5
		ND		0.21	84.8			0.87	87.3			3.80	76.1	
		ND		0.23	93.0			0.99	99.4			4.41	88.1	
		ND		0.21	83.5			0.92	92.3			4.42	88.3	
		ND		0.21	83.1			0.89	89.1			4.06	81.3	
		ND		0.23	90.3			0.95	94.5			4.10	81.9	
33	地胺磷	ND	0.25	0.24	95.0	94.2	1.00	0.82	82.4	89.3	5.00	4.42	88.4	86.1
		ND		0.24	96.1			0.84	83.8			4.07	81.4	
		ND		0.22	86.8			0.96	96.4			4.50	90.1	
		ND		0.21	83.9			0.90	90.1			4.47	89.3	
		ND		0.25	98.1			0.87	87.4			4.25	84.9	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.26	105			0.96	95.5			4.13	82.6	
34	三硫磷	ND	0.25	0.25	99.2	94.1	1.00	0.96	95.7	102	5.00	4.65	93.0	90.5
		ND		0.23	90.5			0.95	94.5			4.07	81.4	
		ND		0.20	81.7			1.10	110			4.71	94.2	
		ND		0.22	88.6			1.00	99.6			4.70	93.9	
		ND		0.25	100.0			1.01	101			4.47	89.4	
		ND		0.26	104			1.08	108			4.54	90.8	
35	三唑磷	ND	0.25	0.24	95.1	92.6	1.00	0.96	96.1	103	5.00	4.67	93.5	90.5
		ND		0.22	87.8			0.96	96.2			4.10	81.9	
		ND		0.22	87.4			1.09	109			4.72	94.3	
		ND		0.23	93.2			1.02	102			4.71	94.2	
		ND		0.22	90.0			1.03	103			4.48	89.6	
		ND		0.26	102			1.11	111			4.48	89.6	

表 1-44　实验室 5 土壤样品加标测试数据

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
1	敌敌畏	ND	0.25	0.19	75.1	74.7	1.00	0.62	61.6	58.6	5.00	2.55	50.9	54.6
		ND		0.17	66.7			0.57	57.3			2.41	48.2	
		ND		0.20	78.8			0.58	58.0			2.90	57.9	
		ND		0.19	74.2			0.56	55.8			2.66	53.3	
		ND		0.20	79.0			0.61	61.4			3.01	60.2	
		ND		0.19	74.3			0.57	57.3			2.86	57.2	
2	甲胺磷	ND	0.25	0.19	76.9	76.1	1.00	0.59	58.9	59.0	5.00	2.57	51.4	55.3
		ND		0.18	73.1			0.57	57.2			2.63	52.6	
		ND		0.21	83.0			0.62	62.4			3.10	62.0	
		ND		0.20	79.2			0.59	58.7			2.71	54.3	
		ND		0.18	70.4			0.64	63.6			2.74	54.9	
		ND		0.19	74.1			0.53	53.3			2.83	56.5	
3	速灭磷	ND	0.25	0.25	99.5	98.7	1.00	0.73	72.8	77.0	5.00	3.41	68.2	73.3
		ND		0.24	95.3			0.74	74.3			3.46	69.1	
		ND		0.25	101			0.75	74.9			3.85	77.0	
		ND		0.25	98.9			0.74	74.0			3.63	72.6	
		ND		0.25	99.1			0.84	84.4			3.82	76.3	
		ND		0.24	97.8			0.81	81.5			3.82	76.5	
4	内吸磷	ND	0.25	0.26	104	100	1.00	0.71	71.3	79.0	5.00	3.40	68.0	72.8
		ND		0.25	99.5			0.77	77.3			3.61	72.2	
		ND		0.25	101			0.74	74.4			3.75	75.0	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.25	101			0.76	76.2			3.61	72.2	
		ND		0.24	96.3			0.89	88.9			3.64	72.8	
		ND		0.25	101			0.86	85.8			3.82	76.3	
5	虫线磷	ND	0.25	0.27	109	105	1.00	0.74	74.2	84.6	5.00	3.79	75.8	80.2
		ND		0.26	103			0.84	84.5			3.80	76.1	
		ND		0.27	108			0.83	83.1			4.29	85.8	
		ND		0.26	105			0.82	81.7			3.94	78.8	
		ND		0.26	104			0.93	93.3			4.10	82.1	
		ND		0.26	103			0.91	91.0			4.12	82.4	
6	灭克磷	ND	0.25	0.28	110	106	1.00	0.79	78.5	90.8	5.00	4.40	88.1	97.0
		ND		0.26	103			0.92	92.2			4.44	88.9	
		ND		0.27	110			0.88	87.7			5.15	103	
		ND		0.26	105			0.88	87.8			4.95	99.1	
		ND		0.26	104			0.99	99.4			5.19	104	
		ND		0.26	104			0.99	99.0			4.93	98.7	
7	甲拌磷	ND	0.25	0.26	103	99.7	1.00	0.72	72.0	81.2	5.00	3.73	74.6	78.6
		ND		0.25	98.1			0.80	80.5			3.75	75.0	
		ND		0.26	102			0.79	78.8			4.21	84.2	
		ND		0.25	99.5			0.78	78.2			3.85	77.0	
		ND		0.24	96.7			0.90	90.3			4.00	80.1	
		ND		0.25	98.6			0.87	87.4			4.03	80.5	
8	治螟磷	ND	0.25	0.28	112	108	1.00	0.78	78.4	92.4	5.00	4.08	81.6	85.0

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.27	107			0.91	91.0			4.05	81.0	
		ND		0.27	110			0.91	91.0			4.54	90.8	
		ND		0.27	109			0.92	91.9			4.20	83.9	
		ND		0.26	105			1.02	102			4.33	86.7	
		ND		0.26	105			1.00	100			4.29	85.8	
9	二嗪农	ND	0.25	0.28	111	108	1.00	0.84	84.0	95.4	5.00	4.28	85.6	88.3
		ND		0.27	107			0.95	94.8			4.21	84.1	
		ND		0.27	110			0.92	91.6			4.70	94.0	
		ND		0.27	109			0.93	92.6			4.39	87.7	
		ND		0.26	104			1.07	107			4.56	91.1	
		ND		0.27	106			1.03	103			4.36	87.3	
10	地虫硫磷	ND	0.25	0.27	109	105	1.00	0.83	83.1	94.3	5.00	4.45	89.0	90.6
		ND		0.26	103			0.94	93.8			4.17	83.5	
		ND		0.27	107			0.91	91.0			4.95	98.9	
		ND		0.27	106			0.91	91.2			4.40	88.0	
		ND		0.26	102			1.05	105			4.68	93.7	
		ND		0.26	104			1.02	102			4.52	90.3	
11	乙拌磷	ND	0.25	0.26	102	98.7	1.00	0.77	77.0	86.9	5.00	3.73	74.5	79.6
		ND		0.25	99.1			0.86	85.6			3.94	78.8	
		ND		0.25	98.7			0.81	81.1			4.15	83.0	
		ND		0.25	99.1			0.85	84.6			3.94	78.8	
		ND		0.24	94.9			0.97	96.9			3.99	79.7	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.25	98.0			0.96	96.2			4.14	82.8	
12	异稻瘟净	ND	0.25	0.28	113	108	1.00	0.80	79.7	91.4	5.00	4.19	83.9	87.3
		ND		0.27	109			0.91	91.5			4.19	83.9	
		ND		0.27	109			0.88	87.5			4.57	91.5	
		ND		0.27	109			0.89	88.6			4.34	86.9	
		ND		0.26	105			1.02	102			4.47	89.4	
		ND		0.26	105			0.99	98.6			4.39	87.9	
13	除线磷	ND	0.25	0.28	111	107	1.00	0.80	79.9	88.3	5.00	4.33	86.5	91.0
		ND		0.27	108			0.88	87.8			4.34	86.9	
		ND		0.27	107			0.85	84.7			4.81	96.2	
		ND		0.27	108			0.86	85.6			4.50	89.9	
		ND		0.26	105			0.96	95.8			4.68	93.6	
		ND		0.26	105			0.96	95.7			4.64	92.7	
14	久效磷	ND	0.25	0.26	104	97.3	1.00	0.72	72.2	80.6	5.00	3.86	77.1	80.3
		ND		0.25	98.1			0.85	84.7			3.79	75.8	
		ND		0.22	89.7			0.74	74.0			4.00	79.9	
		ND		0.25	102			0.84	84.0			4.09	81.7	
		ND		0.24	96.5			0.89	88.7			4.32	86.4	
		ND		0.23	93.4			0.80	80.2			4.05	81.0	
15	乐果	ND	0.25	0.28	111	106	1.00	0.80	79.8	89.4	5.00	4.37	87.5	94.2
		ND		0.27	107			0.90	90.3			4.47	89.3	
		ND		0.27	107			0.86	85.6			4.95	99.1	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.27	107			0.88	88.1			4.63	92.6	
		ND		0.26	104			0.95	94.7			4.97	99.5	
		ND		0.26	103			0.98	97.9			4.85	97.0	
16	皮蝇磷	ND	0.25	0.27	109	105	1.00	0.75	75.4	82.8	5.00	4.03	80.7	85.0
		ND		0.26	106			0.83	83.3			4.05	81.0	
		ND		0.26	104			0.78	78.3			4.43	88.6	
		ND		0.26	105			0.81	80.6			4.20	84.0	
		ND		0.25	102			0.90	89.8			4.43	88.7	
		ND		0.26	103			0.90	89.6			4.35	86.9	
17	甲基立枯磷	ND	0.25	0.28	113	107	1.00	0.83	83.3	92.2	5.00	4.34	86.7	91.4
		ND		0.27	107			0.93	93.1			4.32	86.5	
		ND		0.27	107			0.88	88.1			4.78	95.6	
		ND		0.27	108			0.91	91.1			4.51	90.2	
		ND		0.26	104			0.95	94.6			4.79	95.8	
		ND		0.26	105			1.03	103			4.67	93.4	
18	毒死蜱	ND	0.25	0.28	112	107	1.00	0.76	76.3	86.3	5.00	4.16	83.3	87.0
		ND		0.27	109			0.87	86.8			4.16	83.1	
		ND		0.27	107			0.82	82.0			4.61	92.2	
		ND		0.27	108			0.83	83.2			4.34	86.8	
		ND		0.26	104			0.96	96.1			4.45	89.0	
		ND		0.26	104			0.93	93.4			4.38	87.7	
19	甲基对硫磷	ND	0.25	0.27	108	104	1.00	0.75	75.1	84.5	5.00	3.91	78.3	82.6

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.26	105			0.87	86.8			3.91	78.1	
		ND		0.26	104			0.80	79.9			4.37	87.5	
		ND		0.26	102			0.82	82.4			4.11	82.2	
		ND		0.25	102			0.91	91.1			4.26	85.2	
		ND		0.25	101			0.92	91.7			4.21	84.1	
20	倍硫磷	ND	0.25	0.27	109	105	1.00	0.73	73.0	83.8	5.00	3.97	79.4	83.2
		ND		0.27	107			0.85	84.5			4.00	80.1	
		ND		0.26	105			0.78	78.2			4.37	87.5	
		ND		0.27	106			0.81	80.6			4.16	83.2	
		ND		0.25	101			0.95	94.8			4.22	84.3	
		ND		0.26	103			0.92	91.6			4.22	84.5	
21	马拉硫磷	ND	0.25	0.28	113	110	1.00	0.84	84.3	92.3	5.00	4.30	85.9	90.9
		ND		0.28	111			0.92	92.1			4.32	86.5	
		ND		0.27	108			0.87	86.9			4.79	95.9	
		ND		0.28	112			0.90	90.2			4.57	91.4	
		ND		0.27	107			1.02	102			4.67	93.4	
		ND		0.27	107			0.98	98.3			4.62	92.4	
22	溴硫磷	ND	0.25	0.28	112	106	1.00	0.68	67.8	79.3	5.00	3.87	77.3	80.1
		ND		0.27	108			0.83	82.9			3.82	76.4	
		ND		0.26	106			0.75	74.5			4.21	84.1	
		ND		0.26	105			0.76	76.1			3.99	79.8	
		ND		0.26	102			0.89	89.2			4.11	82.2	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.26	102			0.85	85.4			4.03	80.6	
23	杀螟硫磷	ND	0.25	0.28	110	106	1.00	0.79	79.2	87.9	5.00	3.95	78.9	83.4
		ND		0.27	107			0.91	91.4			4.10	82.0	
		ND		0.26	105			0.81	81.2			4.34	86.8	
		ND		0.27	107			0.87	86.6			4.29	85.9	
		ND		0.26	102			0.93	93.3			4.22	84.4	
		ND		0.26	103			0.96	95.7			4.13	82.6	
24	对硫磷	ND	0.25	0.28	111	106	1.00	0.78	77.9	87.5	5.00	4.12	82.4	86.0
		ND		0.27	108			0.89	89.0			4.15	82.9	
		ND		0.26	105			0.83	83.4			4.49	89.7	
		ND		0.26	106			0.85	85.0			4.28	85.6	
		ND		0.26	103			0.95	94.8			4.46	89.2	
		ND		0.25	102			0.95	95.0			4.30	86.0	
25	育畜磷	ND	0.25	0.29	114	107	1.00	0.77	77.4	87.6	5.00	4.21	84.3	87.8
		ND		0.27	110			0.88	87.9			4.20	83.9	
		ND		0.26	105			0.81	81.4			4.67	93.4	
		ND		0.27	106			0.84	84.1			4.40	88.0	
		ND		0.26	103			0.99	99.3			4.44	88.8	
		ND		0.26	103			0.95	95.5			4.43	88.6	
26	水胺硫磷	ND	0.25	0.28	110	104	1.00	0.77	77.0	87.7	5.00	4.35	86.9	89.4
		ND		0.27	107			0.88	88.1			4.23	84.6	
		ND		0.26	103			0.82	82.3			4.73	94.5	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.26	104			0.84	84.1			4.50	89.9	
		ND		0.25	99.9			0.99	98.9			4.59	91.8	
		ND		0.25	100			0.96	95.8			4.43	88.7	
27	稻丰散	ND	0.25	0.28	113	108	1.00	0.89	88.8	102	5.00	4.51	90.3	93.9
		ND		0.29	115			1.05	105			4.52	90.4	
		ND		0.26	106			0.97	97.2			5.00	100.0	
		ND		0.26	106			0.99	99.3			4.70	94.0	
		ND		0.26	102			1.07	107			4.73	94.6	
		ND		0.26	105			1.13	113			4.70	94.0	
28	甲拌磷砜	ND	0.25	0.29	114	109	1.00	0.81	80.8	90.9	5.00	4.74	94.7	98.4
		ND		0.28	110			0.93	92.9			4.69	93.8	
		ND		0.27	108			0.87	87.0			5.27	106	
		ND		0.27	109			0.89	88.8			4.96	99.3	
		ND		0.26	105			0.97	96.7			4.89	97.8	
		ND		0.26	105			0.99	99.0			4.97	99.4	
29	丙硫磷	ND	0.25	0.29	116	110	1.00	0.81	81.2	92.7	5.00	4.57	91.4	95.6
		ND		0.28	113			0.96	95.7			4.57	91.3	
		ND		0.27	109			0.88	88.3			5.14	103	
		ND		0.28	110			0.91	90.6			4.84	96.8	
		ND		0.26	104			0.98	98.1			4.73	94.6	
		ND		0.27	107			1.02	102			4.82	96.4	
30	脱叶磷	ND	0.25	0.29	115	110	1.00	0.96	95.8	108	5.00	5.25	105	109

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.29	115			1.13	113			5.21	104	
		ND		0.27	109			1.05	105			5.90	118	
		ND		0.27	108			1.08	108			5.55	111	
		ND		0.26	105			1.08	108			5.18	104	
		ND		0.27	107			1.21	121			5.53	111	
31	杀虫畏	ND	0.25	0.28	111	105	1.00	0.75	75.3	84.1	5.00	4.25	85.1	88.0
		ND		0.27	108			0.87	86.5			4.27	85.4	
		ND		0.26	103			0.80	80.2			4.73	94.5	
		ND		0.26	106			0.83	82.9			4.41	88.2	
		ND		0.26	102			0.88	88.0			4.26	85.2	
		ND		0.25	102			0.92	91.9			4.47	89.4	
32	丙溴磷	ND	0.25	0.29	117	110	1.00	0.86	85.9	95.4	5.00	4.65	93.1	96.0
		ND		0.28	113			0.99	99.2			4.59	91.9	
		ND		0.27	109			0.91	91.3			5.17	103	
		ND		0.28	111			0.95	95.3			4.88	97.5	
		ND		0.27	107			0.96	96.1			4.70	94.0	
		ND		0.27	107			1.05	105			4.81	96.2	
33	地胺磷	ND	0.25	0.27	107	102	1.00	0.77	76.8	85.6	5.00	4.02	80.4	84.5
		ND		0.26	106			0.84	84.1			3.93	78.6	
		ND		0.24	94.7			0.75	75.0			4.30	86.1	
		ND		0.26	106			0.84	84.1			4.42	88.4	
		ND		0.25	101			0.99	98.6			4.45	88.9	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.25	99.4			0.95	95.2			4.23	84.5	
34	三硫磷	ND	0.25	0.28	110	107	1.00	0.75	74.6	85.2	5.00	4.40	88.0	91.3
		ND		0.28	111			0.86	86.4			4.27	85.3	
		ND		0.26	106			0.80	79.7			4.93	98.5	
		ND		0.27	106			0.81	81.1			4.53	90.6	
		ND		0.26	104			0.95	95.0			4.61	92.2	
		ND		0.26	105			0.94	94.3			4.65	93.0	
35	三唑磷	ND	0.25	0.29	115	109	1.00	0.81	80.6	90.4	5.00	4.62	92.3	94.3
		ND		0.28	114			0.92	92.5			4.51	90.2	
		ND		0.27	108			0.85	84.6			5.08	102	
		ND		0.27	108			0.86	85.7			4.72	94.4	
		ND		0.26	105			1.01	101			4.83	96.5	
		ND		0.26	105			0.98	97.6			4.62	92.3	

表 1-45　实验室 6 土壤样品加标测试数据

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
1	敌敌畏	ND	0.25	0.17	69.5	65.6	1.00	0.69	68.6	67.3	5.00	3.38	67.6	66.6
		ND		0.17	66.3			0.68	68.2			3.40	68.0	
		ND		0.17	66.7			0.68	68.2			3.45	69.1	
		ND		0.15	60.0			0.68	68.0			3.06	61.1	
		ND		0.16	65.8			0.64	63.6			3.45	68.9	
		ND		0.16	65.1			0.67	67.1			3.25	64.9	
2	甲胺磷	ND	0.25	0.15	58.9	55.5	1.00	0.58	57.8	57.2	5.00	2.97	59.4	58.1
		ND		0.14	56.7			0.57	57.3			2.92	58.4	
		ND		0.15	58.7			0.58	58.1			2.97	59.4	
		ND		0.13	50.8			0.57	56.8			2.91	58.2	
		ND		0.14	57.0			0.57	56.7			2.94	58.9	
		ND		0.13	50.7			0.57	56.7			2.70	54.1	
3	速灭磷	ND	0.25	0.28	114	109	1.00	0.83	83.5	88.4	5.00	4.17	83.3	81.0
		ND		0.24	95.7			0.98	98.5			3.95	79.0	
		ND		0.28	113			0.85	84.8			4.11	82.1	
		ND		0.25	100			0.88	87.6			3.90	78.0	
		ND		0.28	111			0.84	83.6			4.15	83.0	
		ND		0.30	119			0.93	92.5			4.02	80.4	
4	内吸磷	ND	0.25	0.27	110	108	1.00	0.75	74.9	82.2	5.00	3.53	70.7	70.7
		ND		0.23	92.9			0.93	93.2			3.53	70.5	
		ND		0.27	108			0.75	75.1			3.50	70.0	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.26	105			0.80	80.5			3.56	71.2	
		ND		0.29	114			0.82	82.0			3.56	71.1	
		ND		0.29	116			0.88	87.6			3.55	70.9	
5	虫线磷	ND	0.25	0.24	94.0	107	1.00	0.85	85.0	91.5	5.00	4.20	84.0	83.3
		ND		0.24	96.9			1.00	99.8			3.99	79.9	
		ND		0.28	113			0.86	85.7			4.31	86.2	
		ND		0.27	107			0.93	93.0			4.05	81.0	
		ND		0.29	116			0.89	89.0			4.28	85.5	
		ND		0.28	114			0.96	96.3			4.17	83.3	
6	灭克磷	ND	0.25	0.29	116	111	1.00	0.85	85.3	91.8	5.00	4.18	83.6	83.0
		ND		0.25	98.3			1.00	99.9			3.96	79.3	
		ND		0.28	114			0.86	86.1			4.26	85.3	
		ND		0.27	109			0.93	93.3			4.06	81.2	
		ND		0.29	118			0.90	89.6			4.28	85.6	
		ND		0.29	114			0.97	96.8			4.15	83.1	
7	甲拌磷	ND	0.25	0.29	118	114	1.00	0.81	81.0	88.1	5.00	3.98	79.6	78.2
		ND		0.24	97.3			0.98	97.5			3.73	74.7	
		ND		0.30	118			0.82	82.4			4.01	80.2	
		ND		0.28	110			0.89	89.2			3.83	76.6	
		ND		0.30	119			0.85	85.5			4.00	80.0	
		ND		0.30	120			0.93	93.0			3.90	78.0	
8	治螟磷	ND	0.25	0.29	118	113	1.00	0.86	85.7	92.9	5.00	4.31	86.2	85.3

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.24	97.5			1.01	101			4.07	81.4	
		ND		0.29	118			0.87	87.2			4.39	87.8	
		ND		0.28	110			0.95	94.6			4.21	84.2	
		ND		0.29	116			0.91	91.0			4.35	87.1	
		ND		0.29	117			0.98	98.2			4.26	85.2	
9	二嗪农	ND	0.25	0.29	117	114	1.00	0.87	86.5	93.9	5.00	4.14	82.8	82.6
		ND		0.25	101			1.02	102			3.91	78.3	
		ND		0.28	114			0.87	87.1			4.25	85.1	
		ND		0.28	114			0.96	95.7			4.05	81.1	
		ND		0.30	120			0.92	92.5			4.28	85.6	
		ND		0.30	119			1.00	100			4.13	82.6	
10	地虫硫磷	ND	0.25	0.29	116	112	1.00	0.86	85.8	92.8	5.00	4.18	83.5	83.2
		ND		0.25	99.3			1.01	101			3.97	79.3	
		ND		0.29	115			0.86	86.4			4.29	85.7	
		ND		0.28	111			0.94	94.3			4.08	81.6	
		ND		0.29	116			0.91	91.0			4.30	86.1	
		ND		0.29	116			0.98	98.5			4.16	83.2	
11	乙拌磷	ND	0.25	0.27	109	108	1.00	0.76	75.8	83.1	5.00	3.63	72.7	73.4
		ND		0.23	92.5			0.94	93.5			3.59	71.9	
		ND		0.29	115			0.76	76.0			3.56	71.3	
		ND		0.26	105			0.81	81.4			3.72	74.3	
		ND		0.29	114			0.83	83.2			3.84	76.8	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.28	111			0.89	88.6			3.66	73.1	
12	异稻瘟净	ND	0.25	0.29	116	114	1.00	0.87	87.2	95.1	5.00	4.24	84.7	84.5
		ND		0.25	102			1.03	103			3.99	79.8	
		ND		0.29	118			0.89	88.6			4.36	87.2	
		ND		0.29	116			0.98	97.6			4.15	82.9	
		ND		0.29	117			0.94	93.8			4.39	87.8	
		ND		0.29	117			1.01	101			4.21	84.3	
13	除线磷	ND	0.25	0.29	115	110	1.00	0.87	86.7	94.0	5.00	4.18	83.6	83.2
		ND		0.25	101			1.02	102			3.94	78.8	
		ND		0.28	110			0.87	87.2			4.28	85.6	
		ND		0.28	113			0.96	96.0			4.08	81.5	
		ND		0.29	115			0.92	92.5			4.33	86.7	
		ND		0.27	108			1.00	99.9			4.16	83.1	
14	久效磷	ND	0.25	0.27	106	98.2	1.00	0.80	79.6	89.1	5.00	4.04	80.8	80.0
		ND		0.24	97.3			0.92	92.1			3.68	73.7	
		ND		0.21	83.9			0.89	89.0			4.25	85.0	
		ND		0.26	105			0.96	95.7			4.00	80.0	
		ND		0.28	111			0.89	89.1			4.23	84.5	
		ND		0.21	85.7			0.89	89.2			3.81	76.2	
15	乐果	ND	0.25	0.30	118	113	1.00	0.87	87.2	95.3	5.00	4.30	86.1	85.7
		ND		0.25	101			1.03	103			4.07	81.4	
		ND		0.30	118			0.89	88.6			4.40	88.1	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.28	113			0.98	97.6			4.19	83.9	
		ND		0.29	115			0.94	93.8			4.45	89.1	
		ND		0.28	112			1.02	102			4.29	85.7	
16	皮蝇磷	ND	0.25	0.29	115	113	1.00	0.84	84.4	91.9	5.00	4.11	82.1	82.1
		ND		0.25	98.5			0.99	99.0			3.84	76.7	
		ND		0.29	116			0.84	84.0			4.25	85.0	
		ND		0.28	112			0.95	94.6			4.03	80.5	
		ND		0.29	118			0.91	90.8			4.30	86.1	
		ND		0.30	118			0.98	98.5			4.11	82.2	
17	甲基立枯磷	ND	0.25	0.29	117	113	1.00	0.87	86.6	94.0	5.00	4.20	83.9	83.8
		ND		0.25	101			1.02	102			3.95	79.0	
		ND		0.28	114			0.87	87.0			4.31	86.2	
		ND		0.29	114			0.96	96.1			4.12	82.3	
		ND		0.29	116			0.93	92.7			4.38	87.7	
		ND		0.28	114			1.00	100			4.19	83.7	
18	毒死蜱	ND	0.25	0.29	117	109	1.00	0.87	86.8	94.5	5.00	4.17	83.4	82.9
		ND		0.25	101			1.02	102			3.91	78.2	
		ND		0.29	117			0.88	87.6			4.27	85.4	
		ND		0.29	114			0.96	96.4			4.06	81.2	
		ND		0.25	99.3			0.93	93.3			4.31	86.3	
		ND		0.27	108			1.01	101			4.14	82.9	
19	甲基对硫磷	ND	0.25	0.29	117	111	1.00	0.85	85.0	92.7	5.00	4.14	82.9	82.9

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.25	101			1.00	99.8			3.88	77.6	
		ND		0.29	115			0.85	85.0			4.27	85.5	
		ND		0.29	115			0.95	95.4			4.06	81.2	
		ND		0.26	104			0.92	91.6			4.34	86.9	
		ND		0.29	117			1.00	99.6			4.15	83.0	
20	倍硫磷	ND	0.25	0.29	115	109	1.00	0.85	84.7	92.4	5.00	3.97	79.4	81.5
		ND		0.25	99.3			1.00	101			3.93	78.6	
		ND		0.26	105			0.86	85.8			4.02	80.3	
		ND		0.28	112			0.93	93.3			4.03	80.6	
		ND		0.29	116			0.92	91.5			4.32	86.5	
		ND		0.26	105			0.99	98.7			4.19	83.8	
21	马拉硫磷	ND	0.25	0.29	117	109	1.00	0.87	86.5	94.7	5.00	4.18	83.6	83.8
		ND		0.25	100			1.02	102			3.92	78.5	
		ND		0.26	105			0.88	87.9			4.36	87.2	
		ND		0.29	114			0.97	97.4			4.12	82.3	
		ND		0.28	114			0.94	93.6			4.36	87.2	
		ND		0.26	102			1.01	101			4.19	83.9	
22	溴硫磷	ND	0.25	0.29	115	105	1.00	0.85	84.6	92.3	5.00	4.07	81.4	81.6
		ND		0.25	99.1			0.99	99.4			3.79	75.8	
		ND		0.25	100			0.85	84.7			4.23	84.7	
		ND		0.28	113			0.95	95.0			4.00	80.0	
		ND		0.27	106			0.91	91.0			4.30	85.9	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.24	95.3			0.99	99.1			4.08	81.6	
23	杀螟硫磷	ND	0.25	0.29	117	106	1.00	0.86	85.6	93.2	5.00	4.15	83.0	83.1
		ND		0.25	101			1.01	101			3.89	77.9	
		ND		0.26	103			0.86	86.0			4.28	85.6	
		ND		0.29	115			0.95	95.5			4.09	81.7	
		ND		0.25	101			0.92	92.0			4.34	86.7	
		ND		0.24	96.9			1.00	99.5			4.19	83.8	
24	对硫磷	ND	0.25	0.29	118	111	1.00	0.87	87.0	94.6	5.00	4.24	84.9	84.6
		ND		0.25	102			1.02	102			3.99	79.7	
		ND		0.26	104			0.88	87.8			4.34	86.8	
		ND		0.29	116			0.97	96.7			4.16	83.1	
		ND		0.28	112			0.93	93.4			4.41	88.2	
		ND		0.29	117			1.01	101			4.23	84.7	
25	育畜磷	ND	0.25	0.29	117	112	1.00	0.87	87.4	94.6	5.00	4.27	85.4	85.2
		ND		0.25	98.7			1.03	103			4.05	81.0	
		ND		0.29	118			0.88	88.1			4.31	86.2	
		ND		0.28	111			0.96	96.1			4.19	83.8	
		ND		0.29	114			0.93	93.0			4.43	88.5	
		ND		0.29	114			1.00	100			4.30	86.1	
26	水胺硫磷	ND	0.25	0.29	118	110	1.00	0.89	88.9	96.5	5.00	4.30	86.1	85.9
		ND		0.25	101			1.05	105			4.06	81.2	
		ND		0.27	109			0.90	89.7			4.41	88.1	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.28	112			0.98	98.3			4.20	84.0	
		ND		0.27	108			0.95	95.2			4.49	89.8	
		ND		0.28	113			1.02	102			4.30	86.0	
27	稻丰散	ND	0.25	0.28	114	114	1.00	0.84	84.0	93.3	5.00	4.17	83.5	81.4
		ND		0.28	113			1.01	101			3.77	75.5	
		ND		0.30	118			0.86	86.0			4.25	85.0	
		ND		0.29	115			0.96	96.3			3.96	79.1	
		ND		0.28	110			0.92	91.9			4.18	83.5	
		ND		0.28	111			1.00	100			4.07	81.5	
28	甲拌磷砜	ND	0.25	0.30	118	113	1.00	0.88	88.1	95.8	5.00	4.11	82.1	83.9
		ND		0.25	102			1.04	104			3.97	79.4	
		ND		0.29	116			0.89	88.9			4.23	84.7	
		ND		0.29	115			0.98	98.0			4.11	82.1	
		ND		0.29	117			0.95	94.6			4.45	89.1	
		ND		0.28	110			1.02	102			4.30	85.9	
29	丙硫磷	ND	0.25	0.29	117	113	1.00	0.88	87.5	95.1	5.00	4.18	83.5	84.5
		ND		0.25	102			1.03	103			4.20	84.0	
		ND		0.27	110			0.88	88.1			4.31	86.1	
		ND		0.29	115			0.97	96.9			4.11	82.2	
		ND		0.29	118			0.94	94.0			4.37	87.4	
		ND		0.29	115			1.01	101			4.18	83.5	
30	脱叶磷	ND	0.25	0.29	118	113	1.00	0.88	87.8	95.3	5.00	4.24	84.8	86.4

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.26	102			1.03	103			4.42	88.3	
		ND		0.28	112			0.88	88.3			4.37	87.5	
		ND		0.29	115			0.97	97.2			4.18	83.7	
		ND		0.28	112			0.94	94.3			4.44	88.7	
		ND		0.29	116			1.01	101			4.27	85.3	
31	杀虫畏	ND	0.25	0.29	118	112	1.00	0.89	88.5	96.7	5.00	4.64	92.9	90.1
		ND		0.26	103			1.05	105			4.51	90.3	
		ND		0.28	112			0.89	88.7			4.51	90.3	
		ND		0.29	114			0.99	98.7			4.11	82.1	
		ND		0.28	113			0.95	95.1			4.49	89.8	
		ND		0.29	114			1.04	104			4.75	95.0	
32	丙溴磷	ND	0.25	0.30	118	113	1.00	0.88	88.2	95.8	5.00	4.62	92.5	90.6
		ND		0.26	103			1.04	104			4.72	94.4	
		ND		0.29	118			0.88	88.4			4.66	93.2	
		ND		0.29	115			0.98	97.7			4.66	93.2	
		ND		0.28	112			0.94	94.4			4.39	87.8	
		ND		0.28	114			1.02	102			4.12	82.5	
33	地胺磷	ND	0.25	0.29	115	109	1.00	0.86	86.3	92.1	5.00	4.73	94.6	91.7
		ND		0.25	101			1.01	101			4.59	91.8	
		ND		0.29	116			0.87	87.4			4.77	95.4	
		ND		0.27	106			0.91	90.6			4.67	93.5	
		ND		0.29	116			0.90	89.7			4.43	88.6	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.25	101			0.97	97.4			4.31	86.2	
34	三硫磷	ND	0.25	0.29	118	113	1.00	0.86	86.5	94.3	5.00	4.86	97.2	94.5
		ND		0.25	101			1.03	103			4.63	92.7	
		ND		0.28	113			0.87	86.9			5.15	103	
		ND		0.29	115			0.96	96.2			5.02	100	
		ND		0.29	115			0.94	93.5			4.42	88.4	
		ND		0.29	117			1.00	100			4.26	85.3	
35	三唑磷	ND	0.25	0.29	115	112	1.00	0.98	97.8	101	5.00	5.19	104	101
		ND		0.27	107			1.06	106			4.99	99.8	
		ND		0.29	115			0.98	97.8			5.27	105	
		ND		0.28	112			1.02	102			5.09	102	
		ND		0.29	115			0.97	96.6			5.04	101	
		ND		0.27	109			1.05	105			4.60	92.0	

表 1-46　实验室 1 沉积物样品加标测试数据

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
1	敌敌畏	ND	0.25	0.24	94.9	88.6	1.00	0.76	76.4	74.3	5.00	4.67	93.3	85.6
		ND		0.24	95.3			0.71	71.1			3.64	72.9	
		ND		0.20	81.8			0.81	81.3			4.72	94.4	
		ND		0.22	88.2			0.76	76.0			4.43	88.7	
		ND		0.21	85.6			0.66	65.8			4.65	93.0	
		ND		0.22	86.0			0.75	75.1			3.57	71.4	
2	甲胺磷	ND	0.25	0.18	72.1	81.6	1.00	0.45	45.1	38.9	5.00	4.08	81.6	75.8
		ND		0.23	91.1			0.46	45.7			3.68	73.6	
		ND		0.19	77.6			0.34	33.9			3.70	74.0	
		ND		0.21	83.2			0.36	35.7			4.05	81.1	
		ND		0.20	79.4			0.34	34.1			3.69	73.9	
		ND		0.21	85.9			0.39	39.1			3.54	70.8	
3	速灭磷	ND	0.25	0.25	98.2	97.1	1.00	0.87	86.8	85.5	5.00	4.69	93.8	90.1
		ND		0.25	102			0.81	81.4			4.05	81.1	
		ND		0.23	90.5			0.89	89.1			4.72	94.3	
		ND		0.24	97.2			0.86	86.3			4.84	96.7	
		ND		0.24	98.0			0.82	82.2			4.84	96.9	
		ND		0.24	97.3			0.87	87.0			3.90	78.0	
4	内吸磷	ND	0.25	0.19	76.4	80.1	1.00	0.81	80.8	79.4	5.00	3.40	68.1	70.9
		ND		0.20	81.0			0.79	78.7			3.35	66.9	
		ND		0.19	77.7			0.79	79.3			3.52	70.4	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.21	83.1			0.80	79.8			3.71	74.1	
		ND		0.20	82.0			0.76	75.6			3.92	78.4	
		ND		0.20	80.3			0.82	82.1			3.37	67.4	
5	虫线磷	ND	0.25	0.23	90.9	89.3	1.00	0.88	87.6	86.8	5.00	4.75	95.0	91.6
		ND		0.23	90.8			0.84	84.3			4.15	82.9	
		ND		0.21	85.5			0.88	87.6			4.76	95.3	
		ND		0.23	90.0			0.87	86.9			4.83	96.6	
		ND		0.23	90.4			0.82	82.0			4.95	99.0	
		ND		0.22	88.2			0.92	92.4			4.05	81.0	
6	灭克磷	ND	0.25	0.23	90.3	89.1	1.00	0.87	86.8	86.3	5.00	4.71	94.2	91.6
		ND		0.22	90.0			0.83	83.4			4.06	81.2	
		ND		0.21	85.0			0.87	87.2			4.79	95.8	
		ND		0.23	90.6			0.86	86.4			4.87	97.5	
		ND		0.23	90.1			0.82	81.5			4.96	99.1	
		ND		0.22	88.8			0.92	92.3			4.07	81.5	
7	甲拌磷	ND	0.25	0.20	81.4	84.8	1.00	0.83	83.5	82.7	5.00	4.47	89.3	87.5
		ND		0.22	86.4			0.81	80.9			3.96	79.2	
		ND		0.20	81.6			0.83	82.9			4.56	91.2	
		ND		0.22	87.2			0.83	83.5			4.64	92.7	
		ND		0.22	87.1			0.79	78.7			4.79	95.9	
		ND		0.21	85.3			0.87	86.7			3.82	76.4	
8	治螟磷	ND	0.25	0.23	90.5	89.8	1.00	0.88	87.9	87.2	5.00	4.73	94.6	93.1

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.23	91.4			0.85	84.8			4.32	86.5	
		ND		0.22	86.2			0.89	88.5			4.84	96.9	
		ND		0.23	90.7			0.87	86.7			4.92	98.4	
		ND		0.23	90.8			0.82	82.3			4.99	99.8	
		ND		0.22	89.2			0.93	92.8			4.12	82.5	
9	二嗪农	ND	0.25	0.22	89.1	87.6	1.00	0.88	87.6	87.0	5.00	4.36	87.1	85.7
		ND		0.22	89.8			0.84	84.3			4.06	81.1	
		ND		0.21	83.9			0.88	88.3			4.46	89.2	
		ND		0.22	88.1			0.87	87.0			4.49	89.8	
		ND		0.22	88.1			0.82	81.9			4.54	90.8	
		ND		0.22	86.8			0.93	92.6			3.80	76.0	
10	地虫硫磷	ND	0.25	0.22	89.7	88.4	1.00	0.88	87.8	87.1	5.00	4.67	93.5	91.6
		ND		0.22	90.0			0.84	84.5			4.25	85.0	
		ND		0.21	85.1			0.88	88.3			4.78	95.7	
		ND		0.22	89.3			0.87	87.1			4.84	96.8	
		ND		0.22	89.0			0.82	82.0			4.93	98.5	
		ND		0.22	87.4			0.93	92.9			3.99	79.8	
11	乙拌磷	ND	0.25	0.19	77.7	80.6	1.00	0.82	82.2	81.1	5.00	3.59	71.8	74.2
		ND		0.20	81.5			0.80	80.2			3.56	71.3	
		ND		0.20	78.4			0.81	81.0			3.68	73.7	
		ND		0.21	83.5			0.81	81.4			3.89	77.8	
		ND		0.21	82.2			0.77	76.9			4.06	81.2	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.20	80.5			0.85	84.8			3.47	69.5	
12	异稻瘟净	ND	0.25	0.24	96.7	96.5	1.00	0.90	90.1	89.8	5.00	4.69	93.9	92.2
		ND		0.24	97.8			0.87	86.8			4.26	85.1	
		ND		0.23	92.3			0.91	91.4			4.78	95.6	
		ND		0.25	98.3			0.90	90.2			4.85	97.1	
		ND		0.24	97.3			0.84	84.5			5.00	100.0	
		ND		0.24	96.3			0.96	95.9			4.06	81.2	
13	除线磷	ND	0.25	0.23	90.2	88.3	1.00	0.88	88.3	87.8	5.00	4.55	91.0	90.3
		ND		0.22	89.8			0.85	85.2			4.19	83.7	
		ND		0.21	84.9			0.89	89.0			4.68	93.7	
		ND		0.22	88.7			0.88	88.1			4.75	95.0	
		ND		0.22	88.6			0.82	82.5			4.92	98.4	
		ND		0.22	87.4			0.94	93.9			3.98	79.7	
14	久效磷	ND	0.25	0.31	124	83.9	1.00	0.75	75.0	69.7	5.00	4.92	98.4	94.7
		ND		0.19	74.0			0.78	77.6			4.44	88.9	
		ND		0.20	78.5			0.76	76.5			4.70	94.0	
		ND		0.18	71.2			0.53	53.2			5.02	100	
		ND		0.19	76.5			0.60	60.3			4.91	98.2	
		ND		0.20	79.0			0.76	75.6			4.40	88.1	
15	乐果	ND	0.25	0.24	95.8	94.4	1.00	0.88	88.3	87.7	5.00	4.59	91.9	89.4
		ND		0.24	97.6			0.84	84.0			4.06	81.2	
		ND		0.22	89.3			0.90	90.4			4.66	93.1	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.24	95.0			0.88	87.8			4.79	95.8	
		ND		0.24	94.6			0.84	83.7			4.83	96.6	
		ND		0.24	94.3			0.92	92.1			3.89	77.9	
16	皮蝇磷	ND	0.25	0.22	89.5	87.6	1.00	0.89	88.6	87.8	5.00	4.61	92.1	90.5
		ND		0.22	89.3			0.85	84.9			4.16	83.1	
		ND		0.21	84.2			0.89	89.1			4.70	94.1	
		ND		0.22	87.9			0.88	88.0			4.81	96.3	
		ND		0.22	88.4			0.83	82.7			4.91	98.2	
		ND		0.22	86.2			0.93	93.3			3.96	79.1	
17	甲基立枯磷	ND	0.25	0.22	89.7	88.1	1.00	0.88	88.1	87.8	5.00	4.55	91.0	90.2
		ND		0.22	89.6			0.85	85.3			4.18	83.6	
		ND		0.21	84.6			0.89	89.2			4.63	92.6	
		ND		0.22	89.0			0.88	87.9			4.88	97.7	
		ND		0.22	88.7			0.83	82.6			4.69	93.9	
		ND		0.22	87.0			0.94	93.8			4.13	82.6	
18	毒死蜱	ND	0.25	0.23	90.1	88.5	1.00	0.89	88.5	87.7	5.00	4.58	91.6	89.9
		ND		0.22	89.9			0.85	84.8			4.17	83.4	
		ND		0.21	85.5			0.89	88.9			4.67	93.4	
		ND		0.22	89.0			0.87	87.3			4.77	95.3	
		ND		0.22	89.3			0.83	82.7			4.82	96.4	
		ND		0.22	87.4			0.94	94.0			3.97	79.5	
19	甲基对硫磷	ND	0.25	0.23	92.2	90.9	1.00	0.91	90.6	89.7	5.00	4.45	89.0	86.6

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.23	92.7			0.87	87.0			4.00	80.0	
		ND		0.22	87.4			0.91	91.4			4.51	90.2	
		ND		0.23	92.0			0.90	89.9			4.70	94.1	
		ND		0.23	91.3			0.84	84.2			4.58	91.6	
		ND		0.22	89.6			0.95	95.2			3.74	74.8	
20	倍硫磷	ND	0.25	0.23	90.2	88.8	1.00	0.88	88.2	87.7	5.00	4.59	91.8	90.7
		ND		0.23	90.5			0.85	85.2			4.21	84.3	
		ND		0.21	85.1			0.89	89.0			4.69	93.8	
		ND		0.22	89.8			0.88	87.6			4.79	95.8	
		ND		0.22	89.0			0.82	82.5			4.91	98.2	
		ND		0.22	88.0			0.94	93.8			4.02	80.5	
21	马拉硫磷	ND	0.25	0.23	92.5	91.2	1.00	0.88	87.8	88.0	5.00	4.63	92.6	91.1
		ND		0.23	92.6			0.85	85.4			4.24	84.8	
		ND		0.22	87.9			0.89	89.2			4.73	94.7	
		ND		0.23	92.1			0.89	88.6			4.86	97.2	
		ND		0.23	92.1			0.83	82.7			4.85	97.1	
		ND		0.23	90.2			0.94	94.5			4.01	80.3	
22	溴硫磷	ND	0.25	0.22	89.5	87.6	1.00	0.86	86.0	85.8	5.00	4.52	90.5	88.3
		ND		0.22	88.9			0.83	83.2			4.10	82.0	
		ND		0.21	84.4			0.87	86.9			4.58	91.6	
		ND		0.22	88.8			0.87	86.6			4.69	93.7	
		ND		0.22	87.9			0.80	80.5			4.73	94.7	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.21	85.8			0.92	91.7			3.86	77.1	
23	杀螟硫磷	ND	0.25	0.23	93.7	92.1	1.00	0.86	86.5	86.4	5.00	4.57	91.4	88.9
		ND		0.23	93.9			0.84	84.0			4.15	83.1	
		ND		0.22	88.1			0.88	87.8			4.62	92.3	
		ND		0.23	93.8			0.87	87.2			4.80	96.0	
		ND		0.23	92.6			0.81	81.2			4.66	93.1	
		ND		0.23	90.5			0.92	91.9			3.88	77.6	
24	对硫磷	ND	0.25	0.24	94.1	92.7	1.00	0.92	92.2	92.1	5.00	4.66	93.2	91.5
		ND		0.24	94.4			0.89	88.9			4.29	85.8	
		ND		0.22	88.8			0.94	93.5			4.77	95.5	
		ND		0.23	93.9			0.94	94.1			4.82	96.3	
		ND		0.23	93.4			0.86	85.7			4.86	97.2	
		ND		0.23	91.8			0.98	98.2			4.04	80.8	
25	育畜磷	ND	0.25	0.24	96.5	95.6	1.00	0.89	89.4	89.7	5.00	4.21	84.3	84.4
		ND		0.25	98.6			0.87	87.3			4.11	82.3	
		ND		0.23	91.7			0.92	92.1			4.23	84.6	
		ND		0.24	95.9			0.90	90.0			4.39	87.8	
		ND		0.24	96.3			0.85	84.6			4.45	89.0	
		ND		0.24	94.8			0.95	94.6			3.91	78.3	
26	水胺硫磷	ND	0.25	0.25	101	101	1.00	0.92	91.6	91.6	5.00	4.64	92.8	91.5
		ND		0.26	103			0.88	88.3			4.16	83.2	
		ND		0.24	96.4			0.94	93.7			4.74	94.7	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.26	103			0.92	92.0			4.89	97.8	
		ND		0.26	103			0.87	86.7			4.93	98.7	
		ND		0.26	102			0.97	97.2			4.07	81.5	
27	稻丰散	ND	0.25	0.22	86.6	88.0	1.00	0.86	85.9	88.9	5.00	4.71	94.2	92.9
		ND		0.22	90.0			0.87	86.5			4.35	87.0	
		ND		0.21	84.5			0.91	90.8			4.95	99.0	
		ND		0.22	88.9			0.90	90.0			4.98	99.5	
		ND		0.22	89.7			0.84	84.0			4.84	96.9	
		ND		0.22	88.2			0.96	95.9			4.03	80.6	
28	甲拌磷砜	ND	0.25	0.24	95.6	93.8	1.00	0.91	90.7	90.9	5.00	4.57	91.4	90.8
		ND		0.24	95.3			0.88	87.8			4.19	83.8	
		ND		0.22	89.7			0.93	92.6			4.82	96.4	
		ND		0.24	94.6			0.91	91.2			4.90	98.1	
		ND		0.24	94.2			0.85	85.1			4.77	95.5	
		ND		0.23	93.2			0.98	97.8			3.97	79.5	
29	丙硫磷	ND	0.25	0.22	90.0	88.5	1.00	0.88	88.2	87.9	5.00	4.44	88.8	88.3
		ND		0.22	89.6			0.85	85.2			4.04	80.7	
		ND		0.22	86.2			0.89	89.3			4.68	93.7	
		ND		0.22	89.1			0.88	88.1			4.77	95.4	
		ND		0.22	88.6			0.82	82.5			4.68	93.6	
		ND		0.22	87.6			0.94	94.0			3.87	77.3	
30	脱叶磷	ND	0.25	0.22	89.8	88.6	1.00	0.89	89.0	88.7	5.00	4.36	87.3	87.5

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.22	89.8			0.86	85.9			3.96	79.3	
		ND		0.21	85.2			0.90	90.3			4.73	94.7	
		ND		0.22	89.5			0.89	88.8			4.81	96.3	
		ND		0.22	89.4			0.83	83.2			4.57	91.4	
		ND		0.22	87.7			0.95	95.2			3.80	76.0	
31	杀虫畏	ND	0.25	0.27	107	109	1.00	0.93	92.9	93.5	5.00	4.08	81.7	81.5
		ND		0.28	111			0.91	90.6			3.81	76.1	
		ND		0.26	103			0.96	95.7			4.31	86.2	
		ND		0.27	110			0.94	94.2			4.51	90.2	
		ND		0.28	111			0.88	88.4			4.17	83.4	
		ND		0.28	110			0.99	99.4			3.57	71.4	
32	丙溴磷	ND	0.25	0.25	98.3	97.8	1.00	0.90	90.1	90.2	5.00	4.26	85.3	84.6
		ND		0.25	99.4			0.87	86.9			3.91	78.1	
		ND		0.23	92.8			0.92	92.3			4.45	89.0	
		ND		0.25	98.8			0.91	90.8			4.55	91.1	
		ND		0.25	99.3			0.85	84.5			4.45	89.1	
		ND		0.25	98.1			0.97	96.8			3.75	75.0	
33	地胺磷	ND	0.25	0.25	98.9	90.3	1.00	0.81	80.7	75.1	5.00	4.45	88.9	81.0
		ND		0.25	101			0.72	72.1			3.16	63.1	
		ND		0.21	82.8			0.86	85.5			4.40	88.0	
		ND		0.22	86.6			0.73	72.7			4.58	91.7	
		ND		0.21	82.5			0.74	73.7			4.66	93.2	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.22	89.7			0.66	65.6			3.06	61.2	
34	三硫磷	ND	0.25	0.22	89.5	88.7	1.00	0.89	88.9	88.9	5.00	4.72	94.5	92.3
		ND		0.22	89.2			0.86	86.2			4.32	86.4	
		ND		0.22	86.4			0.90	90.5			4.78	95.6	
		ND		0.22	89.8			0.89	89.1			4.89	97.7	
		ND		0.22	89.4			0.84	83.8			4.90	98.1	
		ND		0.22	87.6			0.95	95.1			4.07	81.4	
35	三唑磷	ND	0.25	0.25	99.8	99.6	1.00	0.93	92.8	92.9	5.00	4.73	94.5	92.7
		ND		0.25	101			0.90	89.8			4.34	86.8	
		ND		0.24	95.4			0.95	95.0			4.81	96.2	
		ND		0.25	101			0.94	93.5			4.89	97.8	
		ND		0.25	101			0.87	86.9			4.95	99.0	
		ND		0.25	98.5			0.99	99.2			4.09	81.8	

表 1-47　实验室 2 沉积物样品加标测试数据

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
1	敌敌畏	ND	0.25	0.24	95.7	75.4	1.00	0.80	80.4	76.3	5.00	4.45	89.0	75.6
		ND		0.18	71.3			0.74	73.9			3.37	67.5	
		ND		0.20	79.2			0.79	78.5			4.24	84.8	
		ND		0.19	74.1			0.71	71.3			3.25	65.1	
		ND		0.18	71.6			0.78	78.0			4.16	83.2	
		ND		0.15	60.3			0.76	75.6			3.18	63.7	
2	甲胺磷	ND	0.25	0.17	68.9	64.8	1.00	0.47	47.0	46.1	5.00	4.38	87.6	77.5
		ND		0.16	65.4			0.47	47.2			3.79	75.8	
		ND		0.18	70.0			0.38	37.7			3.78	75.6	
		ND		0.16	65.2			0.38	38.1			3.69	73.9	
		ND		0.17	68.2			0.54	54.4			4.00	80.1	
		ND		0.13	51.2			0.52	52.4			3.60	71.9	
3	速灭磷	ND	0.25	0.23	91.8	79.6	1.00	0.88	88.4	87.7	5.00	4.56	91.2	83.9
		ND		0.19	75.9			0.83	82.6			3.91	78.3	
		ND		0.21	83.1			0.89	88.6			4.62	92.5	
		ND		0.21	82.1			0.89	88.9			3.74	74.8	
		ND		0.19	77.8			0.89	88.8			4.61	92.3	
		ND		0.17	66.8			0.89	88.9			3.70	74.1	
4	内吸磷	ND	0.25	0.13	50.6	56.3	1.00	0.70	70.5	73.8	5.00	2.69	53.7	61.9
		ND		0.14	57.6			0.75	75.0			3.14	62.9	
		ND		0.16	62.3			0.74	74.5			3.11	62.1	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.16	63.2			0.74	73.8			3.04	60.9	
		ND		0.14	57.6			0.74	73.9			3.48	69.5	
		ND		0.12	46.6			0.75	75.0			3.10	62.1	
5	虫线磷	ND	0.25	0.20	80.7	70.9	1.00	0.87	87.5	88.1	5.00	4.76	95.1	88.0
		ND		0.17	68.9			0.84	84.2			4.27	85.3	
		ND		0.18	73.3			0.88	88.4			4.72	94.4	
		ND		0.19	74.8			0.89	88.7			3.94	78.8	
		ND		0.17	68.2			0.89	88.7			4.78	95.6	
		ND		0.15	59.7			0.91	90.9			3.95	79.0	
6	灭克磷	ND	0.25	0.20	81.8	71.4	1.00	0.86	86.2	86.6	5.00	4.64	92.9	87.3
		ND		0.17	69.9			0.83	82.5			4.28	85.6	
		ND		0.19	74.1			0.87	87.4			4.68	93.7	
		ND		0.19	74.2			0.87	86.5			3.95	79.1	
		ND		0.17	69.1			0.87	87.4			4.71	94.3	
		ND		0.15	59.5			0.90	89.8			3.90	78.0	
7	甲拌磷	ND	0.25	0.16	62.7	63.2	1.00	0.78	78.5	80.2	5.00	4.29	85.9	81.6
		ND		0.16	63.3			0.79	78.6			3.90	78.1	
		ND		0.17	68.3			0.81	81.4			4.41	88.2	
		ND		0.17	67.9			0.80	80.1			3.68	73.6	
		ND		0.16	64.0			0.80	80.1			4.55	91.0	
		ND		0.13	52.8			0.82	82.3			3.65	73.0	
8	治螟磷	ND	0.25	0.21	83.1	73.7	1.00	0.88	88.4	89.5	5.00	4.65	93.1	89.2

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.18	72.4			0.86	85.6			4.36	87.1	
		ND		0.19	76.8			0.90	90.3			4.80	96.0	
		ND		0.19	76.3			0.90	89.6			4.08	81.5	
		ND		0.18	71.9			0.90	89.6			4.83	96.7	
		ND		0.15	61.4			0.94	93.6			4.02	80.5	
9	二嗪农	ND	0.25	0.20	81.4	71.6	1.00	0.87	87.1	87.5	5.00	4.76	95.2	89.4
		ND		0.17	69.7			0.84	84.1			4.37	87.4	
		ND		0.18	74.0			0.88	88.1			4.82	96.4	
		ND		0.19	74.6			0.87	86.7			4.06	81.2	
		ND		0.17	69.9			0.88	88.0			4.80	96.1	
		ND		0.15	59.8			0.91	91.2			4.00	80.0	
10	地虫硫磷	ND	0.25	0.21	83.5	73.3	1.00	0.86	86.2	87.0	5.00	5.06	101	94.7
		ND		0.18	71.8			0.83	83.3			4.64	92.8	
		ND		0.19	75.4			0.87	87.2			5.08	102	
		ND		0.19	76.5			0.87	86.5			4.32	86.3	
		ND		0.18	71.9			0.87	87.3			5.12	102	
		ND		0.15	60.6			0.92	91.7			4.20	84.0	
11	乙拌磷	ND	0.25	0.14	55.6	60.1	1.00	0.75	75.3	78.2	5.00	3.04	60.8	67.9
		ND		0.15	61.3			0.78	78.3			3.49	69.8	
		ND		0.16	66.0			0.79	79.2			3.43	68.6	
		ND		0.16	65.9			0.78	77.9			3.32	66.4	
		ND		0.15	61.2			0.78	78.1			3.75	74.9	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.13	50.4			0.81	80.5			3.33	66.6	
12	异稻瘟净	ND	0.25	0.23	93.9	83.3	1.00	0.93	92.5	92.5	5.00	5.00	99.9	92.2
		ND		0.20	82.0			0.89	88.9			4.47	89.4	
		ND		0.22	86.7			0.93	93.5			4.99	99.8	
		ND		0.21	85.2			0.92	91.5			4.15	82.9	
		ND		0.20	81.9			0.93	93.1			5.01	100	
		ND		0.18	70.3			0.95	95.5			4.04	80.8	
13	除线磷	ND	0.25	0.20	81.1	72.9	1.00	0.87	86.8	86.7	5.00	4.67	93.4	84.6
		ND		0.18	72.9			0.83	83.4			4.09	81.9	
		ND		0.19	75.6			0.87	87.5			4.69	93.9	
		ND		0.19	74.7			0.86	85.9			3.66	73.2	
		ND		0.18	73.1			0.87	86.8			4.69	93.7	
		ND		0.15	60.0			0.90	89.9			3.57	71.5	
14	久效磷	ND	0.25	0.26	104	69.1	1.00	0.71	70.5	64.7	5.00	4.98	99.5	91.3
		ND		0.15	61.2			0.74	73.6			4.44	88.9	
		ND		0.14	54.7			0.49	49.2			4.61	92.2	
		ND		0.14	56.2			0.60	59.6			4.40	88.1	
		ND		0.14	56.3			0.73	72.6			4.84	96.8	
		ND		0.21	82.2			0.63	62.9			4.11	82.2	
15	乐果	ND	0.25	0.21	82.7	73.4	1.00	0.86	86.2	85.8	5.00	4.72	94.4	86.6
		ND		0.18	71.8			0.83	82.5			4.18	83.7	
		ND		0.19	76.0			0.86	86.2			4.66	93.3	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.19	77.4			0.87	86.6			3.89	77.9	
		ND		0.18	70.9			0.86	85.9			4.70	94.0	
		ND		0.15	61.4			0.87	87.3			3.82	76.4	
16	皮蝇磷	ND	0.25	0.21	84.3	73.8	1.00	0.90	89.7	89.8	5.00	4.54	90.9	81.5
		ND		0.18	72.2			0.86	85.9			3.94	78.8	
		ND		0.20	78.0			0.91	90.8			4.54	90.7	
		ND		0.19	76.9			0.89	88.6			3.52	70.3	
		ND		0.17	68.9			0.90	90.3			4.48	89.5	
		ND		0.16	62.4			0.94	93.7			3.42	68.5	
17	甲基立枯磷	ND	0.25	0.20	81.0	72.1	1.00	0.87	86.5	86.7	5.00	4.48	89.6	81.9
		ND		0.18	70.1			0.83	82.7			4.00	80.0	
		ND		0.19	75.4			0.88	87.9			4.53	90.5	
		ND		0.19	75.6			0.86	85.7			3.58	71.6	
		ND		0.18	70.3			0.87	86.9			4.50	90.0	
		ND		0.15	60.1			0.90	90.5			3.49	69.8	
18	毒死蜱	ND	0.25	0.21	82.8	73.5	1.00	0.88	88.2	88.5	5.00	4.57	91.4	82.6
		ND		0.18	72.5			0.85	84.6			4.02	80.5	
		ND		0.19	76.9			0.89	89.3			4.58	91.6	
		ND		0.19	76.6			0.87	87.5			3.58	71.6	
		ND		0.18	71.2			0.88	88.4			4.54	90.8	
		ND		0.15	60.7			0.93	92.8			3.50	69.9	
19	甲基对硫磷	ND	0.25	0.21	85.2	74.9	1.00	0.88	88.3	88.4	5.00	4.86	97.2	87.7

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.18	73.9			0.85	85.1			4.28	85.5	
		ND		0.20	78.4			0.89	89.2			4.76	95.1	
		ND		0.19	78.0			0.88	87.8			3.92	78.4	
		ND		0.18	71.1			0.88	87.9			4.71	94.2	
		ND		0.16	62.8			0.92	92.1			3.80	76.0	
20	倍硫磷	ND	0.25	0.20	80.1	70.9	1.00	0.88	87.9	88.0	5.00	4.58	91.6	86.5
		ND		0.17	69.7			0.85	84.8			4.26	85.3	
		ND		0.18	73.7			0.89	89.3			4.63	92.7	
		ND		0.19	74.3			0.88	87.7			3.93	78.6	
		ND		0.17	68.8			0.88	87.5			4.68	93.6	
		ND		0.15	58.8			0.91	90.9			3.86	77.1	
21	马拉硫磷	ND	0.25	0.19	77.1	67.7	1.00	0.89	88.9	89.8	5.00	4.66	93.3	87.2
		ND		0.16	65.6			0.86	86.4			4.23	84.7	
		ND		0.17	69.5			0.91	90.7			4.77	95.5	
		ND		0.19	74.5			0.91	90.7			3.93	78.6	
		ND		0.16	63.6			0.90	89.7			4.70	94.1	
		ND		0.14	55.9			0.92	92.4			3.85	77.1	
22	溴硫磷	ND	0.25	0.21	84.0	72.1	1.00	0.91	91.2	90.2	5.00	4.52	90.3	80.7
		ND		0.18	70.9			0.86	86.2			3.93	78.6	
		ND		0.19	74.7			0.92	91.8			4.46	89.3	
		ND		0.19	76.1			0.90	89.5			3.49	69.8	
		ND		0.17	67.0			0.89	89.5			4.38	87.6	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.15	60.0			0.93	92.7			3.42	68.4	
23	杀螟硫磷	ND	0.25	0.22	86.3	74.2	1.00	0.90	89.8	90.9	5.00	4.56	91.1	85.7
		ND		0.18	72.4			0.88	87.7			4.23	84.6	
		ND		0.19	77.2			0.93	92.8			4.66	93.3	
		ND		0.19	77.5			0.91	90.9			3.89	77.9	
		ND		0.18	70.3			0.90	90.2			4.61	92.3	
		ND		0.15	61.7			0.94	93.8			3.74	74.9	
24	对硫磷	ND	0.25	0.21	84.0	74.3	1.00	0.91	90.5	90.3	5.00	4.72	94.4	87.9
		ND		0.18	74.0			0.87	87.2			4.33	86.7	
		ND		0.19	76.7			0.91	90.9			4.73	94.7	
		ND		0.19	76.6			0.89	89.3			3.98	79.6	
		ND		0.18	72.6			0.90	90.4			4.74	94.9	
		ND		0.15	61.9			0.94	93.5			3.86	77.1	
25	育畜磷	ND	0.25	0.21	84.7	74.7	1.00	0.89	88.6	88.6	5.00	4.31	86.2	81.5
		ND		0.18	72.5			0.85	85.0			4.12	82.5	
		ND		0.19	77.7			0.89	88.9			4.29	85.7	
		ND		0.19	77.9			0.88	88.0			3.84	76.8	
		ND		0.18	73.1			0.89	89.3			4.18	83.6	
		ND		0.16	62.2			0.92	91.7			3.72	74.4	
26	水胺硫磷	ND	0.25	0.23	93.1	82.1	1.00	0.93	93.1	92.6	5.00	4.73	94.7	85.8
		ND		0.20	80.7			0.90	89.5			4.10	81.9	
		ND		0.21	85.4			0.93	93.5			4.70	94.0	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.21	85.0			0.91	91.5			3.67	73.4	
		ND		0.20	79.9			0.92	92.4			4.84	96.9	
		ND		0.17	68.3			0.95	95.3			3.68	73.7	
27	稻丰散	ND	0.25	0.20	80.1	69.5	1.00	0.91	90.9	90.5	5.00	4.67	93.5	86.5
		ND		0.17	66.9			0.88	87.8			4.29	85.9	
		ND		0.18	71.1			0.91	91.2			4.70	94.0	
		ND		0.19	74.9			0.89	89.2			3.87	77.4	
		ND		0.17	66.2			0.90	90.3			4.64	92.9	
		ND		0.14	57.5			0.94	93.6			3.76	75.3	
28	甲拌磷砜	ND	0.25	0.22	89.8	77.0	1.00	0.92	92.2	91.2	5.00	4.63	92.7	88.7
		ND		0.19	75.4			0.88	88.0			4.43	88.5	
		ND		0.20	79.3			0.92	91.6			4.77	95.5	
		ND		0.20	78.3			0.89	89.5			4.02	80.4	
		ND		0.19	74.7			0.91	91.1			4.79	95.9	
		ND		0.16	64.4			0.95	94.6			3.96	79.3	
29	丙硫磷	ND	0.25	0.19	77.3	68.5	1.00	0.86	86.0	85.9	5.00	4.39	87.9	81.2
		ND		0.17	67.8			0.83	82.6			3.99	79.8	
		ND		0.18	70.7			0.86	86.3			4.49	89.8	
		ND		0.18	72.3			0.85	85.5			3.53	70.7	
		ND		0.17	66.2			0.86	85.7			4.47	89.4	
		ND		0.14	56.6			0.89	89.1			3.49	69.8	
30	脱叶磷	ND	0.25	0.20	81.3	72.1	1.00	0.89	89.2	88.9	5.00	4.62	92.4	88.9

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.18	71.5			0.86	86.1			4.39	87.9	
		ND		0.19	74.5			0.89	89.4			4.82	96.3	
		ND		0.19	75.0			0.88	88.2			4.01	80.1	
		ND		0.18	70.1			0.89	88.6			4.85	96.9	
		ND		0.15	59.9			0.92	92.0			3.98	79.6	
31	杀虫畏	ND	0.25	0.23	93.7	82.0	1.00	0.90	90.3	90.6	5.00	4.31	86.3	78.1
		ND		0.20	81.6			0.87	87.2			3.90	78.0	
		ND		0.21	84.8			0.91	91.4			4.23	84.6	
		ND		0.21	83.8			0.90	89.7			3.42	68.3	
		ND		0.20	79.5			0.90	90.4			4.21	84.3	
		ND		0.17	68.4			0.94	94.4			3.36	67.3	
32	丙溴磷	ND	0.25	0.22	88.8	77.7	1.00	0.92	91.8	91.4	5.00	4.61	92.1	84.9
		ND		0.19	77.3			0.88	88.5			4.16	83.2	
		ND		0.20	80.0			0.92	91.8			4.61	92.3	
		ND		0.20	78.9			0.91	90.7			3.74	74.7	
		ND		0.19	75.8			0.90	90.3			4.63	92.7	
		ND		0.16	65.1			0.95	95.3			3.73	74.5	
33	地胺磷	ND	0.25	0.23	92.0	76.7	1.00	0.81	81.3	77.7	5.00	4.76	95.3	79.6
		ND		0.18	71.8			0.72	71.5			3.45	68.9	
		ND		0.19	77.0			0.72	72.3			4.65	93.1	
		ND		0.19	76.9			0.80	79.8			3.10	61.9	
		ND		0.18	73.7			0.83	82.6			4.66	93.3	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.17	68.6			0.79	78.7			3.24	64.8	
34	三硫磷	ND	0.25	0.20	80.1	71.7	1.00	0.87	86.8	87.0	5.00	4.54	90.8	83.4
		ND		0.18	71.3			0.84	84.3			4.08	81.5	
		ND		0.19	74.4			0.88	87.6			4.53	90.6	
		ND		0.19	74.2			0.86	86.4			3.65	73.0	
		ND		0.18	70.4			0.87	86.6			4.56	91.2	
		ND		0.15	59.8			0.90	90.5			3.65	73.1	
35	三唑磷	ND	0.25	0.23	93.3	88.4	1.00	1.03	103	98.5	5.00	5.20	104	93.1
		ND		0.20	79.6			0.97	96.7			4.39	87.8	
		ND		0.24	97.2			1.05	105			5.18	104	
		ND		0.21	83.7			0.96	95.9			4.12	82.4	
		ND		0.21	85.9			0.94	93.9			5.07	102	
		ND		0.23	90.8			0.96	96.4			3.98	79.5	

表 1-48　实验室 3 沉积物样品加标测试数据

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
1	敌敌畏	ND	0.25	0.22	88.8	87.0	1.00	0.97	96.7	94.4	5.00	3.42	68.3	65.6
		ND		0.20	79.2			0.90	90.3			3.32	66.3	
		ND		0.21	84.7			0.94	94.5			3.35	66.9	
		ND		0.20	79.0			0.94	94.2			3.00	60.0	
		ND		0.24	96.8			0.94	94.2			3.14	62.8	
		ND		0.23	93.3			0.96	96.3			3.45	69.0	
2	甲胺磷	ND	0.25	0.16	64.7	67.3	1.00	0.64	64.4	72.0	5.00	2.69	53.7	53.9
		ND		0.15	61.1			0.64	64.0			3.10	62.0	
		ND		0.19	74.3			0.72	72.4			2.63	52.6	
		ND		0.17	66.2			0.82	81.8			2.46	49.1	
		ND		0.17	67.4			0.84	84.1			2.59	51.7	
		ND		0.17	69.8			0.65	65.1			2.72	54.4	
3	速灭磷	ND	0.25	0.24	98.0	92.0	1.00	0.92	92.3	94.1	5.00	4.43	88.7	85.4
		ND		0.24	94.4			0.87	86.9			4.43	88.6	
		ND		0.23	93.5			0.89	89.3			4.38	87.6	
		ND		0.21	82.6			1.03	103			3.83	76.7	
		ND		0.23	91.6			1.03	103			4.03	80.6	
		ND		0.23	91.9			0.91	90.7			4.50	90.0	
4	内吸磷	ND	0.25	0.22	87.0	86.5	1.00	0.91	91.0	87.6	5.00	4.45	89.0	86.1
		ND		0.22	88.8			0.89	89.0			4.37	87.5	
		ND		0.21	82.3			0.86	86.2			4.32	86.5	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.20	79.8			0.86	86.5			4.00	80.0	
		ND		0.23	90.8			0.85	85.1			4.21	84.2	
		ND		0.23	90.3			0.88	88.0			4.47	89.4	
5	虫线磷	ND	0.25	0.28	112	110	1.00	1.03	103	103	5.00	4.60	92.0	88.6
		ND		0.28	111			0.99	99.0			4.57	91.5	
		ND		0.27	108			0.99	98.8			4.46	89.2	
		ND		0.26	104			1.10	110			4.06	81.1	
		ND		0.28	112			1.09	109			4.27	85.4	
		ND		0.27	110			1.00	100			4.63	92.6	
6	灭克磷	ND	0.25	0.27	109	105	1.00	1.03	103	103	5.00	4.62	92.3	94.9
		ND		0.27	107			0.99	98.6			4.92	98.4	
		ND		0.26	103			0.98	98.4			4.82	96.4	
		ND		0.24	96.6			1.09	109			4.43	88.6	
		ND		0.27	106			1.08	108			4.67	93.3	
		ND		0.26	106			1.00	99.9			5.01	100	
7	甲拌磷	ND	0.25	0.26	103	101	1.00	0.99	99.1	97.8	5.00	4.54	90.8	87.4
		ND		0.26	103			0.95	94.9			4.51	90.1	
		ND		0.25	98.1			0.94	94.1			4.39	87.9	
		ND		0.24	95.6			1.02	102			3.99	79.9	
		ND		0.26	103			1.00	100			4.21	84.1	
		ND		0.26	102			0.96	96.0			4.59	91.7	
8	治螟磷	ND	0.25	0.27	110	106	1.00	1.03	103	102	5.00	4.64	92.7	90.1

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.27	107			0.99	98.7			4.63	92.6	
		ND		0.26	104			0.98	98.3			4.51	90.2	
		ND		0.25	98.8			1.08	108			4.17	83.5	
		ND		0.27	108			1.07	107			4.39	87.9	
		ND		0.27	106			0.99	99.5			4.67	93.5	
9	二嗪农	ND	0.25	0.28	111	108	1.00	1.03	103	102	5.00	4.90	97.9	94.9
		ND		0.27	110			0.99	98.8			4.87	97.5	
		ND		0.27	106			0.98	98.4			4.72	94.4	
		ND		0.25	102			1.08	108			4.51	90.2	
		ND		0.27	109			1.07	107			4.72	94.4	
		ND		0.27	108			1.00	99.7			4.76	95.2	
10	地虫硫磷	ND	0.25	0.29	114	110	1.00	1.04	104	104	5.00	4.60	92.0	89.7
		ND		0.28	111			1.00	100			4.59	91.8	
		ND		0.27	108			1.00	99.6			4.47	89.3	
		ND		0.26	104			1.10	110			4.18	83.5	
		ND		0.28	113			1.08	108			4.41	88.2	
		ND		0.28	110			1.01	101			4.67	93.4	
11	乙拌磷	ND	0.25	0.24	96.2	93.0	1.00	0.94	94.4	92.0	5.00	4.44	88.8	86.5
		ND		0.24	95.6			0.92	92.2			4.39	87.8	
		ND		0.22	88.9			0.90	89.7			4.32	86.5	
		ND		0.21	84.8			0.93	92.5			4.04	80.8	
		ND		0.24	97.0			0.91	91.3			4.26	85.1	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.24	95.7			0.92	91.6			4.51	90.2	
12	异稻瘟净	ND	0.25	0.26	106	104	1.00	0.68	68.2	77.2	5.00	4.40	88.0	89.3
		ND		0.27	107			0.76	76.3			4.58	91.6	
		ND		0.26	104			0.75	74.9			4.62	92.4	
		ND		0.25	99.6			0.80	79.8			4.21	84.2	
		ND		0.26	105			0.82	81.5			4.41	88.1	
		ND		0.26	105			0.83	82.5			4.56	91.2	
13	除线磷	ND	0.25	0.28	114	110	1.00	1.05	105	104	5.00	4.71	94.3	92.4
		ND		0.28	112			1.01	101			4.74	94.8	
		ND		0.27	108			1.00	99.9			4.58	91.6	
		ND		0.26	104			1.10	110			4.33	86.7	
		ND		0.28	112			1.09	109			4.58	91.6	
		ND		0.28	111			1.01	101			4.78	95.5	
14	久效磷	ND	0.25	0.22	89.8	81.6	1.00	0.75	74.8	81.2	5.00	3.67	73.4	75.2
		ND		0.17	69.9			0.78	78.3			4.15	83.0	
		ND		0.22	88.9			0.73	73.4			3.60	72.0	
		ND		0.23	91.4			0.95	94.5			3.81	76.2	
		ND		0.19	76.6			0.91	91.1			3.62	72.4	
		ND		0.18	73.2			0.75	75.2			3.72	74.4	
15	乐果	ND	0.25	0.27	107	106	1.00	1.03	103	104	5.00	4.72	94.3	92.5
		ND		0.27	107			0.98	98.3			4.69	93.7	
		ND		0.27	108			0.99	98.8			4.58	91.6	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.26	103			1.12	112			4.38	87.6	
		ND		0.26	103			1.10	110			4.62	92.3	
		ND		0.26	106			1.00	100			4.76	95.2	
16	皮蝇磷	ND	0.25	0.28	110	105	1.00	1.04	104	105	5.00	4.70	94.0	92.0
		ND		0.26	102			1.00	100			4.69	93.7	
		ND		0.26	105			0.99	99.2			4.56	91.2	
		ND		0.25	101			1.13	113			4.35	87.1	
		ND		0.27	109			1.11	111			4.56	91.2	
		ND		0.25	101			1.02	102			4.73	94.5	
17	甲基立枯磷	ND	0.25	0.30	119	113	1.00	1.10	110	110	5.00	4.68	93.6	92.0
		ND		0.28	114			1.06	106			4.66	93.2	
		ND		0.28	112			1.06	106			4.55	91.1	
		ND		0.27	106			1.16	116			4.35	87.0	
		ND		0.29	115			1.14	115			4.60	92.0	
		ND		0.28	113			1.06	106			4.76	95.1	
18	毒死蜱	ND	0.25	0.28	113	109	1.00	1.04	104	103	5.00	4.69	93.7	91.7
		ND		0.27	110			1.00	99.5			4.68	93.5	
		ND		0.27	107			0.99	99.2			4.54	90.8	
		ND		0.26	103			1.09	110			4.33	86.6	
		ND		0.28	111			1.08	108			4.56	91.3	
		ND		0.27	109			1.00	100			4.72	94.3	
19	甲基对硫磷	ND	0.25	0.31	123	116	1.00	1.14	114	114	5.00	4.73	94.6	93.9

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.29	117			1.10	110			4.74	94.9	
		ND		0.29	116			1.09	109			4.67	93.5	
		ND		0.28	112			1.22	122			4.52	90.4	
		ND		0.29	117			1.19	119			4.74	94.8	
		ND		0.28	113			1.10	110			4.77	95.3	
20	倍硫磷	ND	0.25	0.28	111	108	1.00	1.03	103	102	5.00	4.67	93.5	91.5
		ND		0.27	110			0.99	98.5			4.60	92.1	
		ND		0.27	107			0.98	97.8			4.48	89.6	
		ND		0.26	103			1.07	107			4.28	85.5	
		ND		0.28	110			1.06	106			4.61	92.1	
		ND		0.27	107			1.02	102			4.80	96.0	
21	马拉硫磷	ND	0.25	0.25	102	97.5	1.00	0.95	95.0	95.0	5.00	4.57	91.4	89.6
		ND		0.24	96.4			0.92	92.1			4.59	91.8	
		ND		0.24	96.3			0.92	91.8			4.48	89.7	
		ND		0.23	93.6			1.02	102			4.32	86.3	
		ND		0.25	100			1.00	100			4.42	88.5	
		ND		0.24	96.5			0.89	89.1			4.48	89.6	
22	溴硫磷	ND	0.25	0.26	102	97.9	1.00	1.01	102	100	5.00	4.48	89.6	89.6
		ND		0.24	95.0			0.97	97.2			4.58	91.7	
		ND		0.24	96.3			0.96	96.0			4.46	89.3	
		ND		0.24	96.6			1.06	106			4.26	85.2	
		ND		0.26	105			1.04	104			4.44	88.8	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.23	92.1			0.96	95.9			4.65	93.0	
23	杀螟硫磷	ND	0.25	0.27	107	99.8	1.00	0.99	98.9	99.0	5.00	4.77	95.4	92.9
		ND		0.25	100			0.95	95.2			4.66	93.2	
		ND		0.25	100			0.95	94.7			4.56	91.1	
		ND		0.23	93.4			1.05	105			4.41	88.1	
		ND		0.25	100			1.03	103			4.69	93.8	
		ND		0.25	98.5			0.97	96.6			4.78	95.7	
24	对硫磷	ND	0.25	0.30	120	114	1.00	1.13	113	113	5.00	4.80	96.0	95.8
		ND		0.29	117			1.09	109			4.87	97.4	
		ND		0.28	113			1.09	109			4.76	95.2	
		ND		0.27	109			1.20	120			4.61	92.2	
		ND		0.28	113			1.18	118			4.83	96.5	
		ND		0.28	113			1.10	110			4.88	97.6	
25	育畜磷	ND	0.25	0.29	115	111	1.00	1.06	106	104	5.00	4.66	93.3	92.6
		ND		0.28	112			0.99	99.3			4.72	94.3	
		ND		0.27	110			1.00	99.6			4.56	91.2	
		ND		0.27	107			1.11	111			4.37	87.4	
		ND		0.28	111			1.10	110			4.68	93.6	
		ND		0.27	110			1.01	101			4.79	95.7	
26	水胺硫磷	ND	0.25	0.26	103	99.4	1.00	0.99	98.6	101	5.00	4.74	94.8	92.3
		ND		0.25	101			0.97	97.3			4.70	94.0	
		ND		0.24	97.9			0.98	97.6			4.58	91.7	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.24	94.4			1.08	108			4.39	87.8	
		ND		0.25	101			1.05	105			4.54	90.8	
		ND		0.25	98.7			0.98	97.9			4.74	94.7	
27	稻丰散	ND	0.25	0.27	110	106	1.00	1.05	105	105	5.00	4.80	95.9	93.9
		ND		0.27	106			1.01	101			4.74	94.8	
		ND		0.26	105			1.01	101			4.65	93.0	
		ND		0.25	101			1.11	111			4.46	89.2	
		ND		0.27	108			1.09	109			4.69	93.9	
		ND		0.26	105			1.01	101			4.83	96.7	
28	甲拌磷砜	ND	0.25	0.29	116	111	1.00	1.05	105	105	5.00	4.71	94.2	92.4
		ND		0.28	112			1.01	101			4.69	93.8	
		ND		0.27	109			1.01	101			4.57	91.3	
		ND		0.26	106			1.11	111			4.38	87.6	
		ND		0.28	113			1.09	109			4.62	92.5	
		ND		0.27	110			1.02	102			4.75	95.0	
29	丙硫磷	ND	0.25	0.29	115	111	1.00	1.04	104	104	5.00	4.66	93.2	91.2
		ND		0.28	113			1.00	99.6			4.64	92.9	
		ND		0.27	109			0.99	99.2			4.51	90.2	
		ND		0.26	105			1.10	110			4.31	86.2	
		ND		0.28	112			1.08	108			4.54	90.8	
		ND		0.28	111			1.01	101			4.70	94.0	
30	脱叶磷	ND	0.25	0.30	120	115	1.00	1.05	105	105	5.00	4.73	94.6	93.2

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.29	116			1.01	101			4.74	94.9	
		ND		0.28	112			1.00	101			4.60	92.1	
		ND		0.27	109			1.11	111			4.41	88.3	
		ND		0.29	116			1.09	109			4.68	93.5	
		ND		0.29	114			1.01	101			4.80	96.0	
31	杀虫畏	ND	0.25	0.27	109	102	1.00	1.00	99.9	99.7	5.00	4.70	93.9	93.0
		ND		0.26	105			0.97	96.8			4.67	93.3	
		ND		0.25	100			0.95	95.3			4.58	91.6	
		ND		0.24	97.6			1.06	106			4.44	88.7	
		ND		0.25	101			1.04	104			4.70	93.9	
		ND		0.25	101			0.97	96.7			4.81	96.3	
32	丙溴磷	ND	0.25	0.21	84.8	92.1	1.00	0.85	85.3	88.4	5.00	4.71	94.3	93.6
		ND		0.26	106			0.82	81.6			4.74	94.8	
		ND		0.20	78.3			0.82	81.6			4.64	92.8	
		ND		0.24	97.8			1.10	110			4.44	88.9	
		ND		0.26	105			0.89	89.1			4.69	93.8	
		ND		0.20	80.6			0.83	82.6			4.84	96.7	
33	地胺磷	ND	0.25	0.27	108	95.2	1.00	0.92	91.8	93.8	5.00	4.78	95.6	110
		ND		0.23	92.4			0.83	82.7			5.34	107	
		ND		0.24	94.9			0.87	87.2			5.73	115	
		ND		0.24	94.2			1.07	107			5.50	110	
		ND		0.23	90.6			1.05	105			5.67	113	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.23	90.9			0.89	89.1			5.87	117	
34	三硫磷	ND	0.25	0.29	116	106	1.00	1.05	105	105	5.00	4.71	94.3	92.3
		ND		0.26	105			1.00	99.8			4.69	93.7	
		ND		0.25	102			1.00	99.5			4.55	91.0	
		ND		0.25	101			1.12	112			4.36	87.3	
		ND		0.26	104			1.10	110			4.62	92.3	
		ND		0.27	106			1.02	102			4.76	95.2	
35	三唑磷	ND	0.25	0.29	115	102	1.00	1.07	107	107	5.00	4.83	96.6	95.0
		ND		0.26	105			1.02	102			4.81	96.3	
		ND		0.26	103			1.03	103			4.67	93.4	
		ND		0.25	100			1.15	115			4.50	90.0	
		ND		0.26	102			1.13	113			4.76	95.2	
		ND		0.21	84.5			1.05	105			4.91	98.2	

表 1-49　实验室 4 沉积物样品加标测试数据

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
1	敌敌畏	ND	0.25	0.17	68.0	62.9	1.00	0.91	91.1	92.1	5.00	3.90	78.0	73.1
		ND		0.16	65.7			0.92	91.6			3.87	77.4	
		ND		0.16	63.2			1.02	102			3.41	68.1	
		ND		0.14	55.5			0.96	96.2			3.47	69.5	
		ND		0.16	65.0			0.84	83.7			3.23	64.6	
		ND		0.15	60.1			0.88	88.1			4.03	80.7	
2	甲胺磷	ND	0.25	0.15	59.6	63.6	1.00	0.54	54.4	53.0	5.00	3.70	74.0	78.9
		ND		0.17	68.4			0.59	59.3			3.89	77.7	
		ND		0.14	55.8			0.46	46.2			3.54	70.8	
		ND		0.18	73.4			0.48	47.5			4.45	89.0	
		ND		0.16	64.3			0.48	48.4			3.60	72.0	
		ND		0.15	60.3			0.62	62.3			4.50	90.1	
3	速灭磷	ND	0.25	0.21	84.6	85.1	1.00	1.07	107	109	5.00	4.90	97.9	93.1
		ND		0.23	91.7			1.04	104			4.88	97.6	
		ND		0.19	74.7			1.09	109			4.08	81.7	
		ND		0.22	86.7			1.09	109			4.80	95.9	
		ND		0.22	89.7			1.13	113			4.33	86.6	
		ND		0.21	83.0			1.09	109			4.95	99.0	
4	内吸磷	ND	0.25	0.15	60.3	58.2	1.00	0.59	58.6	58.1	5.00	2.84	56.8	63.1
		ND		0.14	57.4			0.60	60.4			3.24	64.9	
		ND		0.14	56.5			0.56	56.0			3.08	61.7	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.15	59.6			0.62	62.1			3.55	71.0	
		ND		0.15	60.5			0.60	60.0			3.00	60.0	
		ND		0.14	54.9			0.52	51.6			3.20	64.0	
5	虫线磷	ND	0.25	0.24	94.3	92.7	1.00	1.09	109	111	5.00	5.27	105	99.5
		ND		0.25	99.1			1.09	109			5.17	104	
		ND		0.21	83.3			1.11	111			4.50	90.1	
		ND		0.22	88.6			1.15	115			4.94	98.7	
		ND		0.25	99.3			1.10	110			4.59	91.7	
		ND		0.23	91.4			1.13	113			5.39	108	
6	灭克磷	ND	0.25	0.23	91.2	88.5	1.00	1.04	104	106	5.00	5.25	105	101
		ND		0.24	94.0			1.03	103			5.19	104	
		ND		0.20	80.6			1.07	107			4.51	90.3	
		ND		0.21	84.8			1.10	110			5.20	104	
		ND		0.24	94.3			1.04	104			4.63	92.7	
		ND		0.21	86.0			1.08	108			5.47	109	
7	甲拌磷	ND	0.25	0.20	80.2	80.1	1.00	0.87	87.1	89.6	5.00	4.51	90.3	91.3
		ND		0.22	88.3			0.91	90.6			4.75	95.1	
		ND		0.18	72.3			0.90	90.1			4.20	84.1	
		ND		0.20	79.6			0.92	91.9			4.80	96.0	
		ND		0.21	84.5			0.89	89.2			4.13	82.7	
		ND		0.19	75.8			0.89	88.8			4.96	99.3	
8	治螟磷	ND	0.25	0.25	99.1	95.9	1.00	1.08	108	111	5.00	5.24	105	100

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.26	104			1.08	108			5.16	103	
		ND		0.21	84.6			1.14	114			4.49	89.7	
		ND		0.23	93.8			1.15	115			5.12	103	
		ND		0.25	101			1.10	110			4.56	91.3	
		ND		0.23	92.8			1.13	113			5.41	108	
9	二嗪农	ND	0.25	0.25	100	93.4	1.00	1.10	110	112	5.00	5.23	105	101
		ND		0.26	104			1.08	108			5.23	105	
		ND		0.21	84.0			1.15	115			4.48	89.6	
		ND		0.21	85.6			1.15	115			5.21	104	
		ND		0.24	97.7			1.10	110			4.63	92.6	
		ND		0.22	89.7			1.13	113			5.54	111	
10	地虫硫磷	ND	0.25	0.24	96.1	92.7	1.00	1.09	109	112	5.00	5.29	106	102
		ND		0.25	101			1.08	108			5.22	104	
		ND		0.21	82.6			1.15	115			4.59	91.7	
		ND		0.23	90.1			1.16	116			5.29	106	
		ND		0.24	95.1			1.09	109			4.72	94.3	
		ND		0.23	91.4			1.12	112			5.61	112	
11	乙拌磷	ND	0.25	0.15	60.5	68.4	1.00	0.82	81.8	81.3	5.00	3.52	70.5	78.9
		ND		0.19	74.0			0.83	83.1			4.20	83.9	
		ND		0.16	64.6			0.81	80.7			3.83	76.5	
		ND		0.18	72.1			0.82	81.6			4.44	88.8	
		ND		0.19	74.6			0.81	81.2			3.51	70.2	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.16	64.6			0.79	79.3			4.18	83.6	
12	异稻瘟净	ND	0.25	0.23	90.9	90.0	1.00	1.13	113	112	5.00	3.63	72.6	73.5
		ND		0.25	98.4			1.07	107			3.66	73.3	
		ND		0.20	79.5			1.15	115			3.61	72.2	
		ND		0.22	89.2			1.17	117			3.78	75.5	
		ND		0.23	93.9			1.09	109			3.58	71.6	
		ND		0.22	87.9			1.13	113			3.77	75.5	
13	除线磷	ND	0.25	0.25	102	99.7	1.00	1.09	109	112	5.00	5.27	105	103
		ND		0.27	107			1.09	109			5.25	105	
		ND		0.22	86.6			1.15	115			4.58	91.6	
		ND		0.25	98.5			1.16	116			5.30	106	
		ND		0.27	107			1.09	109			4.72	94.4	
		ND		0.24	96.8			1.14	114			5.63	113	
14	久效磷	ND	0.25	0.24	97.0	95.7	1.00	0.73	73.4	73.3	5.00	4.46	89.3	94.3
		ND		0.23	93.8			0.84	84.3			4.56	91.3	
		ND		0.21	82.7			0.75	75.1			4.25	85.0	
		ND		0.25	100			0.58	58.2			5.21	104	
		ND		0.26	104			0.63	62.8			4.83	96.6	
		ND		0.24	96.9			0.86	85.7			4.95	99.1	
15	乐果	ND	0.25	0.22	88.3	85.0	1.00	1.05	105	109	5.00	5.07	102	101
		ND		0.23	90.7			1.04	104			5.21	104	
		ND		0.18	72.7			1.13	113			4.41	88.3	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.21	84.3			1.12	112			5.27	105	
		ND		0.23	91.7			1.08	108			4.71	94.2	
		ND		0.21	82.0			1.10	110			5.58	112	
16	皮蝇磷	ND	0.25	0.23	93.1	91.6	1.00	1.10	110	113	5.00	5.23	105	102
		ND		0.24	97.8			1.10	110			5.24	105	
		ND		0.20	81.2			1.15	115			4.56	91.2	
		ND		0.22	89.0			1.17	117			5.31	106	
		ND		0.24	97.7			1.10	110			4.73	94.6	
		ND		0.23	90.5			1.16	116			5.65	113	
17	甲基立枯磷	ND	0.25	0.24	96.7	94.4	1.00	1.10	110	113	5.00	5.25	105	103
		ND		0.25	99.7			1.12	112			5.27	105	
		ND		0.21	83.1			1.17	117			4.59	91.7	
		ND		0.23	92.4			1.18	118			5.33	107	
		ND		0.25	102			1.07	107			4.73	94.6	
		ND		0.23	93.1			1.13	113			5.63	113	
18	毒死蜱	ND	0.25	0.27	107	104	1.00	1.08	108	112	5.00	5.29	106	104
		ND		0.28	111			1.09	109			5.31	106	
		ND		0.23	90.4			1.15	115			4.60	92.0	
		ND		0.25	100			1.17	117			5.37	107	
		ND		0.28	112			1.09	109			4.78	95.5	
		ND		0.26	102			1.14	114			5.70	114	
19	甲基对硫磷	ND	0.25	0.25	98.5	94.3	1.00	1.07	107	111	5.00	5.17	103	102

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.25	102			1.09	109			5.23	105	
		ND		0.20	81.4			1.13	113			4.58	91.5	
		ND		0.23	91.7			1.15	115			5.30	106	
		ND		0.26	102			1.07	107			4.75	94.9	
		ND		0.23	90.4			1.13	113			5.61	112	
20	倍硫磷	ND	0.25	0.22	87.0	85.5	1.00	1.06	106	110	5.00	5.10	102	101
		ND		0.23	90.8			1.08	108			5.18	104	
		ND		0.19	75.1			1.14	114			4.52	90.4	
		ND		0.21	83.8			1.14	114			5.28	106	
		ND		0.23	93.3			1.08	109			4.69	93.7	
		ND		0.21	83.1			1.11	111			5.50	110	
21	马拉硫磷	ND	0.25	0.22	86.4	84.1	1.00	1.08	108	111	5.00	5.26	105	103
		ND		0.23	91.0			1.08	108			5.30	106	
		ND		0.18	73.6			1.16	116			4.56	91.2	
		ND		0.21	82.5			1.15	115			5.38	108	
		ND		0.23	90.4			1.09	109			4.72	94.4	
		ND		0.20	80.5			1.12	112			5.66	113	
22	溴硫磷	ND	0.25	0.25	98.0	93.3	1.00	1.09	109	113	5.00	5.21	104	103
		ND		0.25	100			1.11	111			5.30	106	
		ND		0.20	80.8			1.17	118			4.61	92.2	
		ND		0.23	91.2			1.17	117			5.30	106	
		ND		0.24	97.1			1.09	109			4.72	94.5	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.23	92.6			1.15	115			5.62	113	
23	杀螟硫磷	ND	0.25	0.22	88.2	85.8	1.00	1.09	109	112	5.00	5.24	105	103
		ND		0.23	92.6			1.10	110			5.26	105	
		ND		0.19	74.2			1.16	116			4.60	91.9	
		ND		0.21	83.0			1.17	117			5.35	107	
		ND		0.24	94.0			1.08	108			4.79	95.7	
		ND		0.21	82.7			1.14	114			5.65	113	
24	对硫磷	ND	0.25	0.24	97.6	94.3	1.00	1.10	110	114	5.00	5.18	104	102
		ND		0.25	100			1.11	111			5.24	105	
		ND		0.21	82.4			1.16	117			4.56	91.3	
		ND		0.23	91.5			1.18	118			5.27	106	
		ND		0.25	102			1.12	113			4.76	95.2	
		ND		0.23	92.6			1.16	116			5.60	112	
25	育畜磷	ND	0.25	0.24	95.1	92.7	1.00	1.05	105	110	5.00	5.11	102	100
		ND		0.25	98.5			1.07	107			5.18	104	
		ND		0.20	80.3			1.13	113			4.45	89.1	
		ND		0.23	93.0			1.16	116			5.18	104	
		ND		0.25	98.7			1.07	107			4.65	93.0	
		ND		0.23	90.6			1.12	112			5.45	109	
26	水胺硫磷	ND	0.25	0.25	100	95.5	1.00	1.05	105	109	5.00	4.93	98.6	98.7
		ND		0.25	100			1.06	106			5.11	102	
		ND		0.24	94.5			1.13	113			4.44	88.7	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.22	87.5			1.12	112			5.11	102	
		ND		0.26	103			1.07	107			4.69	93.9	
		ND		0.22	88.2			1.10	110			5.33	107	
27	稻丰散	ND	0.25	0.26	103	99.6	1.00	1.06	107	112	5.00	5.26	105	102
		ND		0.27	107			1.09	109			5.28	106	
		ND		0.22	87.8			1.15	115			4.55	91.0	
		ND		0.24	97.2			1.18	118			5.29	106	
		ND		0.26	105			1.12	112			4.72	94.5	
		ND		0.25	98.4			1.12	112			5.59	112	
28	甲拌磷砜	ND	0.25	0.25	101	98.9	1.00	1.12	112	116	5.00	5.35	107	104
		ND		0.26	104			1.11	111			5.34	107	
		ND		0.21	85.9			1.20	120			4.63	92.7	
		ND		0.24	97.3			1.21	121			5.38	108	
		ND		0.27	108			1.13	113			4.86	97.2	
		ND		0.24	97.8			1.17	117			5.69	114	
29	丙硫磷	ND	0.25	0.24	96.2	93.2	1.00	1.07	107	112	5.00	5.31	106	104
		ND		0.24	96.7			1.10	110			5.33	107	
		ND		0.21	82.5			1.16	116			4.64	92.8	
		ND		0.23	92.3			1.18	118			5.32	107	
		ND		0.25	100			1.08	108			4.83	96.6	
		ND		0.23	90.9			1.11	111			5.64	113	
30	脱叶磷	ND	0.25	0.23	93.0	91.6	1.00	0.99	99.2	102	5.00	5.32	106	104

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.24	95.0			1.01	101			5.37	107	
		ND		0.21	84.5			1.05	105			4.62	92.3	
		ND		0.22	88.9			1.08	109			5.33	107	
		ND		0.25	99.9			0.98	98.2			4.84	96.9	
		ND		0.22	88.4			1.02	102			5.68	114	
31	杀虫畏	ND	0.25	0.23	93.6	92.6	1.00	1.00	99.5	111	5.00	5.21	104	103
		ND		0.24	95.4			1.10	110			5.28	106	
		ND		0.20	81.9			1.20	120			4.64	92.7	
		ND		0.22	86.4			1.16	116			5.31	106	
		ND		0.26	103			1.05	105			4.80	96.0	
		ND		0.24	94.7			1.14	114			5.52	111	
32	丙溴磷	ND	0.25	0.21	84.9	84.7	1.00	1.04	104	110	5.00	5.11	102	99.8
		ND		0.23	91.2			1.07	107			5.17	103	
		ND		0.19	75.2			1.13	113			4.49	89.8	
		ND		0.21	83.7			1.16	116			5.12	102	
		ND		0.23	91.8			1.10	110			4.68	93.6	
		ND		0.20	81.6			1.12	112			5.38	108	
33	地胺磷	ND	0.25	0.25	102	102	1.00	0.94	93.7	97.3	5.00	3.82	76.3	79.6
		ND		0.26	103			0.89	89.1			4.05	80.9	
		ND		0.24	95.3			1.08	108			4.23	84.6	
		ND		0.26	105			0.94	94.3			3.92	78.4	
		ND		0.26	103			0.95	94.8			4.06	81.2	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.26	104			1.04	104			3.81	76.2	
34	三硫磷	ND	0.25	0.24	95.2	93.4	1.00	1.03	103	111	5.00	5.21	104	101
		ND		0.24	96.7			1.11	111			5.27	105	
		ND		0.21	85.0			1.14	114			4.60	91.9	
		ND		0.23	91.0			1.17	117			5.12	103	
		ND		0.25	99.8			1.08	108			4.77	95.4	
		ND		0.23	92.4			1.14	114			5.34	107	
35	三唑磷	ND	0.25	0.24	97.2	95.1	1.00	1.12	112	115	5.00	5.35	107	103
		ND		0.25	101			1.12	112			5.41	108	
		ND		0.22	87.4			1.18	118			4.71	94.1	
		ND		0.23	92.6			1.20	120			5.17	103	
		ND		0.26	102			1.11	111			4.91	98.1	
		ND		0.23	90.6			1.18	118			5.45	109	

表 1-50　实验室 5 沉积物样品加标测试数据

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
1	敌敌畏	ND	0.25	0.17	67.3	66.8	1.00	0.66	66.2	60.0	5.00	2.50	50.0	50.2
		ND		0.18	71.7			0.60	59.6			2.37	47.3	
		ND		0.15	61.3			0.62	62.3			2.28	45.7	
		ND		0.17	67.2			0.66	66.1			2.81	56.3	
		ND		0.17	69.2			0.52	52.0			2.74	54.9	
		ND		0.16	64.0			0.54	53.7			2.35	47.0	
2	甲胺磷	ND	0.25	0.16	62.1	68.0	1.00	0.60	59.6	64.0	5.00	2.70	54.0	54.6
		ND		0.17	69.1			0.59	59.3			2.41	48.1	
		ND		0.19	75.9			0.58	57.8			3.05	61.1	
		ND		0.16	65.8			0.71	70.9			2.81	56.1	
		ND		0.19	74.4			0.68	67.5			2.59	51.8	
		ND		0.15	60.8			0.69	68.9			2.81	56.3	
3	速灭磷	ND	0.25	0.21	84.0	85.7	1.00	0.87	86.5	76.7	5.00	3.49	69.9	68.0
		ND		0.22	86.4			0.75	74.8			2.93	58.7	
		ND		0.22	87.9			0.85	85.0			3.36	67.3	
		ND		0.23	93.2			0.81	80.8			3.97	79.3	
		ND		0.20	81.0			0.59	59.0			3.52	70.3	
		ND		0.20	81.8			0.74	74.0			3.12	62.3	
4	内吸磷	ND	0.25	0.14	56.3	68.8	1.00	0.57	56.9	62.3	5.00	2.81	56.3	55.2
		ND		0.19	76.2			0.67	66.9			2.56	51.3	
		ND		0.19	74.3			0.64	64.2			2.87	57.4	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.18	73.8			0.59	59.4			2.88	57.5	
		ND		0.15	60.6			0.63	62.9			2.87	57.3	
		ND		0.18	71.4			0.63	63.2			2.58	51.6	
5	虫线磷	ND	0.25	0.22	89.2	88.9	1.00	0.94	93.9	83.2	5.00	3.83	76.6	75.0
		ND		0.23	91.6			0.84	83.8			3.40	68.0	
		ND		0.22	88.9			0.89	89.4			3.69	73.8	
		ND		0.24	96.2			0.86	85.6			4.29	85.8	
		ND		0.21	83.2			0.67	66.9			3.82	76.5	
		ND		0.21	84.5			0.79	79.3			3.45	69.0	
6	灭克磷	ND	0.25	0.22	88.8	89.0	1.00	0.94	94.2	84.7	5.00	4.66	93.1	91.4
		ND		0.23	90.8			0.84	83.8			4.10	82.0	
		ND		0.22	88.9			0.90	90.3			4.51	90.3	
		ND		0.24	96.2			0.85	85.4			5.04	101	
		ND		0.21	83.6			0.72	72.3			4.71	94.2	
		ND		0.21	85.5			0.82	82.2			4.40	88.0	
7	甲拌磷	ND	0.25	0.18	72.5	78.4	1.00	0.75	74.8	71.2	5.00	3.54	70.8	68.6
		ND		0.21	82.6			0.75	74.5			3.10	62.0	
		ND		0.20	80.5			0.77	76.5			3.43	68.7	
		ND		0.21	84.4			0.73	73.0			3.91	78.1	
		ND		0.18	73.0			0.61	60.5			3.54	70.8	
		ND		0.19	77.4			0.68	68.0			3.04	60.9	
8	治螟磷	ND	0.25	0.23	93.8	93.7	1.00	0.96	95.6	87.4	5.00	4.02	80.3	78.7

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.24	95.8			0.87	87.4			3.50	69.9	
		ND		0.23	93.5			0.94	93.6			3.85	77.1	
		ND		0.25	100			0.88	88.1			4.53	90.6	
		ND		0.22	88.4			0.74	73.6			4.01	80.1	
		ND		0.23	90.7			0.86	86.0			3.70	73.9	
9	二嗪农	ND	0.25	0.23	93.0	90.9	1.00	1.01	101	91.3	5.00	4.11	82.2	81.8
		ND		0.23	93.6			0.88	87.7			3.56	71.1	
		ND		0.22	89.3			0.93	92.7			3.92	78.5	
		ND		0.24	97.6			0.91	91.0			4.59	91.8	
		ND		0.21	83.6			0.84	83.9			4.08	81.6	
		ND		0.22	88.1			0.91	91.5			4.27	85.4	
10	地虫硫磷	ND	0.25	0.23	91.6	89.2	1.00	0.94	93.7	85.8	5.00	4.45	89.1	88.9
		ND		0.23	90.2			0.84	84.3			3.92	78.4	
		ND		0.22	87.9			0.92	91.7			4.25	85.0	
		ND		0.24	96.4			0.87	87.0			5.10	102	
		ND		0.21	83.4			0.74	73.7			4.39	87.7	
		ND		0.21	85.7			0.84	84.3			4.56	91.2	
11	乙拌磷	ND	0.25	0.15	60.7	69.7	1.00	0.60	59.9	63.5	5.00	3.22	64.5	66.5
		ND		0.19	74.9			0.69	69.0			3.21	64.3	
		ND		0.19	74.3			0.66	66.1			3.28	65.5	
		ND		0.19	75.4			0.60	60.1			3.45	69.0	
		ND		0.15	60.8			0.62	62.0			3.26	65.3	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.18	72.0			0.64	63.6			3.50	70.1	
12	异稻瘟净	ND	0.25	0.22	89.8	89.5	1.00	1.03	103	93.2	5.00	4.04	80.8	79.1
		ND		0.23	90.6			0.90	90.2			3.52	70.4	
		ND		0.22	88.5			0.96	96.0			3.82	76.5	
		ND		0.24	96.2			0.91	91.5			4.51	90.1	
		ND		0.21	84.2			0.86	86.0			4.03	80.5	
		ND		0.22	87.5			0.92	92.5			3.82	76.3	
13	除线磷	ND	0.25	0.22	89.2	88.9	1.00	0.95	94.6	85.9	5.00	4.33	86.5	84.6
		ND		0.22	89.2			0.84	83.6			3.69	73.8	
		ND		0.22	87.7			0.90	89.9			4.10	82.1	
		ND		0.24	97.0			0.85	84.7			4.86	97.2	
		ND		0.21	82.8			0.78	77.8			4.32	86.3	
		ND		0.22	87.3			0.85	84.6			4.08	81.6	
14	久效磷	ND	0.25	0.18	71.9	79.0	1.00	0.93	92.6	87.2	5.00	3.88	77.5	82.2
		ND		0.19	76.2			0.84	83.5			3.60	71.9	
		ND		0.20	81.1			0.98	97.7			4.21	84.3	
		ND		0.23	91.8			0.84	84.0			4.96	99.2	
		ND		0.18	70.4			0.79	78.9			4.33	86.6	
		ND		0.21	82.8			0.86	86.3			3.67	73.4	
15	乐果	ND	0.25	0.22	86.2	85.9	1.00	0.93	93.5	86.0	5.00	4.61	92.2	89.8
		ND		0.21	85.0			0.82	81.6			3.95	78.9	
		ND		0.21	84.3			0.90	90.3			4.35	87.1	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.23	93.4			0.85	85.1			5.21	104	
		ND		0.20	81.0			0.78	78.0			4.57	91.4	
		ND		0.21	85.5			0.88	87.6			4.26	85.2	
16	皮蝇磷	ND	0.25	0.22	88.2	87.4	1.00	0.92	92.2	83.9	5.00	4.13	82.5	80.7
		ND		0.22	89.4			0.82	81.8			3.75	75.0	
		ND		0.21	85.5			0.86	86.4			3.89	77.8	
		ND		0.24	94.0			0.83	83.0			4.61	92.3	
		ND		0.20	81.8			0.77	76.9			4.06	81.1	
		ND		0.21	85.5			0.83	82.8			3.77	75.5	
17	甲基立枯磷	ND	0.25	0.22	89.0	88.6	1.00	0.96	95.6	86.1	5.00	4.38	87.6	88.5
		ND		0.23	90.2			0.84	83.6			4.63	92.6	
		ND		0.22	86.7			0.88	88.3			4.16	83.2	
		ND		0.24	95.2			0.85	84.6			4.92	98.3	
		ND		0.21	83.6			0.79	78.9			4.36	87.3	
		ND		0.22	86.9			0.86	85.5			4.10	82.1	
18	毒死蜱	ND	0.25	0.23	91.0	90.3	1.00	0.97	97.4	88.8	5.00	4.10	81.9	79.7
		ND		0.23	91.0			0.87	86.6			3.46	69.2	
		ND		0.22	88.7			0.91	91.0			3.87	77.4	
		ND		0.24	97.8			0.88	87.6			4.62	92.3	
		ND		0.21	85.2			0.81	81.4			4.06	81.2	
		ND		0.22	88.1			0.89	88.7			3.82	76.4	
19	甲基对硫磷	ND	0.25	0.22	86.2	86.5	1.00	0.96	96.4	87.2	5.00	4.04	80.8	77.6

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.22	88.4			0.85	85.3			3.40	68.0	
		ND		0.21	84.9			0.90	90.2			3.77	75.3	
		ND		0.23	93.4			0.86	86.2			4.45	89.0	
		ND		0.20	81.4			0.79	78.7			3.91	78.3	
		ND		0.21	84.9			0.86	86.4			3.71	74.1	
20	倍硫磷	ND	0.25	0.22	87.2	87.0	1.00	0.94	93.7	85.9	5.00	3.96	79.3	77.6
		ND		0.22	88.8			0.84	84.0			3.39	67.8	
		ND		0.21	85.3			0.88	88.1			3.78	75.5	
		ND		0.23	93.8			0.83	83.2			4.48	89.6	
		ND		0.20	80.8			0.80	80.1			3.95	79.1	
		ND		0.21	85.9			0.86	86.4			3.72	74.4	
21	马拉硫磷	ND	0.25	0.23	93.0	93.1	1.00	1.01	101	92.9	5.00	4.24	84.7	83.1
		ND		0.24	95.4			0.91	90.9			3.57	71.5	
		ND		0.22	89.7			0.96	96.1			4.01	80.1	
		ND		0.26	103			0.91	90.8			4.89	97.8	
		ND		0.22	87.2			0.86	86.3			4.22	84.4	
		ND		0.23	90.7			0.92	92.3			3.99	79.9	
22	溴硫磷	ND	0.25	0.22	89.6	87.8	1.00	0.92	92.3	84.2	5.00	3.78	75.6	74.2
		ND		0.23	90.0			0.83	83.0			3.24	64.8	
		ND		0.21	85.5			0.86	86.2			3.60	72.1	
		ND		0.23	93.4			0.82	82.2			4.37	87.4	
		ND		0.20	81.6			0.78	77.7			3.77	75.4	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.22	86.9			0.84	83.8			3.50	70.0	
23	杀螟硫磷	ND	0.25	0.22	89.0	89.0	1.00	0.95	94.6	85.6	5.00	3.99	79.8	80.4
		ND		0.24	94.2			0.84	84.5			3.67	73.4	
		ND		0.22	86.3			0.90	90.1			3.89	77.8	
		ND		0.24	96.2			0.82	81.7			4.81	96.2	
		ND		0.21	82.4			0.78	77.8			4.08	81.6	
		ND		0.21	85.9			0.85	84.6			3.68	73.5	
24	对硫磷	ND	0.25	0.22	89.4	88.9	1.00	1.01	101	88.8	5.00	4.08	81.6	80.0
		ND		0.22	89.6			0.86	85.5			3.55	71.0	
		ND		0.22	86.7			0.90	89.9			3.85	77.0	
		ND		0.24	97.0			0.87	86.7			4.66	93.3	
		ND		0.21	82.8			0.82	81.9			4.03	80.5	
		ND		0.22	87.7			0.88	87.9			3.82	76.4	
25	育畜磷	ND	0.25	0.23	91.0	91.2	1.00	0.99	98.7	90.4	5.00	4.17	83.3	80.8
		ND		0.23	90.8			0.88	87.7			3.42	68.5	
		ND		0.22	88.5			0.92	91.8			3.95	79.0	
		ND		0.25	101			0.88	88.3			4.71	94.1	
		ND		0.21	85.6			0.84	84.1			4.12	82.4	
		ND		0.23	90.3			0.92	91.7			3.87	77.4	
26	水胺硫磷	ND	0.25	0.22	88.6	88.2	1.00	1.01	101	91.9	5.00	4.20	84.0	80.3
		ND		0.22	87.4			0.88	88.3			3.35	67.0	
		ND		0.22	87.1			0.93	93.3			3.89	77.9	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.24	96.0			0.91	91.2			4.70	94.0	
		ND		0.21	82.8			0.86	86.2			4.10	82.0	
		ND		0.22	87.5			0.92	91.6			3.84	76.7	
27	稻丰散	ND	0.25	0.24	95.8	94.7	1.00	1.02	102	95.2	5.00	5.05	101	91.1
		ND		0.23	92.0			0.94	93.6			3.77	75.4	
		ND		0.23	91.5			0.96	96.4			4.30	85.9	
		ND		0.27	107			0.93	93.4			5.36	107	
		ND		0.23	90.6			0.90	89.8			4.58	91.7	
		ND		0.23	91.7			0.96	95.6			4.27	85.4	
28	甲拌磷砜	ND	0.25	0.23	93.6	92.7	1.00	1.01	102	92.5	5.00	4.79	95.9	92.9
		ND		0.23	93.2			0.89	88.9			3.92	78.5	
		ND		0.22	89.7			0.95	94.6			4.47	89.3	
		ND		0.25	100.0			0.92	91.7			5.46	109	
		ND		0.22	87.2			0.86	85.8			4.74	94.7	
		ND		0.23	92.5			0.93	92.5			4.48	89.5	
29	丙硫磷	ND	0.25	0.23	92.6	92.2	1.00	0.99	99.2	91.5	5.00	4.57	91.3	88.6
		ND		0.23	92.2			0.89	89.1			3.77	75.4	
		ND		0.22	88.5			0.93	93.3			4.29	85.7	
		ND		0.25	101			0.91	90.8			5.20	104	
		ND		0.22	87.0			0.85	85.2			4.51	90.1	
		ND		0.23	91.9			0.91	91.1			4.24	84.9	
30	脱叶磷	ND	0.25	0.23	93.8	93.4	1.00	1.05	105	96.7	5.00	5.26	105	101

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.24	95.4			0.94	93.5			4.30	86.0	
		ND		0.22	89.1			0.99	99.1			4.89	97.8	
		ND		0.25	102			0.97	96.6			5.76	115	
		ND		0.22	87.8			0.90	90.3			5.26	105	
		ND		0.23	92.9			0.96	95.8			4.90	98.1	
31	杀虫畏	ND	0.25	0.22	88.8	87.9	1.00	0.96	95.6	86.2	5.00	4.15	82.9	81.0
		ND		0.22	88.6			0.85	85.3			3.48	69.7	
		ND		0.21	84.3			0.89	88.8			3.87	77.4	
		ND		0.24	95.4			0.78	77.9			4.93	98.6	
		ND		0.21	83.0			0.82	81.8			4.13	82.6	
		ND		0.22	87.1			0.87	87.5			3.74	74.8	
32	丙溴磷	ND	0.25	0.23	93.4	91.9	1.00	1.00	99.7	91.9	5.00	4.58	91.6	87.9
		ND		0.23	92.0			0.90	89.8			3.74	74.9	
		ND		0.22	88.5			0.93	92.9			4.23	84.7	
		ND		0.25	100.0			0.90	90.1			5.14	103	
		ND		0.22	86.2			0.87	86.6			4.49	89.8	
		ND		0.23	91.3			0.92	92.2			4.17	83.4	
33	地胺磷	ND	0.25	0.23	92.0	95.2	1.00	1.05	105	97.0	5.00	4.49	89.8	86.1
		ND		0.25	100.0			0.99	99.3			3.59	71.9	
		ND		0.24	97.5			0.97	97.3			4.39	87.8	
		ND		0.26	102			0.92	92.1			4.88	97.5	
		ND		0.21	84.2			0.86	86.3			4.38	87.7	

序号	目标化合物	原样测定结果（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.24	95.1			1.02	102			4.11	82.1	
34	三硫磷	ND	0.25	0.23	91.8	91.1	1.00	1.00	99.8	90.2	5.00	4.54	90.8	85.1
		ND		0.23	91.8			0.87	86.9			3.53	70.5	
		ND		0.21	85.9			0.90	90.3			4.11	82.2	
		ND		0.25	99.8			0.89	88.8			5.10	102	
		ND		0.22	87.0			0.85	84.7			4.28	85.6	
		ND		0.23	90.3			0.91	90.9			3.96	79.2	
35	三唑磷	ND	0.25	0.24	97.2	95.8	1.00	1.10	110	101	5.00	4.42	88.4	84.5
		ND		0.24	95.0			0.98	97.9			3.53	70.6	
		ND		0.23	90.7			0.99	99.2			4.09	81.9	
		ND		0.26	104			0.99	99.4			5.02	100	
		ND		0.23	91.6			0.94	94.0			4.29	85.8	
		ND		0.24	95.7			1.02	102			3.99	79.8	

表 1-51　实验室 6 沉积物样品加标测试数据

序号	目标化合物	样品测试浓度（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
1	敌敌畏	ND	0.25	0.17	66.5	64.4	1.00	0.67	67.3	65.9	5.00	3.21	64.3	64.8
		ND		0.16	62.3			0.68	68.2			3.19	63.7	
		ND		0.15	60.0			0.69	68.6			3.17	63.3	
		ND		0.16	64.9			0.57	57.3			3.26	65.2	
		ND		0.17	67.5			0.68	67.7			3.40	68.0	
		ND		0.16	65.4			0.66	66.0			3.22	64.3	
2	甲胺磷	ND	0.25	0.14	55.9	59.2	1.00	0.58	57.8	58.2	5.00	2.73	54.5	58.1
		ND		0.14	55.3			0.59	58.6			2.93	58.6	
		ND		0.15	58.4			0.59	59.0			2.98	59.6	
		ND		0.18	71.7			0.57	57.4			2.99	59.7	
		ND		0.15	58.1			0.58	57.9			2.86	57.1	
		ND		0.14	55.8			0.58	58.3			2.94	58.9	
3	速灭磷	ND	0.25	0.27	108	92.5	1.00	0.91	91.2	94.7	5.00	3.99	79.9	84.8
		ND		0.21	85.1			0.87	86.9			4.19	83.8	
		ND		0.22	88.5			1.01	101			4.18	83.6	
		ND		0.22	87.8			0.95	94.8			4.66	93.1	
		ND		0.25	98.1			0.94	93.8			4.67	93.3	
		ND		0.22	86.9			1.00	101			3.76	75.2	
4	内吸磷	ND	0.25	0.20	78.5	66.6	1.00	0.72	72.2	70.9	5.00	3.66	73.2	73.3
		ND		0.18	71.1			0.70	70.3			3.57	71.4	
		ND		0.15	61.8			0.71	71.2			3.85	76.9	

序号	目标化合物	样品测试浓度（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.14	54.5			0.70	70.0			3.59	71.8	
		ND		0.18	72.3			0.71	70.6			3.76	75.3	
		ND		0.15	61.2			0.71	70.8			3.55	71.0	
5	虫线磷	ND	0.25	0.29	114	95.9	1.00	0.93	92.7	97.4	5.00	4.09	81.9	87.7
		ND		0.22	87.7			0.93	93.0			4.42	88.3	
		ND		0.23	91.7			1.03	103			4.26	85.3	
		ND		0.22	90.0			0.97	97.1			4.73	94.7	
		ND		0.25	101			0.96	95.7			4.73	94.7	
		ND		0.23	91.1			1.03	103			4.05	81.0	
6	灭克磷	ND	0.25	0.29	114	96.8	1.00	0.93	93.4	97.8	5.00	4.14	82.8	88.4
		ND		0.22	88.3			0.93	93.1			4.41	88.1	
		ND		0.23	92.3			1.03	103			4.29	85.8	
		ND		0.23	90.6			0.97	97.4			4.71	94.2	
		ND		0.25	102			0.96	95.8			4.75	95.0	
		ND		0.23	93.3			1.04	104			4.23	84.6	
7	甲拌磷	ND	0.25	0.24	97.5	80.4	1.00	0.71	71.4	76.8	5.00	3.80	76.0	72.4
		ND		0.18	72.3			0.75	75.4			3.64	72.7	
		ND		0.19	74.4			0.79	78.9			3.59	71.8	
		ND		0.18	72.5			0.78	77.9			3.68	73.6	
		ND		0.21	83.9			0.84	83.7			3.51	70.2	
		ND		0.20	82.0			0.74	73.7			3.51	70.1	
8	治螟磷	ND	0.25	0.29	116	98.4	1.00	0.95	94.9	101	5.00	4.02	80.5	88.5

序号	目标化合物	样品测试浓度（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.22	87.5			0.96	95.9			4.45	89.0	
		ND		0.23	92.9			1.04	104			4.27	85.5	
		ND		0.23	90.2			1.03	103			4.73	94.6	
		ND		0.26	103			1.04	104			4.78	95.7	
		ND		0.25	101			1.04	104			4.28	85.7	
9	二嗪农	ND	0.25	0.28	114	97.5	1.00	0.88	88.1	97.2	5.00	3.91	78.1	87.2
		ND		0.22	88.7			0.94	94.4			4.29	85.7	
		ND		0.23	92.3			1.02	102			4.37	87.4	
		ND		0.23	90.8			1.05	105			4.54	90.8	
		ND		0.26	103			0.90	90.2			4.73	94.5	
		ND		0.24	96.7			1.04	104			4.32	86.5	
10	地虫硫磷	ND	0.25	0.29	115	97.7	1.00	0.93	92.5	96.9	5.00	4.10	82.0	87.7
		ND		0.22	89.1			0.92	91.8			4.36	87.1	
		ND		0.23	93.1			1.02	102			4.23	84.7	
		ND		0.23	90.6			0.96	95.7			4.69	93.7	
		ND		0.26	103			0.95	95.4			4.70	94.1	
		ND		0.24	94.9			1.04	104			4.23	84.5	
11	乙拌磷	ND	0.25	0.21	83.5	74.7	1.00	0.71	70.9	73.1	5.00	3.66	73.2	72.3
		ND		0.18	72.5			0.74	74.2			3.58	71.6	
		ND		0.18	71.6			0.73	73.1			3.65	73.0	
		ND		0.19	76.6			0.73	73.2			3.53	70.6	
		ND		0.18	73.7			0.71	70.7			3.62	72.5	

序号	目标化合物	样品测试浓度（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.18	70.2			0.77	76.6			3.64	72.8	
12	异稻瘟净	ND	0.25	0.29	116	98.6	1.00	0.93	93.4	96.7	5.00	3.94	78.9	84.9
		ND		0.22	88.9			0.91	90.9			4.15	83.0	
		ND		0.23	93.7			1.02	102			4.05	81.0	
		ND		0.23	92.0			0.96	95.9			4.50	89.9	
		ND		0.26	103			0.95	95.0			4.58	91.6	
		ND		0.24	97.9			1.03	103			4.25	85.0	
13	除线磷	ND	0.25	0.29	114	98.3	1.00	0.94	93.8	97.6	5.00	4.10	82.0	87.9
		ND		0.22	89.3			0.92	91.9			4.33	86.7	
		ND		0.23	93.3			1.03	103			4.20	84.0	
		ND		0.23	92.0			0.97	96.8			4.66	93.2	
		ND		0.26	103			0.96	96.1			4.74	94.7	
		ND		0.24	97.3			1.05	105			4.33	86.6	
14	久效磷	ND	0.25	0.28	111	108	1.00	0.98	98.5	108	5.00	3.80	75.9	85.0
		ND		0.27	107			0.97	96.7			4.07	81.4	
		ND		0.28	113			1.16	116			4.27	85.4	
		ND		0.26	103			1.17	117			4.42	88.3	
		ND		0.28	111			1.04	104			4.84	96.9	
		ND		0.26	105			1.16	116			4.11	82.1	
15	乐果	ND	0.25	0.28	113	99.0	1.00	0.96	95.5	98.7	5.00	4.10	82.0	86.8
		ND		0.22	89.3			0.90	90.1			4.19	83.8	
		ND		0.24	94.1			1.03	103			4.16	83.2	

序号	目标化合物	样品测试浓度（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.23	93.8			0.98	98.1			4.60	92.0	
		ND		0.26	105			0.98	97.9			4.69	93.7	
		ND		0.25	99.1			1.07	107			4.29	85.8	
16	皮蝇磷	ND	0.25	0.28	112	97.4	1.00	0.93	93.3	96.9	5.00	4.00	80.1	85.7
		ND		0.22	88.7			0.91	90.8			4.21	84.2	
		ND		0.23	92.3			1.01	101			4.09	81.7	
		ND		0.23	91.8			0.96	95.7			4.56	91.3	
		ND		0.26	103			0.96	95.8			4.65	93.0	
		ND		0.24	96.3			1.05	105			4.19	83.8	
17	甲基立枯磷	ND	0.25	0.28	111	98.1	1.00	0.94	94.0	97.8	5.00	4.09	81.8	87.1
		ND		0.22	89.5			0.92	91.7			4.28	85.5	
		ND		0.23	93.7			1.03	103			4.17	83.3	
		ND		0.23	92.6			0.97	96.9			4.62	92.4	
		ND		0.26	104			0.96	96.4			4.69	93.8	
		ND		0.24	97.7			1.05	105			4.30	86.0	
18	毒死蜱	ND	0.25	0.29	116	99.1	1.00	0.93	93.1	98.6	5.00	4.10	82.1	87.5
		ND		0.23	90.1			0.93	92.8			4.31	86.1	
		ND		0.23	92.3			1.03	103			4.16	83.2	
		ND		0.23	93.2			0.98	98.1			4.63	92.6	
		ND		0.26	104			0.98	97.6			4.74	94.7	
		ND		0.25	98.9			1.07	107			4.32	86.5	
19	甲基对硫磷	ND	0.25	0.29	116	98.6	1.00	0.90	90.3	96.4	5.00	4.07	81.4	86.6

序号	目标化合物	样品测试浓度（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.22	89.7			0.91	90.7			4.28	85.6	
		ND		0.22	89.7			1.00	100			4.12	82.4	
		ND		0.23	93.8			0.96	95.7			4.60	92.0	
		ND		0.26	104			0.97	97.1			4.69	93.7	
		ND		0.25	98.1			1.04	105			4.22	84.4	
20	倍硫磷	ND	0.25	0.28	114	97.7	1.00	0.92	92.3	96.6	5.00	4.01	80.1	86.0
		ND		0.22	88.9			0.91	90.9			4.25	85.1	
		ND		0.23	92.7			1.02	102			4.14	82.7	
		ND		0.23	90.6			0.95	95.3			4.51	90.2	
		ND		0.26	103			0.94	94.3			4.61	92.1	
		ND		0.24	97.3			1.04	105			4.28	85.6	
21	马拉硫磷	ND	0.25	0.29	116	99.2	1.00	0.96	95.7	99.4	5.00	4.07	81.5	87.6
		ND		0.22	89.3			0.93	93.0			4.29	85.8	
		ND		0.23	93.7			1.04	104			4.15	83.0	
		ND		0.23	93.2			0.99	98.6			4.65	93.0	
		ND		0.26	104			0.98	97.9			4.74	94.7	
		ND		0.25	98.5			1.07	107			4.36	87.3	
22	溴硫磷	ND	0.25	0.29	114	98.2	1.00	0.94	93.5	97.6	5.00	4.03	80.5	85.6
		ND		0.22	89.1			0.91	91.4			4.17	83.4	
		ND		0.23	92.9			1.02	102			4.04	80.8	
		ND		0.23	92.6			0.96	96.3			4.56	91.1	
		ND		0.26	103			0.97	96.8			4.66	93.2	

序号	目标化合物	样品测试浓度（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.24	97.3			1.06	106			4.22	84.3	
23	杀螟硫磷	ND	0.25	0.29	116	99.5	1.00	0.95	94.5	98.2	5.00	4.08	81.6	86.8
		ND		0.23	90.1			0.92	91.9			4.28	85.6	
		ND		0.24	94.3			1.03	103			4.13	82.7	
		ND		0.23	93.8			0.97	97.0			4.60	91.9	
		ND		0.26	104			0.97	97.1			4.67	93.5	
		ND		0.25	98.7			1.06	106			4.27	85.5	
24	对硫磷	ND	0.25	0.29	116	99.7	1.00	0.94	94.5	98.4	5.00	4.13	82.6	87.8
		ND		0.23	90.1			0.92	92.4			4.30	86.1	
		ND		0.24	94.7			1.03	103			4.17	83.3	
		ND		0.23	93.8			0.97	97.2			4.65	92.9	
		ND		0.26	105			0.97	97.3			4.71	94.2	
		ND		0.25	99.1			1.06	106			4.38	87.5	
25	育畜磷	ND	0.25	0.29	116	101	1.00	0.95	95.5	99.3	5.00	4.21	84.2	88.2
		ND		0.23	90.9			0.92	91.9			4.30	86.0	
		ND		0.24	95.9			1.05	105			4.23	84.7	
		ND		0.24	94.8			0.99	98.5			4.63	92.7	
		ND		0.27	107			0.98	98.1			4.69	93.7	
		ND		0.25	101			1.07	107			4.39	87.9	
26	水胺硫磷	ND	0.25	0.29	117	102	1.00	0.97	96.7	101	5.00	4.08	81.5	86.0
		ND		0.23	92.7			0.92	92.4			4.18	83.6	
		ND		0.24	97.1			1.06	106			4.10	81.9	

序号	目标化合物	样品测试浓度（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.24	96.8			0.99	99.4			4.54	90.8	
		ND		0.27	108			1.00	99.9			4.63	92.6	
		ND		0.25	101			1.09	109			4.27	85.5	
27	稻丰散	ND	0.25	0.30	119	100	1.00	0.94	94.2	98.3	5.00	3.99	79.8	87.1
		ND		0.22	87.1			0.91	91.1			4.25	85.1	
		ND		0.24	95.1			1.02	102			4.13	82.5	
		ND		0.23	93.2			0.98	98.3			4.64	92.8	
		ND		0.26	106			0.96	96.5			4.76	95.3	
		ND		0.25	101			1.08	108			4.35	87.0	
28	甲拌磷砜	ND	0.25	0.28	112	104	1.00	1.01	101	106	5.00	4.29	85.7	90.9
		ND		0.24	95.1			0.98	98.1			4.44	88.7	
		ND		0.25	101			1.10	110			4.32	86.3	
		ND		0.25	99.6			1.06	106			4.84	96.7	
		ND		0.28	111			1.05	105			4.88	97.6	
		ND		0.27	108			1.15	115			4.52	90.4	
29	丙硫磷	ND	0.25	0.28	114	98.7	1.00	0.94	94.2	98.5	5.00	4.09	81.7	86.9
		ND		0.22	89.7			0.92	92.5			4.26	85.2	
		ND		0.23	93.7			1.03	103			4.13	82.5	
		ND		0.23	93.2			0.97	97.4			4.61	92.2	
		ND		0.26	103			0.98	97.5			4.67	93.4	
		ND		0.25	98.3			1.06	106			4.32	86.5	
30	脱叶磷	ND	0.25	0.28	112	97.0	1.00	0.94	93.7	97.9	5.00	4.12	82.5	87.2

序号	目标化合物	样品测试浓度（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.22	88.1			0.92	92.3			4.26	85.3	
		ND		0.23	92.3			1.03	103			4.15	82.9	
		ND		0.23	91.6			0.97	96.8			4.61	92.2	
		ND		0.25	102			0.97	96.8			4.68	93.6	
		ND		0.24	96.5			1.05	105			4.34	86.7	
31	杀虫畏	ND	0.25	0.28	111	105	1.00	0.99	99.4	104	5.00	3.94	78.8	82.7
		ND		0.24	97.1			0.96	96.4			4.06	81.2	
		ND		0.25	102			1.09	109			3.89	77.8	
		ND		0.26	102			1.03	103			4.39	87.9	
		ND		0.28	113			1.03	103			4.51	90.3	
		ND		0.27	106			1.13	113			4.02	80.4	
32	丙溴磷	ND	0.25	0.30	119	103	1.00	0.96	96.0	101	5.00	3.97	79.5	83.7
		ND		0.23	93.5			0.94	93.7			4.09	81.8	
		ND		0.24	97.9			1.06	106			3.96	79.3	
		ND		0.24	97.8			0.99	99.4			4.42	88.5	
		ND		0.27	108			0.99	99.4			4.53	90.6	
		ND		0.26	102			1.09	109			4.12	82.4	
33	地胺磷	ND	0.25	0.29	115	106	1.00	1.02	102	106	5.00	4.29	85.8	88.6
		ND		0.26	102			1.00	100			4.42	88.4	
		ND		0.25	99.5			1.16	116			4.41	88.2	
		ND		0.24	96.4			1.02	102			4.51	90.3	
		ND		0.28	114			0.99	99.3			4.79	95.9	

序号	目标化合物	样品测试浓度（mg/kg）	低浓度（mg/kg）				中浓度（mg/kg）				高浓度（mg/kg）			
			加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）	加标浓度	样品浓度	回收率（%）	平均回收率（%）
		ND		0.27	107			1.15	115			4.14	82.8	
34	三硫磷	ND	0.25	0.29	116	101	1.00	0.94	93.9	98.3	5.00	4.07	81.5	86.3
		ND		0.23	90.3			0.92	92.1			4.22	84.4	
		ND		0.24	95.9			1.03	103			4.14	82.8	
		ND		0.24	95.6			0.97	97.3			4.53	90.6	
		ND		0.27	106			0.97	96.9			4.67	93.3	
		ND		0.25	101			1.06	106			4.24	84.9	
35	三唑磷	ND	0.25	0.28	114	109	1.00	1.01	101	106	5.00	5.10	102	101
		ND		0.25	99.3			0.98	97.6			4.82	96.5	
		ND		0.26	105			1.11	111			5.49	110	
		ND		0.27	107			1.05	105			4.89	97.8	
		ND		0.29	117			1.06	106			4.94	98.9	
		ND		0.27	109			1.14	114			5.04	101	

2　方法验证数据汇总

2.1　方法检出限、测定下限汇总

以 6 家验证实验室及标准编制单位检出限测定值中的最大值作为本方法的方法检出限，以 4 倍检出限为目标化合物的测定下限，各实验室检出限和测定下限汇总结果见表 2-1。

综上所述，本标准的方法检出限规定为：当样品取样量为 10.0 g，定容体积为 5.00 mL 时，目标化合物的方法检出限为 0.03 mg/kg～0.05 mg/kg，测定下限为 0.12 mg/kg～0.20 mg/kg。

表 2-1　6 家验证实验室方法检出限和测定下限

序号	目标化合物	测定结果（mg/kg）						方法检出限（mg/kg）	测定下限（mg/kg）
		1	2	3	4	5	6		
1	敌敌畏	0.01	0.03	0.04	0.02	0.01	0.03	0.04	0.16
2	甲胺磷	0.04	0.03	0.03	0.04	0.03	0.03	0.04	0.16
3	速灭磷	0.01	0.03	0.04	0.01	0.03	0.03	0.04	0.16
4	内吸磷	0.01	0.03	0.01	0.02	0.03	0.02	0.03	0.12
5	虫线磷	0.01	0.03	0.01	0.01	0.03	0.03	0.03	0.12
6	灭克磷	0.01	0.03	0.01	0.01	0.03	0.03	0.03	0.12
7	甲拌磷	0.01	0.03	0.01	0.01	0.01	0.03	0.03	0.12
8	治螟磷	0.01	0.03	0.01	0.01	0.03	0.03	0.03	0.12
9	二嗪农	0.01	0.03	0.01	0.01	0.03	0.03	0.03	0.12
10	地虫硫磷	0.01	0.03	0.01	0.01	0.03	0.03	0.03	0.12
11	乙拌磷	0.01	0.03	0.01	0.01	0.03	0.03	0.03	0.12
12	异稻瘟净	0.01	0.03	0.01	0.01	0.04	0.04	0.04	0.16
13	除线磷	0.01	0.03	0.01	0.01	0.04	0.03	0.04	0.16
14	久效磷	0.04	0.05	0.03	0.01	0.04	0.02	0.05	0.20
15	乐果	0.01	0.03	0.01	0.02	0.04	0.04	0.04	0.16
16	皮蝇磷	0.01	0.03	0.01	0.02	0.04	0.02	0.04	0.16
17	甲基立枯	0.01	0.03	0.01	0.01	0.04	0.02	0.04	0.16
18	毒死蜱	0.01	0.03	0.01	0.02	0.04	0.04	0.04	0.16
19	甲基对硫	0.03	0.04	0.01	0.02	0.03	0.03	0.04	0.16
20	倍硫磷	0.01	0.03	0.01	0.01	0.04	0.03	0.04	0.16
21	马拉硫磷	0.01	0.04	0.01	0.02	0.04	0.02	0.04	0.16
22	溴硫磷	0.03	0.03	0.01	0.02	0.04	0.03	0.04	0.16
23	杀螟硫磷	0.01	0.04	0.01	0.02	0.04	0.01	0.04	0.16
24	对硫磷	0.04	0.04	0.01	0.01	0.04	0.03	0.04	0.16
25	育畜磷	0.01	0.03	0.01	0.01	0.04	0.03	0.04	0.16
26	水胺硫磷	0.01	0.03	0.01	0.02	0.04	0.03	0.04	0.16
27	稻丰散	0.01	0.03	0.01	0.01	0.04	0.03	0.04	0.16
28	甲拌磷砜	0.01	0.04	0.01	0.01	0.04	0.03	0.04	0.16
29	丙硫磷	0.01	0.04	0.01	0.01	0.04	0.03	0.04	0.16
30	脱叶磷	0.01	0.03	0.01	0.01	0.04	0.03	0.04	0.16
31	杀虫畏	0.01	0.03	0.01	0.03	0.04	0.04	0.04	0.16

32	丙溴磷	0.01	0.03	0.01	0.01	0.04	0.04	0.04	0.16
33	地胺磷	0.01	0.04	0.01	0.02	0.04	0.01	0.04	0.16
34	三硫磷	0.01	0.03	0.03	0.01	0.04	0.03	0.04	0.16
35	三唑磷	0.01	0.03	0.04	0.01	0.04	0.03	0.04	0.16

2.2 校准曲线数据汇总

对 6 家验证实验室校准曲线相关系数据进行统计，结果见表 2-2。

本标准 6 家验证实验室提供的结果中，35 种有机磷农药校准曲线的线性相关系数范围为 0.995～1.0000。

表 2-2 6 家验证实验室校准曲线相关系数

序号	目标化合物	校准曲线相关系数					
		1	2	3	4	5	6
1	敌敌畏	0.9999	0.996	0.9999	0.9999	0.9999	0.996
2	甲胺磷	0.9998	0.9998	0.9999	0.9998	0.9998	0.996
3	速灭磷	0.9999	0.9995	0.9999	0.9996	0.9996	0.996
4	内吸磷	0.9999	0.9998	0.9999	0.9998	0.9998	0.9998
5	虫线磷	0.9999	0.9998	0.9999	0.9999	0.9999	0.997
6	灭克磷	0.9997	0.9999	0.9999	0.9999	0.9999	0.996
7	甲拌磷	1.0000	0.9999	0.9999	0.9999	0.9999	0.9993
8	治螟磷	0.9999	0.9997	0.9999	0.9999	0.9999	0.997
9	二嗪农	0.9999	0.9999	0.9999	0.9999	0.9999	0.9997
10	地虫硫磷	0.9999	0.9999	0.9999	1.0000	1.0000	0.998
11	乙拌磷	0.9999	0.9999	0.9999	0.9999	0.9999	0.9993
12	异稻瘟净	1.0000	0.9998	0.997	0.995	0.995	0.9991
13	除线磷	0.9999	0.997	0.9999	0.9999	0.9999	0.9991
14	久效磷	0.9995	0.9993	0.9999	0.9998	0.9998	0.9990
15	乐果	0.9999	0.9998	0.9999	0.9998	0.9998	0.998
16	皮蝇磷	0.9999	0.995	0.9999	0.9999	0.9999	0.9997
17	甲基立枯磷	0.9999	0.997	0.9999	0.9999	0.9999	0.9993
18	毒死蜱	0.9999	0.995	0.9999	0.9999	0.9999	0.9996
19	甲基对硫磷	0.9999	0.9996	0.9999	0.9999	0.9999	0.9993
20	倍硫磷	0.9999	0.9999	0.9999	1.0000	1.0000	0.998
21	马拉硫磷	0.9999	0.9998	0.9998	0.9999	0.9999	0.9996
22	溴硫磷	0.9999	0.996	0.9999	1.0000	1.0000	0.9998
23	杀螟硫磷	0.9996	0.9998	0.9997	0.9999	0.9999	0.9994
24	对硫磷	0.9999	0.9996	0.9999	0.9998	0.9998	0.9991
25	育畜磷	0.9999	0.9999	0.9999	0.9999	0.9999	0.9990
26	水胺硫磷	0.9998	0.996	0.9998	0.9999	0.9999	0.998
27	稻丰散	0.9999	0.9997	0.9999	0.9999	0.9999	0.9997
28	甲拌磷砜	0.9999	0.9999	0.9999	0.9999	0.9999	0.9993
29	丙硫磷	0.9999	0.997	0.9999	0.9999	0.9999	0.9995
30	脱叶磷	0.9999	1.0000	0.9999	0.9991	0.9991	0.998
31	杀虫畏	0.9999	0.995	0.9997	0.997	0.997	0.9998
32	丙溴磷	0.9999	0.998	0.9993	0.9999	0.9999	0.9997

序号	目标化合物	校准曲线相关系数					
		1	2	3	4	5	6
33	地胺磷	0.9999	0.9995	0.9991	0.997	0.997	0.9987
34	三硫磷	0.9999	0.998	0.9993	0.9999	0.9999	0.9996
35	三唑磷	0.9999	0.9997	0.9998	1.0000	1.0000	0.9993

2.3 方法精密度数据汇总

对 6 家验证实验室测定的空白石英砂、土壤样品和沉积物样品的精密度数据进行分析，结果统计见表 2-3～表 2-5。

6 家验证实验室分别对加标质量分数为 0.25 mg/kg、1.00 mg/kg、5.00 mg/kg 的空白石英砂样品进行 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 1.3%～13%、1.6%～8.2%和 1.3%～13%；实验室间相对标准偏差分别为 4.5%～11%、6.0 %～14%和 3.5%～12%；重复性限分别为 0.04 mg/kg～0.06 mg/kg、0.11 mg/kg～0.14 mg/kg 和 0.54 mg/kg～0.77 mg/kg；再现性限分别为 0.05 mg/kg～0.10 mg/kg、0.20 mg/kg～0.42 mg/kg 和 0.77 mg/kg～1.76 mg/kg。

6 家验证实验室分别对加标质量分数为 0.25 mg/kg、1.00 mg/kg、5.00 mg/kg 土壤样品进行 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 2.0%～12%、1.1%～11%和 0.6%～19%；实验室间相对标准偏差分别为 7.3%～23%、5.0%～20%和 4.0%～14%；重复性限分别为 0.02 mg/kg～0.05 mg/kg、0.07 mg/kg～0.16 mg/kg 和 0.37 mg/kg～0.76 mg/kg；再现性限分别为 0.05 mg/kg～0.11 mg/kg、0.17 mg/kg～0.41 mg/kg 和 0.57 mg/kg～1.82 mg/kg。

6 家验证实验室分别对加标质量分数为 0.25 mg/kg、1.00 mg/kg、5.00 mg/kg 沉积物样品进行 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 1.5%～29%、0.9%～15%和 1.4%～20%；实验室间相对标准偏差分别为 6.9%～17%、6.8%～22%和 5.3%～18%；重复性限分别为 0.04 mg/kg～0.09 mg/kg、0.06 mg/kg～0.26 mg/kg 和 0.56 mg/kg～1.44 mg/kg；再现性限分别为 0.06 mg/kg～0.13 mg/kg、0.21 mg/kg～0.50 mg/kg 和 1.09 mg/kg～2.07 mg/kg。

表 2-3　空白石英砂精密度测试数据汇总表

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
1	敌敌畏	0.25	1	0.23	0.01	3.0	0.23	0.01	4.8	0.04	0.05
			2	0.24	0.02	6.8					
			3	0.23	0.02	7.3					
			4	0.21	0.01	6.9					
			5	0.23	0.01	6.3					
			6	0.23	0.01	6.0					
		1.00	1	0.93	0.03	3.2	0.94	0.07	7.3	0.12	0.22
			2	0.87	0.05	5.7					
			3	0.84	0.03	4.0					
			4	1.00	0.07	6.7					
			5	0.97	0.03	3.1					
			6	1.01	0.04	3.8					
		5.00	1	4.17	0.55	13.2	4.31	0.36	8.4	0.77	1.23
			2	4.00	0.15	3.7					
			3	3.87	0.23	5.9					
			4	4.45	0.12	2.8					
			5	4.54	0.24	5.4					
			6	4.83	0.09	1.8					
2	甲胺磷	0.25	1	0.26	0.003	1.3	0.24	0.01	6.1	0.04	0.06
			2	0.23	0.02	7.7					
			3	0.23	0.01	4.2					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			4	0.23	0.02	7.4					
			5	0.25	0.02	6.2					
			6	0.26	0.02	8.6					
		1.00	1	1.01	0.03	2.9	0.99	0.08	7.8	0.13	0.25
			2	0.88	0.05	5.9					
			3	0.92	0.04	4.1					
			4	0.99	0.04	4.4					
			5	1.04	0.03	2.7					
			6	1.09	0.07	6.8					
		5.00	1	4.93	0.25	5.1	4.76	0.35	7.3	0.57	1.11
			2	4.11	0.28	6.7					
			3	4.72	0.11	2.3					
			4	4.70	0.13	2.8					
			5	5.01	0.23	4.7					
			6	5.06	0.16	3.1					
3	速灭磷	0.25	1	0.24	0.004	1.8	0.24	0.01	5.9	0.04	0.06
			2	0.24	0.02	6.9					
			3	0.27	0.02	5.8					
			4	0.23	0.02	7.6					
			5	0.24	0.01	6.2					
			6	0.24	0.02	6.6					
		1.00	1	0.96	0.03	2.6	0.96	0.08	8.7	0.11	0.25
			2	0.88	0.05	5.7					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			3	0.85	0.03	3.7					
			4	1.04	0.04	4.2					
			5	1.00	0.03	3.0					
			6	1.05	0.05	4.6					
		5.00	1	5.01	0.27	5.4	4.66	0.39	8.4	0.60	1.22
			2	3.99	0.29	7.2					
			3	4.68	0.12	2.6					
			4	4.48	0.14	3.0					
			5	4.76	0.26	5.4					
			6	5.05	0.15	3.0					
4	内吸磷	0.25	1	0.24	0.01	2.2	0.24	0.02	9.5	0.04	0.08
			2	0.25	0.02	6.5					
			3	0.27	0.01	4.6					
			4	0.20	0.02	8.5					
			5	0.26	0.02	7.3					
			6	0.25	0.02	6.8					
		1.00	1	0.94	0.02	2.6	0.99	0.08	8.1	0.14	0.26
			2	0.88	0.05	5.1					
			3	0.96	0.04	3.9					
			4	0.97	0.08	8.2					
			5	1.07	0.03	2.5					
			6	1.09	0.06	5.1					
		5.00	1	5.28	0.09	1.8	4.80	0.37	7.8	0.58	1.17

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			2	4.27	0.27	6.2					
			3	4.85	0.22	4.5					
			4	4.45	0.10	2.2					
			5	4.99	0.29	5.7					
			6	4.96	0.19	3.8					
5	虫线磷	0.25	1	0.24	0.005	2.0	0.25	0.02	8.1	0.04	0.07
			2	0.25	0.02	6.7					
			3	0.28	0.01	5.1					
			4	0.23	0.02	8.5					
			5	0.24	0.01	5.8					
			6	0.24	0.02	6.8					
		1.00	1	0.93	0.02	2.5	1.00	0.06	6.3	0.12	0.21
			2	0.90	0.05	5.8					
			3	1.03	0.04	3.6					
			4	1.03	0.06	5.4					
			5	1.03	0.03	2.9					
			6	1.05	0.04	4.2					
		5.00	1	5.13	0.22	4.3	4.90	0.46	9.4	0.63	1.41
			2	4.26	0.24	5.6					
			3	5.59	0.27	4.9					
			4	4.59	0.11	2.4					
			5	4.84	0.30	6.1					
			6	5.00	0.15	3.0					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
6	灭克磷	0.25	1	0.24	0.005	1.9	0.25	0.03	11	0.04	0.09
			2	0.25	0.02	6.6					
			3	0.30	0.02	5.8					
			4	0.21	0.01	6.4					
			5	0.25	0.02	6.4					
			6	0.24	0.02	6.3					
		1.00	1	0.98	0.02	2.2	0.99	0.06	6.1	0.11	0.20
			2	0.90	0.05	5.6					
			3	0.94	0.03	3.6					
			4	1.01	0.05	4.8					
			5	1.04	0.03	3.2					
			6	1.06	0.05	4.6					
		5.00	1	5.20	0.20	3.9	4.95	0.51	10	0.69	1.57
			2	4.19	0.25	5.9					
			3	5.00	0.24	4.7					
			4	4.59	0.12	2.6					
			5	5.69	0.42	7.3					
			6	5.01	0.14	2.8					
7	甲拌磷	0.25	1	0.24	0.01	2.2	0.24	0.02	9.2	0.04	0.07
			2	0.25	0.02	6.4					
			3	0.29	0.01	5.1					
			4	0.22	0.02	8.1					
			5	0.24	0.01	6.0					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			6	0.24	0.02	7.6					
		1.00	1	0.94	0.02	2.1	0.99	0.06	6.1	0.12	0.20
			2	0.89	0.05	5.3					
			3	1.04	0.04	3.7					
			4	1.02	0.04	4.4					
			5	1.02	0.03	3.0					
			6	1.03	0.06	5.4					
		5.00	1	5.22	0.16	3.0	4.96	0.52	10.4	0.66	1.57
			2	4.20	0.26	6.1					
			3	5.68	0.28	5.0					
			4	4.57	0.11	2.5					
			5	5.12	0.34	6.7					
			6	4.96	0.19	3.8					
8	治螟磷	0.25	1	0.24	0.01	2.1	0.25	0.02	9.1	0.04	0.08
			2	0.25	0.02	6.4					
			3	0.30	0.02	5.4					
			4	0.23	0.02	6.9					
			5	0.25	0.02	6.8					
			6	0.25	0.02	7.2					
		1.00	1	0.96	0.02	2.2	1.01	0.06	6.0	0.11	0.20
			2	0.93	0.05	5.4					
			3	0.97	0.03	3.6					
			4	1.03	0.05	4.5					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			5	1.08	0.03	2.7					
			6	1.06	0.05	4.9					
		5.00	1	5.16	0.23	4.4	4.93	0.41	8.4	0.64	1.29
			2	4.21	0.27	6.4					
			3	5.08	0.21	4.2					
			4	4.71	0.12	2.5					
			5	5.37	0.33	6.1					
			6	5.05	0.14	2.7					
9	二嗪农	0.25	1	0.24	0.004	1.8	0.25	0.02	6.8	0.04	0.06
			2	0.25	0.02	6.9					
			3	0.28	0.01	5.1					
			4	0.24	0.01	5.7					
			5	0.26	0.02	7.6					
			6	0.25	0.02	6.4					
		1.00	1	0.95	0.02	2.4	1.02	0.09	8.6	0.12	0.27
			2	0.90	0.05	5.3					
			3	1.02	0.04	3.6					
			4	1.05	0.05	4.7					
			5	1.13	0.03	2.5					
			6	1.10	0.06	5.1					
		5.00	1	5.30	0.10	1.9	5.14	0.58	11	0.62	1.73
			2	4.32	0.30	6.9					
			3	6.06	0.24	4.0					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			4	4.78	0.13	2.6					
			5	5.27	0.31	5.9					
			6	5.08	0.16	3.1					
10	地虫硫磷	0.25	1	0.24	0.01	2.9	0.25	0.02	7.8	0.04	0.07
			2	0.25	0.02	7.0					
			3	0.28	0.01	5.3					
			4	0.23	0.02	8.0					
			5	0.25	0.02	7.0					
			6	0.25	0.02	6.6					
		1.00	1	0.95	0.02	2.3	1.01	0.07	7.1	0.11	0.22
			2	0.90	0.05	5.6					
			3	1.00	0.04	3.6					
			4	1.05	0.04	3.7					
			5	1.07	0.03	2.7					
			6	1.07	0.05	4.6					
		5.00	1	5.28	0.16	3.0	4.96	0.51	10	0.67	1.56
			2	4.27	0.29	6.8					
			3	4.79	0.21	4.4					
			4	4.70	0.12	2.6					
			5	5.76	0.39	6.7					
			6	4.99	0.15	3.0					
11	乙拌磷	0.25	1	0.23	0.01	2.3	0.25	0.02	9.4	0.04	0.08
			2	0.25	0.02	6.4					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			3	0.29	0.02	5.9					
			4	0.22	0.02	8.1					
			5	0.25	0.02	7.1					
			6	0.25	0.02	6.9					
		1.00	1	0.96	0.02	2.4	0.99	0.07	7.5	0.12	0.23
			2	0.89	0.05	5.8					
			3	0.94	0.04	3.8					
			4	1.02	0.05	5.3					
			5	1.07	0.02	2.2					
			6	1.07	0.05	4.8					
		5.00	1	5.29	0.17	3.2	5.02	0.47	9.4	0.68	1.46
			2	4.29	0.27	6.4					
			3	5.17	0.23	4.4					
			4	4.70	0.13	2.7					
			5	5.64	0.40	7.1					
			6	5.02	0.15	3.0					
12	异稻瘟净	0.25	1	0.25	0.005	1.8	0.25	0.02	7.4	0.04	0.07
			2	0.24	0.02	6.9					
			3	0.28	0.01	4.7					
			4	0.23	0.02	7.4					
			5	0.26	0.02	8.0					
			6	0.25	0.02	6.9					
		1.00	1	0.98	0.03	2.6	1.00	0.14	14	0.12	0.42

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			2	0.88	0.05	5.8					
			3	0.78	0.03	4.4					
			4	1.09	0.06	5.4					
			5	1.15	0.02	2.2					
			6	1.11	0.06	5.1					
		5.00	1	5.47	0.10	1.9	4.82	0.53	11	0.56	1.57
			2	4.21	0.28	6.5					
			3	4.90	0.19	3.8					
			4	4.15	0.12	2.8					
			5	5.07	0.28	5.6					
			6	5.12	0.16	3.1					
13	除线磷	0.25	1	0.23	0.004	1.9	0.25	0.02	6.9	0.04	0.06
			2	0.26	0.02	6.0					
			3	0.28	0.01	5.1					
			4	0.24	0.01	5.8					
			5	0.26	0.02	7.8					
			6	0.25	0.02	6.2					
		1.00	1	0.95	0.02	2.4	1.01	0.08	7.7	0.11	0.24
			2	0.89	0.04	4.3					
			3	1.03	0.04	3.7					
			4	1.04	0.05	4.8					
			5	1.07	0.02	2.1					
			6	1.09	0.05	4.9					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
		5.00	1	5.23	0.17	3.2	5.15	0.26	5.1	0.62	0.92
			2	4.92	0.35	7.1					
			3	5.49	0.14	2.6					
			4	4.80	0.12	2.5					
			5	5.35	0.28	5.3					
			6	5.10	0.16	3.1					
14	久效磷	0.25	1	0.32	0.02	5.2	0.27	0.03	11	0.06	0.10
			2	0.25	0.03	13.4					
			3	0.29	0.02	6.6					
			4	0.23	0.02	6.6					
			5	0.25	0.02	8.0					
			6	0.26	0.02	7.6					
		1.00	1	1.08	0.03	2.8	1.03	0.10	9.8	0.13	0.30
			2	0.88	0.05	6.0					
			3	0.95	0.04	4.3					
			4	1.00	0.04	4.3					
			5	1.12	0.03	2.9					
			6	1.13	0.06	5.6					
		5.00	1	5.37	0.18	3.3	4.81	0.47	9.9	0.61	1.44
			2	4.05	0.29	7.1					
			3	4.67	0.15	3.3					
			4	4.59	0.18	3.9					
			5	5.12	0.29	5.7					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			6	5.08	0.17	3.4					
15	乐果	0.25	1	0.25	0.004	1.8	0.25	0.02	8.8	0.05	0.07
			2	0.25	0.02	6.7					
			3	0.28	0.01	5.3					
			4	0.22	0.02	8.7					
			5	0.26	0.02	8.0					
			6	0.25	0.02	6.7					
		1.00	1	0.99	0.03	2.6	1.01	0.08	8.3	0.12	0.26
			2	0.90	0.05	5.7					
			3	0.94	0.04	3.8					
			4	1.03	0.05	5.2					
			5	1.09	0.03	2.4					
			6	1.11	0.06	5.3					
		5.00	1	5.37	0.10	1.9	5.00	0.47	9.3	0.55	1.40
			2	4.31	0.28	6.5					
			3	4.85	0.15	3.1					
			4	4.75	0.14	3.0					
			5	5.60	0.28	5.0					
			6	5.11	0.15	3.0					
16	皮蝇磷	0.25	1	0.24	0.005	2.0	0.25	0.02	7.9	0.04	0.07
			2	0.25	0.02	6.4					
			3	0.28	0.02	5.3					
			4	0.22	0.02	8.1					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			5	0.25	0.02	8.2					
			6	0.24	0.01	6.0					
		1.00	1	0.92	0.02	2.7	0.99	0.07	7.5	0.12	0.24
			2	0.88	0.04	5.1					
			3	1.01	0.04	3.6					
			4	1.01	0.05	5.1					
			5	1.05	0.02	2.1					
			6	1.06	0.06	6.0					
		5.00	1	5.46	0.12	2.3	5.03	0.26	5.3	0.63	0.94
			2	4.82	0.39	8.1					
			3	5.13	0.18	3.4					
			4	4.71	0.13	2.7					
			5	5.09	0.25	4.9					
			6	4.95	0.17	3.5					
17	甲基立枯磷	0.25	1	0.24	0.005	2.0	0.25	0.02	7.6	0.04	0.07
			2	0.26	0.02	6.5					
			3	0.29	0.02	7.2					
			4	0.23	0.01	6.0					
			5	0.26	0.02	7.4					
			6	0.25	0.02	6.2					
		1.00	1	0.94	0.02	2.6	1.00	0.08	7.8	0.12	0.24
			2	0.90	0.04	4.5					
			3	0.98	0.04	3.9					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			4	1.03	0.06	5.5					
			5	1.07	0.02	1.7					
			6	1.10	0.06	5.2					
		5.00	1	5.46	0.20	3.6	4.99	0.44	8.9	0.61	1.36
			2	4.94	0.35	7.2					
			3	4.26	0.09	2.1					
			4	4.79	0.13	2.6					
			5	5.41	0.28	5.3					
			6	5.07	0.14	2.8					
18	毒死蜱	0.25	1	0.24	0.01	2.2	0.25	0.02	6.6	0.05	0.06
			2	0.25	0.02	6.9					
			3	0.28	0.01	5.0					
			4	0.24	0.02	8.3					
			5	0.26	0.02	7.7					
			6	0.25	0.02	6.4					
		1.00	1	0.93	0.03	2.8	1.00	0.09	9.0	0.12	0.27
			2	0.89	0.04	4.7					
			3	0.96	0.04	3.6					
			4	1.03	0.05	4.9					
			5	1.09	0.03	2.5					
			6	1.11	0.06	5.2					
		5.00	1	5.32	0.07	1.4	5.10	0.18	3.5	0.64	0.77
			2	5.00	0.36	7.2					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			3	5.22	0.21	4.0					
			4	4.81	0.13	2.7					
			5	5.12	0.31	6.1					
			6	5.11	0.16	3.2					
19	甲基对硫磷	0.25	1	0.25	0.005	2.0	0.25	0.02	6.4	0.04	0.06
			2	0.26	0.01	5.6					
			3	0.28	0.02	6.6					
			4	0.23	0.01	5.9					
			5	0.25	0.02	8.1					
			6	0.25	0.02	6.1					
		1.00	1	0.97	0.03	2.7	0.99	0.07	7.0	0.13	0.23
			2	0.90	0.05	5.5					
			3	0.94	0.06	6.0					
			4	1.01	0.05	5.3					
			5	1.06	0.02	2.3					
			6	1.09	0.06	5.6					
		5.00	1	5.35	0.10	1.9	4.79	0.38	7.8	0.63	1.20
			2	4.28	0.27	6.4					
			3	4.54	0.32	7.1					
			4	4.69	0.13	2.7					
			5	4.89	0.28	5.7					
			6	5.00	0.16	3.2					
20	倍硫磷	0.25	1	0.24	0.005	2.0	0.25	0.02	8.5	0.05	0.07

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			2	0.25	0.02	7.0					
			3	0.28	0.01	5.0					
			4	0.22	0.02	10.8					
			5	0.26	0.02	8.3					
			6	0.25	0.02	6.3					
		1.00	1	0.93	0.02	2.5	1.02	0.09	8.9	0.12	0.28
			2	0.89	0.05	5.6					
			3	1.09	0.04	4.0					
			4	1.03	0.04	4.2					
			5	1.08	0.02	2.1					
			6	1.11	0.06	5.0					
		5.00	1	5.37	0.08	1.6	5.08	0.50	9.9	0.58	1.50
			2	4.30	0.25	5.8					
			3	5.78	0.22	3.9					
			4	4.81	0.13	2.7					
			5	5.14	0.32	6.3					
			6	5.07	0.14	2.7					
21	马拉硫磷	0.25	1	0.25	0.005	2.0	0.25	0.02	9.3	0.05	0.08
			2	0.25	0.02	7.9					
			3	0.28	0.02	7.1					
			4	0.21	0.01	6.6					
			5	0.26	0.02	8.5					
			6	0.25	0.02	6.7					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
		1.00	1	0.96	0.02	2.5	0.99	0.09	8.8	0.13	0.27
			2	0.90	0.06	6.5					
			3	0.90	0.04	4.8					
			4	1.03	0.05	4.5					
			5	1.08	0.03	2.7					
			6	1.09	0.06	5.7					
		5.00	1	5.31	0.09	1.8	4.97	0.38	7.7	0.61	1.20
			2	4.30	0.28	6.6					
			3	5.29	0.21	4.0					
			4	4.77	0.13	2.8					
			5	5.10	0.33	6.6					
			6	5.06	0.15	3.0					
22	溴硫磷	0.25	1	0.24	0.01	2.1	0.25	0.02	7.3	0.04	0.06
			2	0.24	0.02	6.9					
			3	0.28	0.02	5.4					
			4	0.22	0.02	7.4					
			5	0.25	0.02	8.4					
			6	0.24	0.01	5.9					
		1.00	1	0.93	0.02	2.6	0.98	0.07	7.3	0.12	0.23
			2	0.87	0.05	5.5					
			3	0.96	0.03	3.2					
			4	1.01	0.06	5.5					
			5	1.03	0.02	2.4					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			6	1.07	0.06	6.0					
		5.00	1	5.15	0.07	1.4	4.97	0.23	4.7	0.60	0.86
			2	4.68	0.36	7.6					
			3	5.28	0.15	2.8					
			4	4.73	0.15	3.1					
			5	5.02	0.27	5.3					
			6	4.98	0.17	3.5					
23	杀螟硫磷	0.25	1	0.25	0.01	2.1	0.25	0.02	9.1	0.04	0.07
			2	0.26	0.02	5.9					
			3	0.27	0.02	6.1					
			4	0.20	0.02	8.4					
			5	0.26	0.02	8.2					
			6	0.25	0.02	6.2					
		1.00	1	1.03	0.02	2.2	0.99	0.09	9.1	0.13	0.28
			2	0.89	0.06	7.2					
			3	0.86	0.03	4.0					
			4	1.03	0.05	4.6					
			5	1.03	0.04	3.7					
			6	1.09	0.06	5.4					
		5.00	1	4.94	0.14	2.9	4.88	0.34	7.0	0.57	1.09
			2	4.31	0.28	6.4					
			3	5.33	0.20	3.8					
			4	4.74	0.13	2.7					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			5	4.94	0.26	5.3					
			6	5.02	0.15	2.9					
24	对硫磷	0.25	1	0.24	0.004	1.9	0.25	0.02	6.2	0.04	0.06
			2	0.26	0.02	6.3					
			3	0.27	0.01	4.9					
			4	0.23	0.02	6.7					
			5	0.26	0.02	8.0					
			6	0.26	0.02	6.2					
		1.00	1	0.99	0.03	2.5	1.00	0.10	10	0.13	0.31
			2	0.90	0.06	6.2					
			3	0.86	0.05	6.1					
			4	1.05	0.05	4.6					
			5	1.09	0.02	1.6					
			6	1.11	0.06	5.0					
		5.00	1	5.37	0.07	1.3	4.88	0.35	7.2	0.54	1.10
			2	4.36	0.26	5.9					
			3	4.67	0.15	3.3					
			4	4.76	0.13	2.7					
			5	4.99	0.30	6.0					
			6	5.10	0.14	2.7					
25	育畜磷	0.25	1	0.25	0.005	1.8	0.25	0.02	7.2	0.05	0.07
			2	0.24	0.02	7.4					
			3	0.28	0.02	5.4					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			4	0.23	0.01	6.4					
			5	0.27	0.02	8.1					
			6	0.25	0.02	7.1					
		1.00	1	0.96	0.03	2.6	1.02	0.08	8.0	0.13	0.26
			2	0.89	0.05	5.9					
			3	1.05	0.05	4.3					
			4	1.03	0.05	4.4					
			5	1.11	0.03	2.5					
			6	1.09	0.06	5.6					
		5.00	1	5.49	0.11	1.9	5.06	0.50	9.8	0.55	1.47
			2	4.28	0.22	5.1					
			3	5.65	0.16	2.8					
			4	4.79	0.14	3.0					
			5	5.03	0.33	6.5					
			6	5.12	0.14	2.7					
26	水胺硫磷	0.25	1	0.25	0.005	2.0	0.25	0.02	8.7	0.05	0.08
			2	0.24	0.02	7.4					
			3	0.29	0.01	5.1					
			4	0.23	0.01	6.5					
			5	0.26	0.03	10.1					
			6	0.26	0.02	6.6					
		1.00	1	0.99	0.02	2.2	1.02	0.10	9.8	0.12	0.30
			2	0.88	0.05	5.5					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			3	0.95	0.03	3.4					
			4	1.03	0.05	4.6					
			5	1.12	0.03	2.6					
			6	1.14	0.06	5.3					
		5.00	1	5.36	0.12	2.3	5.15	0.30	5.8	0.73	1.07
			2	4.69	0.38	8.0					
			3	5.46	0.23	4.1					
			4	4.89	0.14	2.8					
			5	5.34	0.40	7.5					
			6	5.18	0.14	2.7					
27	稻丰散	0.25	1	0.24	0.004	1.5	0.26	0.01	5.2	0.04	0.05
			2	0.25	0.02	6.3					
			3	0.28	0.02	5.5					
			4	0.25	0.01	5.3					
			5	0.26	0.02	7.9					
			6	0.25	0.02	7.1					
		1.00	1	0.97	0.02	2.1	1.00	0.07	6.7	0.13	0.22
			2	0.91	0.05	5.9					
			3	0.96	0.03	3.6					
			4	1.06	0.05	5.2					
			5	1.05	0.03	2.5					
			6	1.07	0.07	6.3					
		5.00	1	5.28	0.17	3.2	4.91	0.29	5.9	0.62	0.99

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			2	4.41	0.27	6.0					
			3	4.95	0.10	2.1					
			4	4.86	0.14	2.8					
			5	4.89	0.37	7.6					
			6	5.10	0.17	3.3					
28	甲拌磷砜	0.25	1	0.24	0.005	1.9	0.25	0.02	6.1	0.04	0.06
			2	0.25	0.01	5.3					
			3	0.28	0.01	5.3					
			4	0.23	0.01	5.9					
			5	0.26	0.02	7.7					
			6	0.26	0.02	6.4					
		1.00	1	0.96	0.02	2.4	1.01	0.09	8.6	0.12	0.27
			2	0.89	0.05	5.9					
			3	0.96	0.04	3.7					
			4	1.02	0.05	4.7					
			5	1.09	0.03	2.5					
			6	1.11	0.06	5.3					
		5.00	1	5.52	0.15	2.7	5.06	0.37	7.3	0.63	1.19
			2	4.48	0.28	6.3					
			3	5.18	0.14	2.7					
			4	4.79	0.13	2.6					
			5	5.30	0.38	7.2					
			6	5.09	0.15	2.9					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
29	丙硫磷	0.25	1	0.24	0.004	1.9	0.25	0.02	6.9	0.04	0.06
			2	0.25	0.02	6.3					
			3	0.28	0.01	5.3					
			4	0.23	0.01	6.4					
			5	0.26	0.02	7.7					
			6	0.26	0.02	6.2					
		1.00	1	0.94	0.02	2.5	1.01	0.09	8.9	0.11	0.27
			2	0.88	0.05	5.4					
			3	1.00	0.04	3.8					
			4	1.04	0.04	4.2					
			5	1.10	0.02	2.1					
			6	1.12	0.06	5.2					
		5.00	1	5.58	0.15	2.7	5.22	0.31	5.9	0.71	1.08
			2	5.00	0.36	7.3					
			3	5.58	0.15	2.7					
			4	4.82	0.13	2.6					
			5	5.20	0.40	7.8					
			6	5.15	0.16	3.0					
30	脱叶磷	0.25	1	0.25	0.01	2.1	0.25	0.02	7.3	0.05	0.07
			2	0.25	0.02	6.5					
			3	0.27	0.02	7.5					
			4	0.22	0.02	7.2					
			5	0.26	0.02	7.6					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			6	0.25	0.02	6.1					
		1.00	1	0.98	0.02	2.5	1.02	0.08	8.3	0.12	0.26
			2	0.90	0.06	6.4					
			3	1.00	0.04	3.9					
			4	1.01	0.03	2.6					
			5	1.12	0.03	2.4					
			6	1.11	0.06	5.2					
		5.00	1	5.67	0.22	3.9	5.11	0.43	8.4	0.69	1.36
			2	4.47	0.27	6.1					
			3	5.10	0.13	2.6					
			4	4.82	0.14	2.9					
			5	5.46	0.43	7.8					
			6	5.14	0.14	2.7					
31	杀虫畏	0.25	1	0.25	0.005	1.9	0.25	0.02	6.1	0.05	0.06
			2	0.24	0.02	8.2					
			3	0.27	0.02	6.2					
			4	0.22	0.02	7.9					
			5	0.26	0.02	9.0					
			6	0.26	0.02	6.3					
		1.00	1	0.97	0.02	2.4	0.99	0.10	9.7	0.13	0.29
			2	0.87	0.05	5.7					
			3	0.91	0.03	3.7					
			4	1.00	0.06	5.8					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			5	1.07	0.03	2.8					
			6	1.12	0.06	5.7					
		5.00	1	5.53	0.16	2.9	5.03	0.27	5.4	0.72	1.01
			2	4.99	0.42	8.5					
			3	4.74	0.18	3.8					
			4	4.89	0.20	4.0					
			5	4.94	0.30	6.1					
			6	5.10	0.16	3.2					
32	丙溴磷	0.25	1	0.24	0.004	1.8	0.25	0.02	6.9	0.05	0.07
			2	0.25	0.02	7.8					
			3	0.25	0.02	9.6					
			4	0.22	0.01	6.2					
			5	0.27	0.02	9.1					
			6	0.27	0.01	3.9					
		1.00	1	0.98	0.02	2.4	0.99	0.13	13	0.12	0.39
			2	0.89	0.05	5.5					
			3	0.79	0.03	3.8					
			4	1.04	0.05	4.4					
			5	1.11	0.03	2.5					
			6	1.13	0.06	5.2					
		5.00	1	5.56	0.15	2.7	5.07	0.34	6.6	0.74	1.16
			2	4.99	0.38	7.7					
			3	4.65	0.17	3.5					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			4	4.77	0.14	2.9					
			5	5.30	0.41	7.8					
			6	5.16	0.17	3.2					
33	地胺磷	0.25	1	0.26	0.005	1.9	0.25	0.01	4.5	0.06	0.06
			2	0.24	0.02	9.8					
			3	0.25	0.03	10.2					
			4	0.24	0.02	7.0					
			5	0.25	0.03	10.5					
			6	0.26	0.02	6.5					
		1.00	1	1.00	0.03	3.0	1.01	0.13	13	0.13	0.39
			2	0.89	0.06	7.2					
			3	0.81	0.03	3.8					
			4	1.08	0.05	4.8					
			5	1.12	0.03	2.6					
			6	1.13	0.06	5.3					
		5.00	1	5.52	0.16	2.8	5.13	0.59	12	0.65	1.76
			2	4.21	0.29	6.8					
			3	5.93	0.21	3.6					
			4	4.80	0.08	1.6					
			5	5.19	0.39	7.4					
			6	5.11	0.13	2.5					
34	三硫磷	0.25	1	0.24	0.01	2.8	0.25	0.01	5.0	0.05	0.06
			2	0.25	0.02	6.9					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			3	0.24	0.03	10.6					
			4	0.23	0.02	8.1					
			5	0.26	0.02	9.3					
			6	0.26	0.02	7.2					
		1.00	1	0.97	0.02	2.5	0.99	0.11	11	0.12	0.32
			2	0.88	0.05	5.3					
			3	0.84	0.03	3.7					
			4	1.01	0.05	4.7					
			5	1.09	0.03	3.2					
			6	1.11	0.06	5.0					
		5.00	1	5.40	0.14	2.5	4.97	0.47	9.5	0.65	1.45
			2	4.70	0.32	6.9					
			3	4.26	0.17	4.1					
			4	4.80	0.15	3.1					
			5	5.50	0.36	6.6					
			6	5.15	0.14	2.7					
35	三唑磷	0.25	1	0.27	0.01	2.0	0.24	0.02	8.1	0.05	0.07
			2	0.24	0.02	7.7					
			3	0.22	0.01	6.3					
			4	0.22	0.02	7.7					
			5	0.26	0.03	9.6					
			6	0.26	0.02	7.0					
		1.00	1	1.02	0.03	2.9	1.01	0.12	11	0.13	0.35

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			2	0.89	0.06	6.6					
			3	0.86	0.03	3.5					
			4	1.03	0.05	5.1					
			5	1.13	0.04	3.1					
			6	1.13	0.06	5.2					
		5.00	1	5.46	0.10	1.9	4.94	0.50	10	0.61	1.52
			2	4.25	0.27	6.2					
			3	4.52	0.09	1.9					
			4	4.79	0.13	2.7					
			5	5.46	0.40	7.3					
			6	5.18	0.13	2.5					

表 2-4　土壤精密度测试数据汇总表

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
1	敌敌畏	0.25	1	0.17	0.01	3.9	0.18	0.01	7.3	0.03	0.05
			2	0.20	0.01	3.4					
			3	0.18	0.02	12.3					
			4	0.18	0.01	6.0					
			5	0.19	0.01	6.0					
			6	0.16	0.01	4.7					
		1.00	1	0.71	0.01	1.5	0.73	0.10	14	0.07	0.29
			2	0.73	0.02	3.3					
			3	0.87	0.03	3.7					
			4	0.81	0.04	4.9					
			5	0.59	0.02	4.1					
			6	0.67	0.02	2.8					
		5.00	1	3.43	0.18	5.2	3.31	0.39	12	0.58	1.21
			2	3.22	0.13	4.1					
			3	3.93	0.16	4.1					
			4	3.20	0.33	10.2					
			5	2.73	0.23	8.4					
			6	3.33	0.15	4.6					
2	甲胺磷	0.25	1	0.12	0.004	3.0	0.14	0.03	23	0.02	0.10
			2	0.11	0.01	5.5					
			3	0.12	0.01	10.3					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			4	0.18	0.01	3.4					
			5	0.19	0.01	5.9					
			6	0.14	0.01	6.8					
		1.00	1	0.37	0.03	7.6	0.49	0.09	19	0.09	0.26
			2	0.42	0.04	9.8					
			3	0.52	0.03	4.9					
			4	0.44	0.03	7.3					
			5	0.59	0.04	6.3					
			6	0.57	0.01	1.1					
		5.00	1	2.22	0.41	18.7	2.47	0.32	13	0.76	1.14
			2	2.39	0.43	17.9					
			3	2.52	0.18	7.0					
			4	2.05	0.13	6.3					
			5	2.76	0.19	6.7					
			6	2.90	0.10	3.5					
3	速灭磷	0.25	1	0.18	0.01	5.5	0.22	0.04	17	0.03	0.11
			2	0.20	0.01	5.5					
			3	0.18	0.01	4.8					
			4	0.23	0.01	2.6					
			5	0.25	0.005	2.0					
			6	0.27	0.02	8.3					
		1.00	1	0.61	0.02	2.9	0.74	0.10	14	0.11	0.30
			2	0.65	0.02	3.7					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			3	0.73	0.01	1.5					
			4	0.79	0.05	6.6					
			5	0.77	0.05	6.2					
			6	0.88	0.06	6.8					
		5.00	1	3.20	0.15	4.7	3.62	0.34	9.3	0.49	1.04
			2	3.23	0.20	6.1					
			3	3.83	0.15	3.8					
			4	3.71	0.23	6.1					
			5	3.66	0.20	5.4					
			6	4.05	0.11	2.7					
4	内吸磷	0.25	1	0.19	0.01	3.9	0.24	0.03	11	0.03	0.08
			2	0.25	0.01	3.8					
			3	0.25	0.01	3.9					
			4	0.22	0.01	6.6					
			5	0.25	0.01	2.6					
			6	0.27	0.02	7.6					
		1.00	1	0.87	0.01	1.4	0.89	0.08	9.5	0.13	0.26
			2	0.88	0.03	3.0					
			3	1.03	0.03	3.0					
			4	0.93	0.03	3.0					
			5	0.79	0.07	8.7					
			6	0.82	0.07	8.7					
		5.00	1	3.95	0.12	3.0	3.77	0.19	4.9	0.37	0.62

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			2	3.83	0.12	3.1					
			3	4.01	0.14	3.4					
			4	3.67	0.19	5.0					
			5	3.64	0.14	3.9					
			6	3.54	0.02	0.6					
5	虫线磷	0.25	1	0.20	0.01	4.0	0.24	0.03	11	0.04	0.08
			2	0.25	0.01	4.1					
			3	0.26	0.01	4.4					
			4	0.23	0.01	3.4					
			5	0.26	0.01	2.5					
			6	0.27	0.02	8.7					
		1.00	1	0.91	0.01	1.2	0.94	0.09	9.1	0.13	0.26
			2	0.89	0.02	2.6					
			3	1.07	0.04	3.3					
			4	1.02	0.04	4.2					
			5	0.85	0.07	8.1					
			6	0.91	0.06	6.5					
		5.00	1	4.33	0.16	3.6	4.35	0.28	6.4	0.52	0.92
			2	4.29	0.16	3.7					
			3	4.82	0.21	4.3					
			4	4.49	0.25	5.6					
			5	4.01	0.20	4.9					
			6	4.17	0.12	3.0					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
6	灭克磷	0.25	1	0.19	0.01	4.2	0.24	0.03	12	0.03	0.09
			2	0.25	0.01	4.1					
			3	0.25	0.01	4.8					
			4	0.23	0.01	3.4					
			5	0.26	0.01	3.0					
			6	0.28	0.02	6.3					
		1.00	1	0.89	0.01	1.1	0.94	0.07	7.2	0.13	0.23
			2	0.89	0.02	2.4					
			3	1.06	0.04	3.8					
			4	0.98	0.04	4.5					
			5	0.91	0.08	8.7					
			6	0.92	0.06	6.4					
		5.00	1	4.24	0.15	3.5	4.46	0.30	6.8	0.59	1.01
			2	4.27	0.15	3.4					
			3	4.82	0.19	4.0					
			4	4.44	0.24	5.3					
			5	4.85	0.34	7.1					
			6	4.15	0.12	2.9					
7	甲拌磷	0.25	1	0.19	0.01	4.3	0.24	0.03	13	0.03	0.10
			2	0.25	0.01	3.6					
			3	0.26	0.01	4.6					
			4	0.23	0.01	3.2					
			5	0.25	0.01	2.5					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			6	0.28	0.02	7.7					
		1.00	1	0.89	0.01	1.1	0.92	0.09	9.6	0.12	0.27
			2	0.89	0.03	2.9					
			3	1.06	0.03	2.9					
			4	0.99	0.04	3.5					
			5	0.81	0.07	8.2					
			6	0.88	0.06	7.2					
		5.00	1	4.15	0.14	3.5	4.13	0.20	4.8	0.47	0.70
			2	4.12	0.14	3.4					
			3	4.44	0.18	4.0					
			4	4.24	0.22	5.2					
			5	3.93	0.19	4.7					
			6	3.91	0.11	2.8					
8	治螟磷	0.25	1	0.19	0.01	4.2	0.25	0.03	13	0.03	0.09
			2	0.25	0.01	3.9					
			3	0.25	0.01	4.3					
			4	0.25	0.01	3.5					
			5	0.27	0.01	2.3					
			6	0.28	0.02	7.1					
		1.00	1	0.89	0.01	1.3	0.95	0.07	6.9	0.14	0.22
			2	0.90	0.03	3.0					
			3	1.05	0.03	3.3					
			4	1.01	0.04	4.0					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			5	0.92	0.08	9.1					
			6	0.93	0.06	6.4					
		5.00	1	4.34	0.13	3.1	4.42	0.21	4.6	0.45	0.71
			2	4.35	0.12	2.7					
			3	4.79	0.16	3.3					
			4	4.50	0.24	5.2					
			5	4.25	0.18	4.3					
			6	4.27	0.12	2.7					
9	二嗪农	0.25	1	0.19	0.01	3.8	0.25	0.03	13	0.03	0.09
			2	0.25	0.01	3.7					
			3	0.26	0.01	4.2					
			4	0.24	0.01	3.8					
			5	0.27	0.01	2.2					
			6	0.28	0.02	6.2					
		1.00	1	0.90	0.01	1.5	0.96	0.07	7.1	0.14	0.23
			2	0.90	0.02	2.5					
			3	1.06	0.03	2.9					
			4	1.03	0.04	4.1					
			5	0.95	0.08	8.5					
			6	0.94	0.06	6.7					
		5.00	1	4.44	0.12	2.8	4.52	0.34	7.6	0.46	1.05
			2	4.38	0.12	2.7					
			3	5.15	0.16	3.2					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			4	4.58	0.23	5.1					
			5	4.42	0.18	4.1					
			6	4.13	0.14	3.3					
10	地虫硫磷	0.25	1	0.19	0.01	3.9	0.25	0.03	12	0.03	0.09
			2	0.25	0.01	3.8					
			3	0.26	0.01	4.4					
			4	0.24	0.01	4.9					
			5	0.26	0.01	2.4					
			6	0.28	0.02	5.9					
		1.00	1	0.90	0.01	1.3	0.96	0.07	7.5	0.13	0.23
			2	0.90	0.02	2.2					
			3	1.06	0.03	3.1					
			4	1.04	0.03	3.3					
			5	0.94	0.08	8.4					
			6	0.93	0.06	6.7					
		5.00	1	4.44	0.14	3.1	4.48	0.23	5.1	0.51	0.79
			2	4.38	0.11	2.5					
			3	4.86	0.16	3.3					
			4	4.51	0.24	5.4					
			5	4.53	0.26	5.8					
			6	4.16	0.13	3.0					
11	乙拌磷	0.25	1	0.19	0.01	4.2	0.24	0.03	12	0.03	0.08
			2	0.24	0.01	3.9					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			3	0.25	0.01	3.6					
			4	0.22	0.01	5.3					
			5	0.25	0.01	2.4					
			6	0.27	0.02	7.8					
		1.00	1	0.89	0.01	1.6	0.91	0.07	8.1	0.13	0.24
			2	0.89	0.03	3.0					
			3	1.04	0.03	2.7					
			4	0.95	0.02	2.0					
			5	0.87	0.08	9.3					
			6	0.83	0.07	8.4					
		5.00	1	4.02	0.13	3.3	3.97	0.16	4.0	0.39	0.57
			2	3.98	0.11	2.8					
			3	4.15	0.13	3.1					
			4	4.01	0.19	4.9					
			5	3.98	0.16	3.9					
			6	3.67	0.10	2.7					
12	异稻瘟净	0.25	1	0.20	0.01	4.1	0.26	0.04	14	0.03	0.10
			2	0.30	0.01	3.8					
			3	0.27	0.01	4.9					
			4	0.24	0.01	2.9					
			5	0.27	0.01	2.9					
			6	0.29	0.02	5.5					
		1.00	1	0.86	0.02	1.9	0.94	0.07	7.4	0.16	0.24

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			2	0.96	0.03	2.7					
			3	0.90	0.07	7.3					
			4	1.07	0.05	4.8					
			5	0.91	0.08	8.9					
			6	0.95	0.06	6.7					
		5.00	1	4.52	0.13	2.9	4.67	0.43	9.2	0.54	1.29
			2	4.52	0.13	2.8					
			3	5.32	0.30	5.7					
			4	5.06	0.23	4.6					
			5	4.36	0.15	3.5					
			6	4.22	0.15	3.5					
13	除线磷	0.25	1	0.19	0.01	3.3	0.25	0.03	12	0.03	0.09
			2	0.26	0.01	4.4					
			3	0.26	0.01	4.3					
			4	0.25	0.01	4.7					
			5	0.27	0.01	2.0					
			6	0.28	0.01	5.0					
		1.00	1	0.91	0.01	1.4	0.96	0.08	8.1	0.12	0.24
			2	0.91	0.03	2.8					
			3	1.07	0.03	2.8					
			4	1.03	0.04	4.1					
			5	0.88	0.06	7.2					
			6	0.94	0.06	6.7					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
		5.00	1	4.39	0.12	2.8	4.50	0.29	6.5	0.48	0.93
			2	4.32	0.15	3.6					
			3	5.01	0.14	2.9					
			4	4.55	0.24	5.2					
			5	4.55	0.19	4.2					
			6	4.16	0.14	3.4					
14	久效磷	0.25	1	0.19	0.01	7.6	0.22	0.03	12	0.05	0.09
			2	0.24	0.02	7.5					
			3	0.19	0.01	6.0					
			4	0.22	0.01	5.7					
			5	0.24	0.01	5.5					
			6	0.25	0.03	11.5					
		1.00	1	0.50	0.03	6.0	0.70	0.14	20	0.13	0.41
			2	0.66	0.05	8.1					
			3	0.74	0.02	2.6					
			4	0.62	0.04	6.7					
			5	0.81	0.06	8.0					
			6	0.89	0.05	6.0					
		5.00	1	3.81	0.34	9.0	3.98	0.29	7.2	0.74	1.05
			2	3.96	0.38	9.5					
			3	4.48	0.23	5.1					
			4	3.62	0.13	3.6					
			5	4.02	0.19	4.7					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			6	4.00	0.22	5.6					
15	乐果	0.25	1	0.19	0.01	3.7	0.24	0.03	13	0.03	0.10
			2	0.26	0.01	4.7					
			3	0.25	0.01	4.2					
			4	0.22	0.01	4.9					
			5	0.27	0.01	2.5					
			6	0.28	0.02	5.7					
		1.00	1	0.85	0.01	1.7	0.92	0.07	7.0	0.13	0.22
			2	0.87	0.02	2.3					
			3	1.02	0.03	3.0					
			4	0.95	0.05	4.8					
			5	0.89	0.06	7.3					
			6	0.95	0.07	6.9					
		5.00	1	4.09	0.09	2.3	4.42	0.28	6.3	0.46	0.89
			2	4.29	0.10	2.4					
			3	4.81	0.13	2.6					
			4	4.36	0.21	4.7					
			5	4.71	0.26	5.4					
			6	4.29	0.14	3.3					
16	皮蝇磷	0.25	1	0.19	0.01	3.5	0.25	0.03	13	0.03	0.09
			2	0.25	0.01	4.9					
			3	0.26	0.01	4.2					
			4	0.23	0.01	5.1					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			5	0.26	0.01	2.3					
			6	0.28	0.02	6.6					
		1.00	1	0.89	0.01	1.3	0.93	0.08	9.0	0.13	0.26
			2	0.90	0.02	2.7					
			3	1.06	0.03	2.7					
			4	1.01	0.06	5.7					
			5	0.83	0.06	7.1					
			6	0.92	0.07	7.2					
		5.00	1	4.27	0.15	3.6	4.36	0.23	5.3	0.49	0.78
			2	4.30	0.15	3.4					
			3	4.77	0.18	3.7					
			4	4.46	0.21	4.7					
			5	4.25	0.18	4.3					
			6	4.11	0.17	4.1					
17	甲基立枯磷	0.25	1	0.19	0.01	3.7	0.25	0.03	12	0.03	0.09
			2	0.25	0.01	5.1					
			3	0.26	0.02	6.9					
			4	0.24	0.01	4.4					
			5	0.27	0.01	2.8					
			6	0.28	0.01	5.2					
		1.00	1	0.91	0.01	1.3	0.98	0.10	9.9	0.13	0.30
			2	0.90	0.02	2.7					
			3	1.15	0.04	3.4					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			4	1.04	0.05	4.8					
			5	0.92	0.07	7.1					
			6	0.94	0.06	6.8					
		5.00	1	4.09	0.15	3.7	4.44	0.33	7.4	0.49	1.02
			2	4.29	0.16	3.7					
			3	4.98	0.13	2.5					
			4	4.54	0.23	5.0					
			5	4.57	0.21	4.6					
			6	4.19	0.15	3.6					
18	毒死蜱	0.25	1	0.19	0.01	4.0	0.25	0.03	12	0.03	0.09
			2	0.24	0.01	4.6					
			3	0.26	0.01	4.1					
			4	0.26	0.01	5.2					
			5	0.27	0.01	2.7					
			6	0.27	0.02	7.2					
		1.00	1	0.90	0.01	1.2	0.95	0.08	8.3	0.13	0.25
			2	0.91	0.02	2.7					
			3	1.07	0.03	2.8					
			4	1.03	0.05	4.5					
			5	0.86	0.07	8.6					
			6	0.94	0.06	6.8					
		5.00	1	4.44	0.11	2.5	4.46	0.28	6.2	0.46	0.88
			2	4.31	0.17	3.9					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			3	4.95	0.11	2.2					
			4	4.57	0.24	5.2					
			5	4.35	0.17	4.0					
			6	4.15	0.15	3.5					
19	甲基对硫磷	0.25	1	0.19	0.01	4.1	0.25	0.03	13	0.04	0.10
			2	0.26	0.01	5.1					
			3	0.28	0.01	5.1					
			4	0.25	0.02	8.1					
			5	0.26	0.01	2.5					
			6	0.28	0.02	6.3					
		1.00	1	0.87	0.04	4.3	0.96	0.11	12	0.15	0.35
			2	0.95	0.03	2.9					
			3	1.16	0.06	4.9					
			4	0.99	0.05	5.3					
			5	0.84	0.07	7.8					
			6	0.93	0.07	7.2					
		5.00	1	4.41	0.16	3.5	4.49	0.44	9.8	0.47	1.31
			2	4.39	0.13	3.0					
			3	5.33	0.16	3.0					
			4	4.52	0.20	4.5					
			5	4.13	0.19	4.6					
			6	4.14	0.16	3.9					
20	倍硫磷	0.25	1	0.20	0.01	3.6	0.24	0.03	12	0.03	0.09

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			2	0.25	0.01	3.9					
			3	0.27	0.01	4.3					
			4	0.22	0.01	4.9					
			5	0.26	0.01	2.6					
			6	0.27	0.02	6.2					
		1.00	1	0.91	0.01	1.3	0.95	0.08	9.0	0.13	0.27
			2	0.91	0.02	2.6					
			3	1.07	0.03	2.5					
			4	1.02	0.04	3.7					
			5	0.84	0.08	9.9					
			6	0.92	0.06	7.0					
		5.00	1	4.49	0.13	3.0	4.43	0.30	6.8	0.44	0.93
			2	4.44	0.15	3.3					
			3	4.92	0.09	1.9					
			4	4.49	0.23	5.1					
			5	4.16	0.15	3.6					
			6	4.08	0.15	3.7					
21	马拉硫磷	0.25	1	0.21	0.01	4.0	0.24	0.03	11	0.03	0.08
			2	0.25	0.01	4.2					
			3	0.24	0.01	4.4					
			4	0.22	0.01	4.3					
			5	0.27	0.01	2.4					
			6	0.27	0.02	6.6					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
		1.00	1	0.90	0.01	1.3	0.94	0.05	5.0	0.13	0.17
			2	0.89	0.02	2.7					
			3	0.98	0.02	2.4					
			4	1.01	0.05	4.7					
			5	0.92	0.07	7.3					
			6	0.95	0.06	6.8					
		5.00	1	4.49	0.14	3.1	4.50	0.20	4.4	0.49	0.71
			2	4.47	0.14	3.0					
			3	4.80	0.18	3.6					
			4	4.48	0.22	5.0					
			5	4.55	0.20	4.3					
			6	4.19	0.16	3.9					
22	溴硫磷	0.25	1	0.19	0.01	3.7	0.24	0.03	11	0.03	0.08
			2	0.25	0.01	4.9					
			3	0.25	0.01	4.7					
			4	0.24	0.01	3.9					
			5	0.26	0.01	3.5					
			6	0.26	0.02	7.7					
		1.00	1	0.89	0.01	1.6	0.93	0.09	10	0.14	0.29
			2	0.90	0.03	3.0					
			3	1.06	0.02	2.0					
			4	1.01	0.05	5.2					
			5	0.79	0.08	10.0					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			6	0.92	0.07	7.2					
		5.00	1	4.44	0.14	3.3	4.33	0.25	5.9	0.48	0.83
			2	4.33	0.15	3.5					
			3	4.68	0.17	3.7					
			4	4.47	0.21	4.8					
			5	4.00	0.15	3.6					
			6	4.08	0.18	4.4					
23	杀螟硫磷	0.25	1	0.19	0.01	3.9	0.25	0.03	13	0.04	0.10
			2	0.28	0.01	3.9					
			3	0.26	0.01	3.9					
			4	0.22	0.01	6.6					
			5	0.26	0.01	2.9					
			6	0.26	0.02	7.9					
		1.00	1	0.85	0.02	2.3	0.95	0.08	8.6	0.13	0.26
			2	0.93	0.02	2.6					
			3	1.06	0.03	2.8					
			4	1.02	0.04	4.2					
			5	0.88	0.07	7.6					
			6	0.93	0.06	6.9					
		5.00	1	4.47	0.15	3.3	4.45	0.29	6.6	0.44	0.91
			2	4.44	0.14	3.2					
			3	4.96	0.12	2.4					
			4	4.51	0.21	4.8					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			5	4.17	0.14	3.4					
			6	4.16	0.16	3.8					
24	对硫磷	0.25	1	0.19	0.01	4.2	0.25	0.03	13	0.03	0.09
			2	0.26	0.01	3.2					
			3	0.26	0.01	4.6					
			4	0.24	0.01	5.7					
			5	0.26	0.01	3.0					
			6	0.28	0.02	6.1					
		1.00	1	0.85	0.04	4.5	0.97	0.12	12	0.14	0.36
			2	0.93	0.03	2.8					
			3	1.17	0.05	4.6					
			4	1.03	0.05	4.6					
			5	0.87	0.07	7.7					
			6	0.95	0.06	6.7					
		5.00	1	4.39	0.13	2.9	4.53	0.37	8.2	0.47	1.13
			2	4.44	0.17	3.9					
			3	5.25	0.14	2.6					
			4	4.60	0.24	5.1					
			5	4.30	0.15	3.6					
			6	4.23	0.15	3.5					
25	育畜磷	0.25	1	0.18	0.01	4.5	0.23	0.04	15	0.03	0.10
			2	0.21	0.01	5.6					
			3	0.23	0.01	3.0					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			4	0.23	0.02	7.0					
			5	0.27	0.01	4.0					
			6	0.28	0.02	6.2					
		1.00	1	0.77	0.02	2.7	0.86	0.07	8.6	0.14	0.25
			2	0.79	0.03	3.2					
			3	0.94	0.02	2.5					
			4	0.86	0.06	6.4					
			5	0.88	0.08	9.6					
			6	0.95	0.06	6.7					
		5.00	1	3.86	0.09	2.2	4.10	0.25	6.2	0.41	0.80
			2	3.91	0.12	3.0					
			3	4.32	0.11	2.4					
			4	3.84	0.23	5.9					
			5	4.39	0.17	4.0					
			6	4.26	0.13	3.0					
26	水胺硫磷	0.25	1	0.21	0.01	5.6	0.25	0.02	9.7	0.03	0.07
			2	0.26	0.01	4.9					
			3	0.24	0.01	3.5					
			4	0.24	0.01	5.0					
			5	0.26	0.01	3.8					
			6	0.28	0.01	5.2					
		1.00	1	0.77	0.02	2.7	0.90	0.09	9.6	0.15	0.28
			2	0.85	0.03	3.7					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			3	1.01	0.03	2.9					
			4	0.92	0.06	6.8					
			5	0.88	0.08	9.5					
			6	0.96	0.06	6.7					
		5.00	1	4.07	0.10	2.5	4.25	0.29	6.8	0.43	0.89
			2	3.85	0.11	2.8					
			3	4.65	0.10	2.2					
			4	4.14	0.23	5.7					
			5	4.47	0.18	3.9					
			6	4.29	0.15	3.5					
27	稻丰散	0.25	1	0.19	0.01	4.2	0.25	0.03	13	0.03	0.09
			2	0.23	0.01	3.3					
			3	0.25	0.01	4.1					
			4	0.25	0.01	3.3					
			5	0.27	0.01	4.5					
			6	0.28	0.01	2.5					
		1.00	1	0.88	0.01	1.3	0.97	0.07	7.5	0.15	0.24
			2	0.90	0.02	2.6					
			3	1.04	0.02	2.3					
			4	1.04	0.05	5.1					
			5	1.02	0.08	8.3					
			6	0.93	0.07	7.7					
		5.00	1	4.47	0.15	3.3	4.52	0.27	5.9	0.48	0.87

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			2	4.42	0.16	3.6					
			3	4.82	0.10	2.2					
			4	4.65	0.24	5.1					
			5	4.69	0.18	3.8					
			6	4.07	0.18	4.3					
28	甲拌磷砜	0.25	1	0.21	0.01	3.1	0.25	0.03	11	0.03	0.08
			2	0.26	0.01	4.1					
			3	0.27	0.01	3.9					
			4	0.24	0.01	5.9					
			5	0.27	0.01	3.1					
			6	0.28	0.02	5.5					
		1.00	1	0.92	0.01	1.3	0.97	0.08	7.8	0.13	0.24
			2	0.91	0.02	2.6					
			3	1.10	0.03	2.4					
			4	1.02	0.06	5.6					
			5	0.91	0.07	7.4					
			6	0.96	0.06	6.8					
		5.00	1	4.59	0.11	2.5	4.67	0.34	7.4	0.50	1.07
			2	4.53	0.19	4.3					
			3	5.19	0.10	1.9					
			4	4.57	0.24	5.2					
			5	4.92	0.21	4.2					
			6	4.19	0.17	4.1					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
29	丙硫磷	0.25	1	0.19	0.01	3.8	0.25	0.03	12	0.03	0.09
			2	0.25	0.01	4.3					
			3	0.26	0.01	3.5					
			4	0.24	0.01	4.6					
			5	0.27	0.01	3.7					
			6	0.28	0.02	5.4					
		1.00	1	0.91	0.01	1.5	0.97	0.07	7.5	0.14	0.24
			2	0.90	0.03	2.9					
			3	1.08	0.02	2.2					
			4	1.04	0.06	5.7					
			5	0.93	0.08	8.2					
			6	0.95	0.06	6.8					
		5.00	1	4.54	0.11	2.5	4.58	0.29	6.4	0.47	0.93
			2	4.35	0.18	4.1					
			3	5.04	0.10	2.1					
			4	4.55	0.24	5.4					
			5	4.78	0.21	4.5					
			6	4.22	0.10	2.3					
30	脱叶磷	0.25	1	0.19	0.01	3.8	0.25	0.03	13	0.03	0.09
			2	0.24	0.01	4.3					
			3	0.25	0.01	2.8					
			4	0.24	0.01	4.2					
			5	0.27	0.01	3.8					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			6	0.28	0.01	4.9					
		1.00	1	0.89	0.01	1.2	0.97	0.08	8.4	0.14	0.26
			2	0.90	0.02	2.6					
			3	1.07	0.02	2.1					
			4	0.96	0.04	4.7					
			5	1.08	0.08	7.7					
			6	0.95	0.06	6.6					
		5.00	1	4.46	0.09	2.0	4.70	0.44	9.4	0.50	1.32
			2	4.41	0.16	3.5					
			3	5.04	0.09	1.7					
			4	4.53	0.26	5.7					
			5	5.43	0.28	5.1					
			6	4.32	0.10	2.4					
31	杀虫畏	0.25	1	0.23	0.01	4.2	0.26	0.03	11	0.03	0.08
			2	0.30	0.02	5.7					
			3	0.25	0.01	3.3					
			4	0.23	0.01	4.2					
			5	0.26	0.01	3.5					
			6	0.28	0.01	4.6					
		1.00	1	0.80	0.02	2.8	0.92	0.09	9.8	0.14	0.28
			2	0.91	0.03	3.2					
			3	1.05	0.02	2.3					
			4	0.96	0.06	6.4					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			5	0.84	0.06	7.1					
			6	0.97	0.07	7.5					
		5.00	1	4.26	0.10	2.3	4.45	0.27	6.2	0.47	0.88
			2	4.04	0.15	3.7					
			3	4.79	0.09	1.8					
			4	4.68	0.22	4.6					
			5	4.40	0.18	4.2					
			6	4.50	0.22	4.8					
32	丙溴磷	0.25	1	0.19	0.01	4.6	0.24	0.04	15	0.03	0.11
			2	0.25	0.02	7.8					
			3	0.23	0.01	2.8					
			4	0.22	0.01	5.0					
			5	0.28	0.01	3.4					
			6	0.28	0.01	5.0					
		1.00	1	0.77	0.02	2.5	0.90	0.08	8.5	0.16	0.26
			2	0.84	0.03	3.1					
			3	0.96	0.08	8.7					
			4	0.92	0.05	5.2					
			5	0.95	0.06	6.8					
			6	0.96	0.07	7.0					
		5.00	1	4.00	0.07	1.7	4.34	0.38	8.8	0.47	1.15
			2	3.87	0.10	2.7					
			3	4.68	0.06	1.3					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			4	4.17	0.23	5.6					
			5	4.80	0.21	4.3					
			6	4.53	0.23	5.1					
33	地胺磷	0.25	1	0.19	0.01	7.2	0.24	0.04	15	0.04	0.11
			2	0.29	0.01	3.8					
			3	0.22	0.01	3.3					
			4	0.24	0.02	8.2					
			5	0.26	0.01	4.6					
			6	0.27	0.02	6.8					
		1.00	1	0.73	0.02	2.3	0.86	0.08	9.5	0.15	0.27
			2	0.83	0.03	3.3					
			3	0.96	0.02	1.9					
			4	0.89	0.06	6.6					
			5	0.86	0.10	11.1					
			6	0.92	0.06	6.4					
		5.00	1	4.04	0.07	1.6	4.47	0.63	14	0.45	1.82
			2	4.00	0.11	2.8					
			3	5.69	0.15	2.7					
			4	4.31	0.18	4.3					
			5	4.22	0.21	5.0					
			6	4.58	0.18	4.0					
34	三硫磷	0.25	1	0.20	0.01	4.0	0.25	0.03	12	0.04	0.09
			2	0.26	0.01	4.5					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			3	0.25	0.01	3.6					
			4	0.24	0.02	9.1					
			5	0.27	0.01	2.9					
			6	0.28	0.02	5.3					
		1.00	1	0.92	0.01	1.4	0.96	0.08	8.8	0.15	0.27
			2	0.91	0.03	2.8					
			3	1.09	0.02	2.2					
			4	1.01	0.06	6.3					
			5	0.85	0.08	9.7					
			6	0.94	0.07	7.1					
		5.00	1	4.56	0.13	2.8	4.61	0.18	4.0	0.61	0.76
			2	4.39	0.17	3.9					
			3	4.92	0.10	2.0					
			4	4.52	0.24	5.3					
			5	4.56	0.23	5.0					
			6	4.72	0.35	7.3					
35	三唑磷	0.25	1	0.20	0.01	4.2	0.26	0.04	15	0.03	0.11
			2	0.32	0.01	3.9					
			3	0.25	0.01	3.8					
			4	0.23	0.01	6.1					
			5	0.27	0.01	4.0					
			6	0.28	0.01	3.1					
		1.00	1	0.89	0.02	1.7	0.98	0.09	8.7	0.13	0.27

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			2	0.93	0.02	2.6					
			3	1.11	0.03	2.3					
			4	1.03	0.06	6.1					
			5	0.90	0.08	8.9					
			6	1.01	0.04	4.0					
		5.00	1	4.50	0.10	2.3	4.70	0.27	5.6	0.50	0.87
			2	4.42	0.11	2.4					
			3	5.00	0.11	2.2					
			4	4.53	0.24	5.2					
			5	4.71	0.22	4.6					
			6	5.03	0.23	4.7					

表 2-5　沉积物精密度测试数据汇总表

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
1	敌敌畏	0.25	1	0.22	0.01	6.1	0.19	0.03	15	0.05	0.09
			2	0.19	0.03	15.6					
			3	0.22	0.02	8.4					
			4	0.16	0.01	7.1					
			5	0.17	0.01	5.5					
			6	0.16	0.01	4.3					
		1.00	1	0.74	0.05	7.1	0.77	0.14	18	0.13	0.41
			2	0.76	0.03	4.4					
			3	0.94	0.02	2.4					
			4	0.92	0.06	6.8					
			5	0.60	0.06	10.1					
			6	0.66	0.04	6.5					
		5.00	1	4.28	0.53	12.4	3.46	0.60	17	1.02	1.92
			2	3.78	0.57	15.0					
			3	3.28	0.17	5.3					
			4	3.65	0.32	8.8					
			5	2.51	0.22	8.8					
			6	3.24	0.08	2.6					
2	甲胺磷	0.25	1	0.20	0.02	8.2	0.17	0.02	11	0.04	0.07
			2	0.16	0.02	10.7					
			3	0.17	0.01	6.7					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			4	0.16	0.02	10.1					
			5	0.17	0.02	9.2					
			6	0.15	0.02	10.6					
		1.00	1	0.39	0.05	13.7	0.55	0.12	22	0.18	0.37
			2	0.46	0.07	15.2					
			3	0.72	0.09	12.6					
			4	0.53	0.07	12.6					
			5	0.64	0.06	8.9					
			6	0.58	0.01	0.9					
		5.00	1	3.79	0.22	5.9	3.32	0.61	18	0.74	1.82
			2	3.87	0.28	7.3					
			3	2.70	0.22	8.1					
			4	3.95	0.43	10.8					
			5	2.73	0.22	8.1					
			6	2.90	0.10	3.4					
3	速灭磷	0.25	1	0.24	0.01	3.7	0.22	0.02	7.2	0.04	0.06
			2	0.20	0.02	10.5					
			3	0.23	0.01	5.6					
			4	0.21	0.01	7.0					
			5	0.21	0.01	5.3					
			6	0.23	0.02	9.7					
		1.00	1	0.85	0.03	3.5	0.91	0.11	12	0.16	0.34
			2	0.88	0.03	2.9					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			3	0.94	0.07	7.3					
			4	1.09	0.03	2.7					
			5	0.77	0.10	13.1					
			6	0.95	0.05	5.7					
		5.00	1	4.51	0.42	9.3	4.21	0.44	10	1.05	1.55
			2	4.19	0.45	10.8					
			3	4.27	0.27	6.3					
			4	4.66	0.36	7.7					
			5	3.40	0.36	10.5					
			6	4.24	0.36	8.5					
4	内吸磷	0.25	1	0.20	0.01	3.2	0.17	0.03	17	0.04	0.09
			2	0.14	0.02	11.6					
			3	0.22	0.01	5.2					
			4	0.15	0.01	3.9					
			5	0.17	0.02	12.0					
			6	0.17	0.02	13.3					
		1.00	1	0.79	0.02	2.8	0.72	0.11	15	0.07	0.31
			2	0.74	0.02	2.3					
			3	0.88	0.02	2.5					
			4	0.58	0.04	6.5					
			5	0.62	0.04	5.7					
			6	0.71	0.01	1.1					
		5.00	1	3.54	0.23	6.4	3.42	0.54	16	0.56	1.60

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			2	3.09	0.25	8.1					
			3	4.31	0.18	4.1					
			4	3.15	0.24	7.7					
			5	2.76	0.15	5.4					
			6	3.66	0.12	3.2					
5	虫线磷	0.25	1	0.22	0.01	2.4	0.23	0.03	14	0.04	0.10
			2	0.18	0.02	10.1					
			3	0.27	0.01	3.0					
			4	0.23	0.02	6.7					
			5	0.22	0.01	5.3					
			6	0.24	0.02	10.4					
		1.00	1	0.87	0.04	4.0	0.95	0.11	11	0.14	0.33
			2	0.88	0.02	2.5					
			3	1.03	0.05	4.9					
			4	1.11	0.02	2.0					
			5	0.83	0.09	11.3					
			6	0.97	0.05	4.7					
		5.00	1	4.58	0.38	8.3	4.42	0.40	9.0	0.95	1.41
			2	4.40	0.40	9.1					
			3	4.43	0.23	5.1					
			4	4.98	0.37	7.4					
			5	3.75	0.32	8.6					
			6	4.38	0.30	6.9					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
6	灭克磷	0.25	1	0.22	0.01	2.4	0.22	0.03	12	0.04	0.09
			2	0.18	0.02	10.3					
			3	0.26	0.01	4.1					
			4	0.22	0.01	6.3					
			5	0.22	0.01	4.9					
			6	0.24	0.02	10.1					
		1.00	1	0.86	0.04	4.3	0.94	0.09	9.9	0.13	0.29
			2	0.87	0.02	2.7					
			3	1.03	0.05	4.5					
			4	1.06	0.03	2.9					
			5	0.85	0.08	8.9					
			6	0.98	0.05	4.8					
		5.00	1	4.58	0.40	8.8	4.62	0.25	5.3	0.93	1.09
			2	4.36	0.37	8.5					
			3	4.74	0.21	4.5					
			4	5.04	0.38	7.5					
			5	4.57	0.32	6.9					
			6	4.42	0.26	5.8					
7	甲拌磷	0.25	1	0.21	0.01	3.2	0.20	0.03	15	0.04	0.09
			2	0.16	0.01	8.9					
			3	0.25	0.01	3.2					
			4	0.20	0.01	7.2					
			5	0.20	0.01	6.3					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			6	0.20	0.02	12.1					
		1.00	1	0.83	0.03	3.3	0.83	0.09	11	0.10	0.28
			2	0.80	0.02	1.9					
			3	0.98	0.03	3.4					
			4	0.90	0.02	1.8					
			5	0.71	0.06	8.4					
			6	0.77	0.04	5.6					
		5.00	1	4.37	0.39	9.0	4.07	0.46	11	0.87	1.50
			2	4.08	0.39	9.5					
			3	4.37	0.23	5.3					
			4	4.56	0.34	7.4					
			5	3.43	0.32	9.3					
			6	3.62	0.11	3.1					
8	治螟磷	0.25	1	0.22	0.005	2.1	0.23	0.03	12	0.04	0.09
			2	0.18	0.02	9.8					
			3	0.26	0.01	3.7					
			4	0.24	0.02	7.3					
			5	0.23	0.01	4.4					
			6	0.25	0.03	10.7					
		1.00	1	0.87	0.04	4.1	0.96	0.10	10	0.13	0.30
			2	0.90	0.03	2.9					
			3	1.02	0.04	4.3					
			4	1.11	0.03	2.7					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			5	0.87	0.08	8.8					
			6	1.01	0.04	4.3					
		5.00	1	4.66	0.35	7.5	4.50	0.35	7.7	0.92	1.28
			2	4.46	0.36	8.0					
			3	4.50	0.19	4.2					
			4	5.00	0.38	7.6					
			5	3.93	0.35	9.0					
			6	4.42	0.29	6.6					
9	二嗪农	0.25	1	0.22	0.01	2.4	0.23	0.03	13	0.04	0.09
			2	0.18	0.02	10.0					
			3	0.27	0.01	3.1					
			4	0.23	0.02	8.7					
			5	0.23	0.01	5.4					
			6	0.24	0.02	9.7					
		1.00	1	0.87	0.04	4.2	0.96	0.10	10	0.13	0.30
			2	0.88	0.02	2.6					
			3	1.02	0.04	4.1					
			4	1.12	0.03	2.7					
			5	0.91	0.06	6.3					
			6	0.97	0.07	7.4					
		5.00	1	4.28	0.29	6.9	4.50	0.35	7.7	0.89	1.27
			2	4.47	0.38	8.5					
			3	4.75	0.14	2.9					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			4	5.05	0.41	8.0					
			5	4.09	0.35	8.5					
			6	4.36	0.28	6.3					
10	地虫硫磷	0.25	1	0.22	0.005	2.1	0.23	0.03	13	0.04	0.09
			2	0.18	0.02	10.3					
			3	0.28	0.01	3.5					
			4	0.23	0.02	6.7					
			5	0.22	0.01	5.2					
			6	0.24	0.02	10.0					
		1.00	1	0.87	0.04	4.3	0.95	0.11	11	0.13	0.32
			2	0.87	0.03	3.1					
			3	1.04	0.04	4.3					
			4	1.12	0.03	3.1					
			5	0.86	0.07	8.2					
			6	0.97	0.05	5.1					
		5.00	1	4.58	0.37	8.1	4.62	0.27	5.9	0.96	1.16
			2	4.74	0.41	8.7					
			3	4.49	0.18	4.0					
			4	5.12	0.39	7.6					
			5	4.44	0.39	8.8					
			6	4.38	0.25	5.8					
11	乙拌磷	0.25	1	0.20	0.01	2.8	0.19	0.03	15	0.04	0.09
			2	0.15	0.02	10.1					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			3	0.23	0.01	5.4					
			4	0.17	0.01	8.6					
			5	0.17	0.02	10.0					
			6	0.19	0.01	6.5					
		1.00	1	0.81	0.03	3.2	0.78	0.09	12	0.06	0.27
			2	0.78	0.02	2.2					
			3	0.92	0.02	1.7					
			4	0.81	0.01	1.5					
			5	0.63	0.04	5.6					
			6	0.73	0.02	3.0					
		5.00	1	3.71	0.22	6.0	3.72	0.37	10	0.62	1.19
			2	3.39	0.23	6.8					
			3	4.33	0.17	3.8					
			4	3.95	0.39	9.8					
			5	3.32	0.12	3.7					
			6	3.61	0.05	1.4					
12	异稻瘟净	0.25	1	0.24	0.01	2.2	0.23	0.02	8.0	0.04	0.07
			2	0.21	0.02	9.3					
			3	0.26	0.01	2.3					
			4	0.22	0.02	7.1					
			5	0.22	0.01	4.4					
			6	0.25	0.02	9.8					
		1.00	1	0.90	0.04	4.4	0.94	0.11	12	0.12	0.34

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			2	0.92	0.02	2.4					
			3	0.77	0.05	6.9					
			4	1.12	0.04	3.3					
			5	0.93	0.06	6.2					
			6	0.97	0.05	5.0					
		5.00	1	4.61	0.37	8.0	4.26	0.38	8.9	0.84	1.31
			2	4.61	0.45	9.8					
			3	4.46	0.15	3.5					
			4	3.67	0.08	2.3					
			5	3.96	0.33	8.3					
			6	4.24	0.25	5.9					
13	除线磷	0.25	1	0.22	0.005	2.2	0.23	0.03	14	0.04	0.10
			2	0.18	0.02	9.6					
			3	0.27	0.01	3.1					
			4	0.25	0.02	7.7					
			5	0.22	0.01	5.2					
			6	0.25	0.02	9.4					
		1.00	1	0.88	0.04	4.4	0.96	0.11	11	0.12	0.32
			2	0.87	0.02	2.4					
			3	1.04	0.04	4.3					
			4	1.12	0.03	2.9					
			5	0.86	0.06	6.7					
			6	0.98	0.05	5.1					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
		5.00	1	4.51	0.36	7.9	4.52	0.33	7.4	1.02	1.32
			2	4.23	0.53	12.5					
			3	4.62	0.16	3.5					
			4	5.12	0.40	7.7					
			5	4.23	0.39	9.1					
			6	4.39	0.25	5.8					
14	久效磷	0.25	1	0.21	0.05	23.7	0.22	0.03	16	0.09	0.13
			2	0.17	0.05	28.9					
			3	0.20	0.02	11.6					
			4	0.24	0.02	7.5					
			5	0.20	0.02	10.0					
			6	0.27	0.01	3.7					
		1.00	1	0.70	0.10	14.8	0.81	0.16	19	0.26	0.50
			2	0.65	0.09	14.6					
			3	0.81	0.09	11.3					
			4	0.73	0.11	15.1					
			5	0.87	0.07	7.8					
			6	1.08	0.09	8.7					
		5.00	1	4.73	0.26	5.5	4.35	0.38	8.8	0.97	1.39
			2	4.56	0.31	6.9					
			3	3.76	0.21	5.5					
			4	4.71	0.35	7.5					
			5	4.11	0.51	12.4					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			6	4.25	0.36	8.4					
15	乐果	0.25	1	0.24	0.01	2.9	0.23	0.03	13	0.04	0.09
			2	0.18	0.02	9.8					
			3	0.26	0.01	2.0					
			4	0.21	0.02	8.3					
			5	0.21	0.01	4.8					
			6	0.25	0.02	8.6					
		1.00	1	0.88	0.03	3.8	0.95	0.10	10	0.13	0.30
			2	0.86	0.02	2.0					
			3	1.04	0.06	5.7					
			4	1.09	0.03	3.2					
			5	0.86	0.06	6.6					
			6	0.99	0.06	6.1					
		5.00	1	4.47	0.40	8.8	4.55	0.27	5.8	1.00	1.18
			2	4.33	0.42	9.6					
			3	4.62	0.14	2.9					
			4	5.04	0.42	8.3					
			5	4.49	0.43	9.5					
			6	4.34	0.25	5.7					
16	皮蝇磷	0.25	1	0.22	0.01	2.3	0.23	0.03	12	0.04	0.08
			2	0.18	0.02	10.4					
			3	0.26	0.01	4.0					
			4	0.23	0.02	6.8					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			5	0.22	0.01	4.8					
			6	0.24	0.02	9.0					
		1.00	1	0.88	0.04	4.2	0.96	0.11	12	0.12	0.33
			2	0.90	0.03	2.9					
			3	1.05	0.06	5.4					
			4	1.13	0.03	2.9					
			5	0.84	0.05	6.1					
			6	0.97	0.05	5.2					
		5.00	1	4.52	0.38	8.4	4.44	0.40	9.1	1.00	1.46
			2	4.07	0.52	12.7					
			3	4.60	0.14	3.0					
			4	5.12	0.40	7.9					
			5	4.03	0.32	8.0					
			6	4.29	0.26	6.1					
17	甲基立枯磷	0.25	1	0.22	0.005	2.3	0.23	0.03	15	0.04	0.10
			2	0.18	0.02	9.9					
			3	0.28	0.01	3.8					
			4	0.24	0.02	7.0					
			5	0.22	0.01	4.5					
			6	0.25	0.02	8.2					
		1.00	1	0.88	0.04	4.3	0.97	0.12	12	0.12	0.35
			2	0.87	0.03	2.9					
			3	1.10	0.05	4.2					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			4	1.13	0.04	3.8					
			5	0.86	0.06	6.5					
			6	0.98	0.05	5.3					
		5.00	1	4.51	0.30	6.6	4.52	0.35	7.7	0.92	1.28
			2	4.10	0.48	11.6					
			3	4.60	0.14	3.1					
			4	5.13	0.40	7.7					
			5	4.43	0.31	6.9					
			6	4.36	0.24	5.6					
18	毒死蜱	0.25	1	0.22	0.004	2.0	0.23	0.03	14	0.04	0.10
			2	0.18	0.02	10.1					
			3	0.27	0.01	3.2					
			4	0.26	0.02	7.7					
			5	0.23	0.01	4.7					
			6	0.25	0.02	9.8					
		1.00	1	0.88	0.04	4.4	0.96	0.10	10	0.12	0.30
			2	0.88	0.03	3.0					
			3	1.03	0.04	4.4					
			4	1.12	0.04	3.3					
			5	0.89	0.05	5.9					
			6	0.99	0.06	5.6					
		5.00	1	4.50	0.34	7.6	4.46	0.42	9.3	1.01	1.48
			2	4.13	0.51	12.3					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			3	4.59	0.14	3.1					
			4	5.17	0.41	7.9					
			5	3.99	0.38	9.6					
			6	4.38	0.25	5.8					
19	甲基对硫磷	0.25	1	0.23	0.01	2.2	0.23	0.03	15	0.05	0.11
			2	0.19	0.02	10.2					
			3	0.29	0.01	3.5					
			4	0.24	0.02	8.5					
			5	0.22	0.01	4.7					
			6	0.25	0.03	10.3					
		1.00	1	0.90	0.04	4.2	0.98	0.12	12	0.13	0.35
			2	0.88	0.02	2.5					
			3	1.14	0.05	4.8					
			4	1.11	0.04	3.2					
			5	0.87	0.06	6.7					
			6	0.96	0.05	5.7					
		5.00	1	4.33	0.38	8.7	4.45	0.41	9.2	0.95	1.44
			2	4.39	0.46	10.4					
			3	4.70	0.09	1.9					
			4	5.10	0.38	7.4					
			5	3.88	0.35	9.1					
			6	4.33	0.26	5.9					
20	倍硫磷	0.25	1	0.22	0.01	2.3	0.22	0.03	14	0.04	0.10

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			2	0.18	0.02	10.1					
			3	0.27	0.01	2.9					
			4	0.21	0.02	7.5					
			5	0.22	0.01	4.9					
			6	0.24	0.02	9.6					
		1.00	1	0.88	0.04	4.4	0.95	0.10	10	0.11	0.29
			2	0.88	0.02	2.3					
			3	1.02	0.04	3.7					
			4	1.10	0.03	2.8					
			5	0.86	0.05	5.5					
			6	0.97	0.05	5.7					
		5.00	1	4.54	0.35	7.6	4.44	0.38	8.6	0.89	1.35
			2	4.32	0.37	8.4					
			3	4.57	0.18	3.9					
			4	5.04	0.37	7.3					
			5	3.88	0.36	9.3					
			6	4.30	0.22	5.2					
21	马拉硫磷	0.25	1	0.23	0.005	2.0	0.22	0.03	13	0.04	0.09
			2	0.17	0.02	11.4					
			3	0.24	0.01	3.1					
			4	0.21	0.02	7.8					
			5	0.23	0.01	5.9					
			6	0.25	0.02	9.9					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
		1.00	1	0.88	0.04	4.5	0.96	0.08	8.7	0.12	0.26
			2	0.90	0.02	2.3					
			3	0.95	0.05	5.3					
			4	1.11	0.03	3.1					
			5	0.93	0.05	5.5					
			6	0.99	0.05	5.3					
		5.00	1	4.55	0.35	7.7	4.51	0.34	7.5	0.98	1.31
			2	4.36	0.41	9.4					
			3	4.48	0.10	2.2					
			4	5.15	0.42	8.2					
			5	4.15	0.43	10.4					
			6	4.38	0.27	6.1					
22	溴硫磷	0.25	1	0.22	0.01	2.3	0.22	0.02	11	0.04	0.08
			2	0.18	0.02	11.4					
			3	0.24	0.01	4.9					
			4	0.23	0.02	7.5					
			5	0.22	0.01	4.7					
			6	0.25	0.02	9.4					
		1.00	1	0.86	0.04	4.4	0.95	0.11	11	0.12	0.32
			2	0.90	0.02	2.6					
			3	1.00	0.04	4.4					
			4	1.13	0.04	3.6					
			5	0.84	0.05	5.7					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			6	0.98	0.05	5.5					
		5.00	1	4.41	0.35	8.0	4.34	0.48	11	0.99	1.61
			2	4.03	0.49	12.2					
			3	4.48	0.13	3.0					
			4	5.13	0.38	7.5					
			5	3.71	0.38	10.2					
			6	4.28	0.27	6.3					
23	杀螟硫磷	0.25	1	0.23	0.01	2.5	0.23	0.02	11	0.05	0.08
			2	0.19	0.02	11.1					
			3	0.25	0.01	4.3					
			4	0.21	0.02	8.6					
			5	0.22	0.01	5.9					
			6	0.25	0.02	9.3					
		1.00	1	0.86	0.04	4.2	0.95	0.10	10	0.12	0.30
			2	0.91	0.02	2.4					
			3	0.99	0.04	4.4					
			4	1.12	0.04	3.6					
			5	0.86	0.06	7.0					
			6	0.98	0.05	5.3					
		5.00	1	4.45	0.35	7.9	4.48	0.39	8.6	0.95	1.38
			2	4.28	0.39	9.2					
			3	4.64	0.14	3.1					
			4	5.15	0.39	7.5					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			5	4.02	0.42	10.5					
			6	4.34	0.24	5.6					
24	对硫磷	0.25	1	0.23	0.01	2.3	0.24	0.03	14	0.04	0.10
			2	0.19	0.02	9.7					
			3	0.29	0.01	3.4					
			4	0.24	0.02	7.5					
			5	0.22	0.01	5.3					
			6	0.25	0.02	9.3					
		1.00	1	0.92	0.04	4.7	0.99	0.11	11	0.13	0.34
			2	0.90	0.02	2.3					
			3	1.13	0.05	4.2					
			4	1.14	0.03	2.9					
			5	0.89	0.06	7.3					
			6	0.98	0.05	5.2					
		5.00	1	4.57	0.33	7.3	4.54	0.38	8.3	0.90	1.34
			2	4.40	0.40	9.1					
			3	4.79	0.10	2.1					
			4	5.10	0.37	7.4					
			5	4.00	0.38	9.4					
			6	4.39	0.24	5.5					
25	育畜磷	0.25	1	0.24	0.01	2.4	0.24	0.03	13	0.04	0.09
			2	0.19	0.02	10.1					
			3	0.28	0.01	2.7					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			4	0.23	0.02	7.4					
			5	0.23	0.01	5.8					
			6	0.25	0.02	9.2					
		1.00	1	0.90	0.04	3.9	0.97	0.09	9.2	0.12	0.27
			2	0.89	0.02	2.5					
			3	1.04	0.05	4.9					
			4	1.10	0.04	3.7					
			5	0.90	0.05	5.5					
			6	0.99	0.06	5.8					
		5.00	1	4.22	0.19	4.6	4.40	0.37	8.4	0.79	1.27
			2	4.08	0.24	6.0					
			3	4.63	0.15	3.2					
			4	5.01	0.38	7.5					
			5	4.04	0.42	10.4					
			6	4.41	0.20	4.6					
26	水胺硫磷	0.25	1	0.25	0.01	2.6	0.24	0.02	8.5	0.04	0.07
			2	0.21	0.02	10.0					
			3	0.25	0.01	3.1					
			4	0.24	0.02	6.8					
			5	0.22	0.01	4.9					
			6	0.25	0.02	8.7					
		1.00	1	0.92	0.04	4.1	0.98	0.07	7.0	0.12	0.22
			2	0.93	0.02	2.1					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			3	1.01	0.05	4.6					
			4	1.09	0.03	3.1					
			5	0.92	0.05	5.6					
			6	1.01	0.06	6.0					
		5.00	1	4.57	0.37	8.1	4.45	0.32	7.2	1.03	1.30
			2	4.29	0.54	12.6					
			3	4.61	0.14	3.0					
			4	4.93	0.32	6.6					
			5	4.01	0.45	11.1					
			6	4.30	0.23	5.4					
27	稻丰散	0.25	1	0.22	0.01	2.4	0.23	0.03	14	0.05	0.10
			2	0.17	0.02	11.3					
			3	0.26	0.01	2.9					
			4	0.25	0.02	6.9					
			5	0.24	0.02	6.4					
			6	0.25	0.03	11.0					
		1.00	1	0.89	0.04	4.8	0.98	0.09	9.0	0.12	0.27
			2	0.90	0.02	2.2					
			3	1.05	0.04	4.3					
			4	1.12	0.04	3.6					
			5	0.95	0.04	4.4					
			6	0.98	0.06	6.1					
		5.00	1	4.64	0.38	8.1	4.61	0.29	6.2	1.09	1.28

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			2	4.32	0.42	9.7					
			3	4.70	0.13	2.8					
			4	5.12	0.39	7.7					
			5	4.56	0.58	12.6					
			6	4.35	0.30	6.9					
28	甲拌磷砜	0.25	1	0.23	0.01	2.3	0.24	0.03	12	0.04	0.09
			2	0.19	0.02	10.7					
			3	0.28	0.01	3.2					
			4	0.25	0.02	7.6					
			5	0.23	0.01	4.7					
			6	0.26	0.02	6.5					
		1.00	1	0.91	0.04	4.8	1.00	0.10	10	0.13	0.31
			2	0.91	0.02	2.5					
			3	1.05	0.05	4.4					
			4	1.16	0.04	3.6					
			5	0.93	0.05	5.8					
			6	1.06	0.06	5.6					
		5.00	1	4.54	0.38	8.3	4.67	0.28	5.9	1.00	1.20
			2	4.44	0.37	8.3					
			3	4.62	0.13	2.9					
			4	5.21	0.39	7.5					
			5	4.64	0.51	10.9					
			6	4.55	0.26	5.6					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
29	丙硫磷	0.25	1	0.22	0.004	1.6	0.23	0.03	15	0.04	0.10
			2	0.17	0.02	10.2					
			3	0.28	0.01	3.1					
			4	0.23	0.02	6.7					
			5	0.23	0.01	5.3					
			6	0.25	0.02	8.9					
		1.00	1	0.88	0.04	4.4	0.96	0.10	10	0.12	0.30
			2	0.86	0.02	2.4					
			3	1.04	0.05	4.6					
			4	1.12	0.05	4.1					
			5	0.91	0.05	5.1					
			6	0.99	0.05	5.4					
		5.00	1	4.41	0.38	8.6	4.50	0.37	8.3	1.02	1.40
			2	4.06	0.46	11.4					
			3	4.56	0.14	3.1					
			4	5.18	0.37	7.2					
			5	4.43	0.47	10.6					
			6	4.34	0.24	5.6					
30	脱叶磷	0.25	1	0.22	0.005	2.1	0.23	0.03	15	0.04	0.10
			2	0.18	0.02	9.9					
			3	0.29	0.01	3.3					
			4	0.23	0.01	6.0					
			5	0.23	0.01	5.3					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			6	0.24	0.02	8.8					
		1.00	1	0.89	0.04	4.6	0.97	0.07	6.8	0.12	0.21
			2	0.89	0.02	2.2					
			3	1.04	0.04	4.2					
			4	1.02	0.04	3.7					
			5	0.97	0.05	5.3					
			6	0.98	0.05	5.2					
		5.00	1	4.37	0.41	9.5	4.68	0.36	7.8	1.01	1.38
			2	4.44	0.38	8.7					
			3	4.66	0.14	3.0					
			4	5.19	0.39	7.5					
			5	5.06	0.49	9.7					
			6	4.36	0.24	5.4					
31	杀虫畏	0.25	1	0.27	0.01	2.8	0.24	0.03	11	0.04	0.08
			2	0.20	0.02	10.1					
			3	0.26	0.01	4.1					
			4	0.23	0.02	8.2					
			5	0.22	0.01	5.0					
			6	0.26	0.01	5.6					
		1.00	1	0.94	0.04	4.1	0.97	0.09	9.3	0.15	0.29
			2	0.91	0.02	2.6					
			3	1.00	0.04	4.3					
			4	1.11	0.07	6.7					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			5	0.86	0.06	7.1					
			6	1.04	0.06	5.9					
		5.00	1	4.07	0.34	8.4	4.32	0.47	11	0.98	1.59
			2	3.91	0.42	10.9					
			3	4.65	0.13	2.8					
			4	5.13	0.34	6.6					
			5	4.05	0.50	12.3					
			6	4.14	0.26	6.2					
32	丙溴磷	0.25	1	0.24	0.01	2.5	0.23	0.02	9.9	0.05	0.08
			2	0.19	0.02	9.8					
			3	0.23	0.03	13.4					
			4	0.21	0.02	7.3					
			5	0.23	0.01	5.2					
			6	0.26	0.02	8.8					
		1.00	1	0.90	0.04	4.8	0.95	0.08	8.8	0.17	0.28
			2	0.91	0.02	2.5					
			3	0.88	0.11	12.4					
			4	1.10	0.04	3.8					
			5	0.92	0.04	4.8					
			6	1.00	0.06	5.7					
		5.00	1	4.23	0.33	7.8	4.45	0.32	7.2	0.96	1.25
			2	4.25	0.44	10.3					
			3	4.68	0.13	2.8					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			4	4.99	0.33	6.7					
			5	4.39	0.47	10.7					
			6	4.18	0.24	5.7					
33	地胺磷	0.25	1	0.23	0.02	8.9	0.24	0.03	11	0.05	0.08
			2	0.19	0.02	10.7					
			3	0.24	0.02	7.0					
			4	0.26	0.01	3.5					
			5	0.24	0.02	6.8					
			6	0.26	0.02	7.1					
		1.00	1	0.75	0.07	9.4	0.91	0.12	13	0.21	0.39
			2	0.78	0.05	6.0					
			3	0.94	0.10	10.6					
			4	0.97	0.07	7.3					
			5	0.97	0.07	7.0					
			6	1.06	0.08	7.1					
		5.00	1	4.05	0.74	18.2	4.37	0.57	13	1.44	2.07
			2	3.98	0.79	19.9					
			3	5.48	0.39	7.1					
			4	3.98	0.16	4.1					
			5	4.31	0.43	10.0					
			6	4.43	0.22	5.0					
34	三硫磷	0.25	1	0.22	0.003	1.5	0.23	0.03	13	0.04	0.09
			2	0.18	0.02	9.4					

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			3	0.26	0.01	5.1					
			4	0.23	0.01	5.5					
			5	0.23	0.01	5.4					
			6	0.25	0.02	9.1					
		1.00	1	0.89	0.04	4.3	0.97	0.10	10	0.13	0.30
			2	0.87	0.02	2.3					
			3	1.05	0.05	4.9					
			4	1.11	0.05	4.4					
			5	0.90	0.05	5.8					
			6	0.98	0.05	5.5					
		5.00	1	4.61	0.34	7.4	4.50	0.33	7.3	1.00	1.29
			2	4.17	0.44	10.5					
			3	4.62	0.14	3.1					
			4	5.05	0.30	5.9					
			5	4.25	0.53	12.6					
			6	4.31	0.23	5.4					
35	三唑磷	0.25	1	0.25	0.01	2.4	0.25	0.02	6.9	0.04	0.06
			2	0.22	0.02	7.4					
			3	0.25	0.02	9.8					
			4	0.24	0.01	6.2					
			5	0.24	0.01	5.1					
			6	0.27	0.02	5.7					
		1.00	1	0.93	0.04	4.6	1.03	0.08	7.5	0.14	0.25

序号	目标化合物	加标水平（mg/kg）	实验室编号	平均值（mg/kg）	标准偏差（mg/kg）	相对标准偏差（%）	平均值（mg/kg）	实验间标准偏差（mg/kg）	实验间相对标准偏差（%）	重复性限（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
			2	0.98	0.04	4.4					
			3	1.07	0.05	4.8					
			4	1.15	0.04	3.4					
			5	1.00	0.06	5.5					
			6	1.06	0.06	5.8					
		5.00	1	4.63	0.34	7.4	4.75	0.33	7.1	1.05	1.34
			2	4.66	0.56	12.0					
			3	4.75	0.14	3.0					
			4	5.16	0.30	5.8					
			5	4.22	0.50	11.7					
			6	5.05	0.24	4.7					

2.3 方法正确度数据汇总

对 6 家验证实验室测定的空白石英砂、土壤样品和沉积物样品的正确度数据进行分析，结果统计见表 2-6～表 2-8。

6 家验证实验室分别对加标质量分数为 0.25 mg/kg、1.00 mg/kg、5.00 mg/kg 的空白石英砂样品进行 6 次重复测定。加标回收率范围分别为 81.2%～126%、78.0%～115%、77.4%～121%，加标回收率最终值分别为 91.0%±8.7%～107%±23.8%、93.7 %±13.6%～103%±20.1%和 86.2%±14.4 %～104%±12.3%。

6 家验证实验室分别对加标质量分数为 0.25 mg/kg、1.00 mg/kg、5.00 mg/kg 的土壤样品进行 6 次重复测定。加标回收率范围分别为 45.8%～126%、36.6%～117%、41.0%～114%，加标回收率最终值分别为 57.9%±26.4%～104%±28.8%、48.5%±18.0%～97.8%±17.1%和 49.5%±13.0%～94.0%±10.6%。

6 家验证实验室分别对加标质量分数为 0.25 mg/kg、1.00 mg/kg、5.00 mg/kg 的沉积物样品进行 6 次重复测定。加标回收率范围分别为 56.3%～116%、39.0%～116%、50.2%～110%，加标回收率最终值分别为 67.4%±15.2%～98.2%±13.6%、55.4%±24.0%～103%±15.5%和 66.5%±24.2%～94.9%±13.4%。

表 2-6　空白石英砂加标测试数据汇总表

序号	目标化合物	加标量（mg/kg）	P_i（%）						$\overline{P}$（%）	$S_{\overline{P}}$（%）	$\overline{P}\pm 2S_{\overline{P}}$（%）
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
1	敌敌畏	0.25	91.4	94.3	92.3	82.3	93.3	92.5	91.0	4.4	91.0±8.8
		1.00	92.9	87.4	84.2	100	96.7	101	93.7	6.8	93.7±13.6
		5.00	83.3	80.1	77.4	89.0	90.8	96.5	86.2	7.2	86.2±14.4
2	甲胺磷	0.25	102	92.3	91.5	90.3	101	103	96.6	5.9	96.6±11.8
		1.00	101	87.5	92.4	99.4	104	109	98.8	7.7	98.8±15.4
		5.00	98.6	82.2	94.5	94.1	100	101	95.1	7.0	95.1±14.0
3	速灭磷	0.25	96.5	97.1	108	91.7	94.4	95.7	97.3	5.7	97.3±11.4
		1.00	96.3	88.4	84.7	104	100	105	96.4	8.4	96.4±16.8
		5.00	100	79.8	93.6	89.6	95.2	101	93.2	7.8	93.2±15.6
4	内吸磷	0.25	95.5	98.4	109	81.2	103	99.2	97.7	9.3	97.7±18.6
		1.00	94.0	88.5	95.9	96.5	107	109	98.5	8.0	98.5±16.0
		5.00	106	85.4	97.0	89.1	99.9	99.3	96.0	7.5	96.0±15.0
5	虫线磷	0.25	94.4	99.7	113	90.1	97.5	96.5	98.6	8.0	98.6±16.0
		1.00	93.4	89.9	103	103	103	105	99.7	6.3	99.7±12.6
		5.00	103	85.1	112	91.9	96.7	100	98.1	9.2	98.1±18.4
6	灭克磷	0.25	94.2	99.5	118	84.7	99.6	96.3	98.8	11.0	98.8±22.0
		1.00	98.3	89.8	93.8	101	104	106	98.7	6.0	98.7±12.0
		5.00	104	83.8	100	91.7	114	100	98.9	10.3	98.9±20.6
7	甲拌磷	0.25	94.4	98.9	114	87.4	96.4	95.1	97.8	9.0	97.±±18.0
		1.00	94.1	89.2	104	102	102	103	99.2	6.1	99.2±12.2
		5.00	104	84.0	114	91.4	102	99.2	99.1	10.3	99.1±20.6

序号	目标化合物	加标量（mg/kg）	P_i（%）						$\overline{P}$（%）	$S_{\overline{P}}$（%）	$\overline{P}\pm 2S_{\overline{P}}$（%）
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
8	治螟磷	0.25	96.7	100	119	92.0	100	99.2	101	9.2	101±18.4
		1.00	96.4	92.8	97.2	103	108	106	101	6.1	101±12.2
		5.00	103	84.2	102	94.2	107	101	98.6	8.2	98.6±16.4
9	二嗪农	0.25	95.1	102	113	94.4	103	101	101	6.9	101±13.8
		1.00	94.8	90.1	102	105	113	110	102	8.8	102±17.6
		5.00	106	86.4	121	95.6	105	102	103	11.6	103±23.2
10	地虫硫磷	0.25	94.1	101	113	90.4	101	98.9	99.7	7.8	99.7±15.6
		1.00	95.3	89.5	99.9	105	107	107	101	7.1	101±14.2
		5.00	106	85.4	95.7	94.1	115	99.7	99.3	10.3	99.3±20.6
11	乙拌磷	0.25	93.1	98.7	115	87.0	101	100	99.1	9.3	99.1±18.6
		1.00	95.8	89.1	93.9	102	107	107	99.2	7.5	99.2±15.0
		5.00	106	85.8	103	94.0	113	100	100	9.4	100±18.8
12	异稻瘟净	0.25	101	96.2	113	91.0	104	102	101	7.5	101±15.0
		1.00	98.1	88.2	78.0	109	115	111	99.8	14.5	99.8±29.0
		5.00	109	84.1	98.1	83.0	101	102	96.4	10.6	96.4±21.2
13	除线磷	0.25	93.5	103	114	96.4	103	101	102	7.0	102±14.0
		1.00	95.1	88.8	103	104	107	109	101	7.8	101±15.6
		5.00	105	98.5	110	96.0	107	102	103	5.2	103±10.4
14	久效磷	0.25	126	101	116	93.5	101	104	107	11.9	107±23.8
		1.00	108	88.5	94.5	100	112	113	103	10.0	103±20.0
		5.00	107	81.0	93.3	91.9	102	102	96.3	9.5	96.3±19.0
15	乐果	0.25	99.9	98.7	114	86.1	103	102	100	8.8	100±17.6
		1.00	98.7	89.8	93.5	103	109	111	101	8.3	101±16.6

序号	目标化合物	加标量（mg/kg）	P_i（%）						$\overline{P}$（%）	$S_{\overline{P}}$（%）	$\overline{P}\pm 2S_{\overline{P}}$（%）
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
		5.00	107	86.1	97.0	94.9	112	102	99.9	9.3	99.9±18.6
16	皮蝇磷	0.25	95.0	98.5	112	89.0	99.6	96.6	98.5	7.8	98.5±15.6
		1.00	91.7	87.6	101	101	105	106	98.8	7.4	98.8±14.8
		5.00	109	96.5	103	94.2	102	99.0	101	5.3	100±10.6
17	甲基立枯磷	0.25	95.1	102	114	92.2	103	101	101	7.7	101±15.4
		1.00	93.9	89.7	97.8	103	107	110	100	7.8	100±15.6
		5.00	109	98.8	85.1	95.8	108	101	99.8	8.9	99.8±17.8
18	毒死蜱	0.25	94.3	101	112	94.6	103	102	101	6.6	101±13.2
		1.00	93.2	88.6	96.3	103	109	111	100	9.0	100±18.0
		5.00	106	99.9	104	96.2	102	102	102	3.6	102±7.2
19	甲基对硫磷	0.25	98.3	105	111	92.2	100	99.4	101	6.4	101±12.8
		1.00	96.9	90.4	94.4	101	106	109	99.5	6.9	99.5±13.8
		5.00	107	85.6	90.8	93.7	97.8	100.0	95.8	7.5	95.8±15.0
20	倍硫磷	0.25	95.1	100	112	86.6	103	102	99.9	8.5	99.9±17.0
		1.00	93.5	88.7	109	103	108	111	102	9.1	102±18.2
		5.00	107	86.0	116	96.1	103	101	102	10.0	102±20.0
21	马拉硫磷	0.25	99.5	98.2	113	84.6	103	99.7	99.7	9.3	99.7±18.6
		1.00	95.7	89.6	90.0	103	108	109	99.3	8.8	99.3±17.6
		5.00	106	86.1	106	95.4	102	101	99.4	7.6	99.4±15.2
22	溴硫磷	0.25	95.9	97.9	111	89.1	101	97.5	98.7	7.2	98.7±14.4
		1.00	93.3	87.2	96.1	101	103	107	97.9	7.1	97.9±14.2
		5.00	103	93.6	106	94.6	100	99.5	99.4	4.7	99.4±9.4
23	杀螟硫磷	0.25	100	103	107	81.4	102	99.9	99.0	9.0	99.0±18.0

序号	目标化合物	加标量（mg/kg）	P_i（%）						$\overline{P}$（%）	$S_{\overline{P}}$（%）	$\overline{P}\pm 2S_{\overline{P}}$（%）
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
		1.00	103	89.3	86.2	103	103	109	98.8	8.9	98.8±17.8
		5.00	98.9	86.1	107	94.8	98.8	100	97.6	6.8	97.6±13.6
24	对硫磷	0.25	95.9	106	109	91.6	103	102	101	6.2	101±12.4
		1.00	98.9	90.4	85.6	105	109	111	100	10.3	100±20.6
		5.00	107	87.2	93.4	95.3	99.9	102	97.5	7.1	97.5±14.2
25	育畜磷	0.25	101	97.7	114	92.8	106	100	102	7.3	102±14.6
		1.00	96.0	89.4	105	103	111	109	102	8.1	102±16.2
		5.00	110	85.5	113	95.8	101	102	101	9.9	101±19.8
26	水胺硫磷	0.25	99.6	95.3	116	90.9	103	105	102	8.9	102±17.8
		1.00	99.2	87.9	95.4	103	112	114	102	10.0	102±20.0
		5.00	107	93.9	109	97.9	107	104	103	6.0	103±12.0
27	稻丰散	0.25	97.2	102	112	98.4	103	100	102	5.3	102±10.6
		1.00	96.8	90.6	95.6	106	105	107	100	6.7	100±13.4
		5.00	106	88.3	99.0	97.2	97.8	102	98.3	5.8	98.3±11.6
28	甲拌磷砜	0.25	96.8	98.1	110	93.0	104	102	101	6.2	101±12.4
		1.00	95.9	88.7	96.1	102	109	111	101	8.7	101±17.4
		5.00	110	89.6	104	95.9	106	102	101	7.4	101±14.8
29	丙硫磷	0.25	95.6	101	112	92.0	105	102	101	7.0	101±14.0
		1.00	94.4	88.3	99.5	104	110	112	101	9.0	101±18.0
		5.00	112	100	112	96.5	104	103	104	6.1	104±12.2
30	脱叶磷	0.25	98.7	101	110	87.6	103	102	100	7.3	100±14.6
		1.00	98.1	89.8	99.9	101	112	111	102	8.5	102±17.0
		5.00	113	89.3	102	96.3	109	103	102	8.6	102±17.2

序号	目标化合物	加标量（mg/kg）	P_i（%）						$\overline{P}$（%）	$S_{\overline{P}}$（%）	$\overline{P}\pm 2S_{\overline{P}}$（%）
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
31	杀虫畏	0.25	100	97.1	107	89.7	103	103	100	6.1	100±12.2
		1.00	97.4	86.8	91.1	99.8	107	112	99.1	9.6	99.1±19.2
		5.00	111	99.8	94.9	97.7	98.8	102	101	5.4	101±10.8
32	丙溴磷	0.25	97.5	98.9	100	88.1	106	107	99.7	6.9	99.7±13.8
		1.00	98.1	88.5	79.1	104	111	113	98.9	13.2	98.9±26.4
		5.00	111	99.9	93.1	95.5	106	103	101	6.7	102±13.4
33	地胺磷	0.25	105	94.6	101	94.3	101	103	99.9	4.5	99.9±9.0
		1.00	100	89.0	80.5	108	112	113	101	13.4	100±26.8
		5.00	110	84.2	119	96.0	104	102	103	11.9	102±23.8
34	三硫磷	0.25	96.0	100	97.7	90.8	105	103	98.6	5.0	98.6±10.0
		1.00	96.9	88.4	84.3	101	109	111	98.6	10.8	98.6±21.6
		5.00	108	93.9	85.2	95.9	110	103	99.3	9.4	99.3±18.8
35	三唑磷	0.25	107	95.3	88.6	89.2	104	103	97.9	7.9	97.9±15.8
		1.00	102	89.0	86.0	103	113	113	101	11.6	101±23.2
		5.00	109	85.0	90.4	95.8	109	104	98.9	10.1	98.9±20.2

表 2-7　土壤样品加标测试数据汇总表

序号	目标化合物	加标量（mg/kg）	P_i（%）						$\overline{P}$（%）	$S_{\overline{P}}$（%）	$\overline{P}\pm 2S_{\overline{P}}$（%）
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
1	敌敌畏	0.25	69.7	81.5	72.7	73.6	74.7	65.6	72.9	5.3	72.9±10.6
		1.00	70.6	72.6	86.9	81.0	58.5	67.3	72.8	10.1	72.8±20.2
		5.00	68.6	64.4	78.7	64.0	54.6	66.6	66.2	7.8	66.2±15.6
2	甲胺磷	0.25	48.0	45.8	49.5	72.7	76.1	55.5	57.9	13.2	57.9±26.4
		1.00	36.6	41.7	52.4	44.3	59.0	57.2	48.5	9.0	48.5±18.0
		5.00	44.3	47.7	50.5	41.0	55.3	58.1	49.5	6.5	49.5±13.0
3	速灭磷	0.25	71.2	79.5	72.9	90.8	98.7	109	87.0	15.1	87.0±30.2
		1.00	60.6	64.9	73.5	79.4	77.0	88.4	74.0	10.1	74.0±20.2
		5.00	64.1	64.6	76.7	74.3	73.3	81.0	72.3	6.7	72.3±13.4
4	内吸磷	0.25	76.5	98.8	98.4	89.1	100	108	95.1	10.9	95.1±21.8
		1.00	87.4	87.8	103	92.7	79.0	82.2	88.6	8.4	88.6±16.8
		5.00	78.9	76.6	80.2	73.4	72.8	70.7	75.5	3.7	75.5±7.4
5	虫线磷	0.25	78.0	99.6	103	93.9	105	107	97.8	10.7	97.8±21.4
		1.00	90.7	89.0	107	102	84.6	91.5	94.1	8.5	94.1±17.0
		5.00	86.7	85.9	96.3	89.8	80.2	83.3	87.0	5.6	87.0±11.2
6	灭克磷	0.25	77.2	99.7	98.5	92.5	106	111	97.5	11.9	97.5±23.8
		1.00	89.2	88.8	106	98.1	90.8	91.8	94.2	6.8	94.2±13.6
		5.00	84.9	85.5	96.5	88.9	96.9	83.0	89.3	6.1	89.3±12.2
7	甲拌磷	0.25	75.9	99.6	105	91.6	99.7	114	97.5	12.9	97.5±25.8
		1.00	89.5	89.2	106	99.4	81.2	88.1	92.2	8.9	92.2±17.8
		5.00	83.0	82.5	88.8	84.9	78.6	78.2	82.6	4.0	82.6±8.0

序号	目标化合物	加标量（mg/kg）	P_i（%）						$\overline{P}$（%）	$S_{\overline{P}}$（%）	$\overline{P}\pm 2S_{\overline{P}}$（%）
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
8	治螟磷	0.25	75.9	98.8	100	99.5	108	113	99.2	12.7	99.2±25.4
		1.00	89.0	90.1	105	101	92.4	92.9	95.2	6.6	95.2±13.2
		5.00	86.8	87.1	95.9	90.0	85.0	85.3	88.4	4.1	88.4±8.2
9	二嗪农	0.25	77.3	99.4	104	96.4	108	114	99.7	12.6	99.7±25.2
		1.00	90.1	90.1	106	103	95.3	93.9	96.5	6.8	96.5±13.6
		5.00	88.8	87.7	103	91.7	88.3	82.6	90.3	6.8	90.3±13.6
10	地虫硫磷	0.25	77.1	99.8	104	95.1	105	112	98.8	12.1	98.8±24.2
		1.00	90.4	89.7	106	104	94.2	92.8	96.3	7.2	96.3±14.4
		5.00	88.7	87.6	97.2	90.2	90.6	83.3	89.6	4.6	89.6±9.2
11	乙拌磷	0.25	75.9	97.4	98.0	87.2	98.7	108	94.2	11.1	94.2±22.2
		1.00	89.1	88.5	104	94.9	86.9	83.1	91.1	7.3	91.1±14.6
		5.00	80.4	79.7	83.0	80.1	79.6	73.3	79.4	3.2	79.4±6.4
12	异稻瘟净	0.25	81.3	122	107	94.9	108	114	104	14.4	104±28.8
		1.00	86.3	95.9	90.2	107	91.4	95.1	94.3	7.0	94.3±14.0
		5.00	90.4	90.5	106	101	87.2	84.5	93.4	8.6	93.4±17.2
13	除线磷	0.25	77.2	102	105	102	107	110	101	11.9	101±23.8
		1.00	90.5	90.6	107	103	88.2	94.0	95.6	7.7	95.6±15.4
		5.00	87.7	86.4	100	91.1	91.0	83.2	89.9	5.8	89.9±11.6
14	久效磷	0.25	75.9	96.1	74.9	86.2	97.3	98.2	88.1	10.7	88.1±21.4
		1.00	49.6	66.3	73.5	61.9	80.6	89.1	70.2	14.1	70.2±28.2
		5.00	76.2	79.1	89.6	72.3	80.3	80.0	79.6	5.8	79.6±11.6
15	乐果	0.25	77.8	104	98.1	86.8	106	113	97.6	13.1	97.6±26.2
		1.00	84.6	87.3	102	95.4	89.4	95.3	92.4	6.5	92.4±13.0

序号	目标化合物	加标量（mg/kg）	P_i（%）						$\overline{P}$（%）	$S_{\overline{P}}$（%）	$\overline{P}\pm 2S_{\overline{P}}$（%）
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
		5.00	81.7	85.7	96.3	87.3	94.2	85.7	88.5	5.6	88.5±11.2
16	皮蝇磷	0.25	75.7	98.2	104	93.5	105	113	98.2	12.8	98.2±25.6
		1.00	89.2	90.0	106	101	82.8	91.9	93.4	8.4	93.4±16.8
		5.00	85.4	85.9	95.3	89.2	85.0	82.1	87.2	4.6	87.2±9.2
17	甲基立枯磷	0.25	76.9	99.0	104	96.8	107	113	99.4	12.4	99.4±24.8
		1.00	91.0	90.0	115	104	92.1	94.0	97.6	9.7	97.6±19.4
		5.00	81.8	85.7	99.7	90.9	91.4	83.8	88.9	6.5	88.9±13.0
18	毒死蜱	0.25	75.9	97.7	104	103	107	109	99.4	12.2	99.4±24.4
		1.00	89.8	91.2	107	103	86.3	94.5	95.2	7.9	95.2±15.8
		5.00	88.8	86.3	99.0	91.4	87.0	82.9	89.2	5.6	89.2±11.2
19	甲基对硫磷	0.25	75.7	104.5	111	98.2	104	111	101	13.2	101±26.4
		1.00	86.8	94.7	116	99.3	84.5	92.7	95.7	11.4	95.7±22.8
		5.00	88.3	87.7	107	90.5	82.6	82.8	89.7	8.8	89.7±17.6
20	倍硫磷	0.25	78.0	100.0	106	89.1	105	109	97.9	12.0	97.9±24.0
		1.00	91.0	91.0	107	102	83.8	92.4	94.5	8.5	94.5±17.0
		5.00	89.8	88.9	98.5	89.8	83.2	81.5	88.6	6.0	88.6±12.0
21	马拉硫磷	0.25	83.6	99.5	96.7	86.5	110	109	97.4	10.9	97.4±21.8
		1.00	90.2	89.4	98.2	101	92.2	94.7	94.3	4.7	94.3±9.4
		5.00	89.9	89.3	96.0	89.6	90.9	83.8	89.9	3.9	89.9±7.8
22	溴硫磷	0.25	76.2	98.2	101	98.0	106	105	97.4	10.9	97.4±21.8
		1.00	89.2	89.6	106	101	79.3	92.3	92.9	9.4	92.9±18.8
		5.00	88.8	86.6	93.6	89.3	80.1	81.6	86.7	5.1	86.7±10.2
23	杀螟硫磷	0.25	77.1	110	102	87.9	106	106	98.1	12.8	98.1±25.6

序号	目标化合物	加标量（mg/kg）	P_i（%）						$\overline{P}$（%）	$S_{\overline{P}}$（%）	$\overline{P}\pm 2S_{\overline{P}}$（%）
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
		1.00	85.2	92.7	106	102	87.9	93.2	94.5	8.1	94.5±16.2
		5.00	89.4	88.7	99.2	90.2	83.4	83.1	89.0	5.9	89.0±11.8
24	对硫磷	0.25	76.2	105	105	95.6	106	111	99.8	12.6	99.8±25.2
		1.00	85.3	92.6	117	103	87.5	94.6	96.8	11.9	96.8±23.8
		5.00	87.7	88.8	105	92.0	86.0	84.6	90.7	7.4	90.7±14.8
25	育畜磷	0.25	73.3	85.8	90.5	91.2	107	112	93.3	14.2	93.3±28.4
		1.00	76.8	79.2	94.3	85.9	87.6	94.6	86.4	7.4	86.4±14.8
		5.00	77.2	78.2	86.4	76.7	87.8	85.2	81.9	5.1	81.9±10.2
26	水胺硫磷	0.25	83.3	105	94.6	95.5	104	110	98.8	9.6	98.8±19.2
		1.00	77.0	84.7	101	92.0	87.7	96.5	89.9	8.7	89.9±17.4
		5.00	81.4	77.1	92.9	82.7	89.4	85.9	84.9	5.7	84.9±11.4
27	稻丰散	0.25	76.0	94.0	101	98.9	108	114	98.5	13.0	98.5±26.0
		1.00	88.2	90.0	104	104	102	93.3	96.9	7.3	96.9±14.6
		5.00	89.4	88.4	96.5	93	93.9	81.3	90.4	5.4	90.4±10.8
28	甲拌磷砜	0.25	82.6	104	107	94.3	109	113	101	11.1	101±22.2
		1.00	91.9	90.7	110	101.6	90.8	95.8	96.8	7.5	96.8±15.0
		5.00	91.9	90.5	104	91.3	98.4	83.9	93.3	6.9	93.3±13.8
29	丙硫磷	0.25	77.8	100.0	105	97.0	110	113	100	12.5	100±25.0
		1.00	91.4	89.9	108	104.0	92.7	95.1	96.8	7.3	96.8±14.6
		5.00	90.8	86.9	101	90.9	95.6	84.5	91.6	5.9	91.6±11.8
30	脱叶磷	0.25	76.6	97.5	102	95.6	110	113	99.0	12.8	99.0±25.6
		1.00	89.5	89.5	107	95.6	108	95.2	97.4	8.2	97.4±16.4
		5.00	89.1	88.1	101	90.6	109	86.4	94.0	8.8	94.0±17.6

序号	目标化合物	加标量（mg/kg）	P_i（%）						$\overline{P}$（%）	$S_{\overline{P}}$（%）	$\overline{P}\pm 2S_{\overline{P}}$（%）
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
31	杀虫畏	0.25	90.8	119	100	92.7	105	112	103	11.0	103±22.0
		1.00	79.8	91.5	105	95.8	84.1	96.7	92.1	9.0	92.1±18.0
		5.00	85.3	80.8	95.8	93.6	88.0	90.0	88.9	5.5	88.9±11.0
32	丙溴磷	0.25	76.6	102	90.8	86.3	110	113	96.5	14.4	96.5±28.8
		1.00	77.3	84.1	95.6	91.7	95.4	95.8	90.0	7.7	90.0±15.4
		5.00	79.9	77.4	93.6	83.4	96.0	90.6	86.8	7.6	86.8±15.2
33	地胺磷	0.25	74.1	115	88.7	94.2	102	109	97.3	14.9	97.3±29.8
		1.00	72.6	82.6	95.8	89.3	85.6	92.0	86.3	8.2	86.3±16.4
		5.00	80.7	80.0	114	86.1	84.5	91.7	89.5	12.6	89.5±25.2
34	三硫磷	0.25	78.1	104	99.4	94.1	107	113	99.3	12.3	99.3±24.6
		1.00	92.5	91.2	109	101	85.2	94.3	95.6	8.4	95.6±16.8
		5.00	91.1	87.7	98.3	90.5	91.3	94.5	92.2	3.7	92.2±7.4
35	三唑磷	0.25	82.0	126	99.7	92.6	109	112	104	15.6	104±31.2
		1.00	88.8	92.9	111	103	90.3	101	97.8	8.5	97.8±17.0
		5.00	89.9	88.4	100	90.5	94.3	101	94.0	5.3	94.0±10.6

表 2-8　沉积物样品加标测试数据汇总表

序号	目标化合物	加标量（mg/kg）	P_i（%）						$\overline{P}$（%）	$S_{\overline{P}}$（%）	$\overline{P}\pm 2S_{\overline{P}}$（%）
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
1	敌敌畏	0.25	88.6	75.4	87.0	62.9	66.8	64.4	74.2	11.4	74.2±22.8
		1.00	74.3	76.3	94.3	92.1	60.0	65.8	77.1	13.8	77.1±27.6
		5.00	85.6	75.5	65.6	73.1	50.2	64.8	69.1	12.0	69.1±24.0
2	甲胺磷	0.25	81.5	64.8	67.2	63.6	68.0	59.2	67.4	7.6	67.4±15.2
		1.00	39.0	46.1	72.0	53.0	64.0	58.2	55.4	12.0	55.4±24.0
		5.00	75.8	77.5	53.9	78.9	54.6	58.1	66.5	12.1	66.5±24.2
3	速灭磷	0.25	97.1	79.6	92.0	85.1	85.7	92.5	88.7	6.3	88.7±12.6
		1.00	85.5	87.7	94.1	109	76.7	94.7	91.2	10.8	91.2±21.6
		5.00	90.1	83.8	85.4	93.1	68.0	84.8	84.2	8.7	84.2±17.4
4	内吸磷	0.25	80.1	56.3	86.5	58.2	68.8	66.6	69.4	11.9	69.4±23.8
		1.00	79.4	73.8	87.6	58.1	62.3	70.9	72.0	10.9	72.0±21.8
		5.00	70.9	61.9	86.1	63.1	55.2	73.3	68.4	10.8	68.4±21.6
5	虫线磷	0.25	89.3	70.9	109	92.7	88.9	95.9	91.2	12.5	91.2±25.0
		1.00	86.8	88.1	103	111	83.1	97.4	95.0	10.9	95.0±21.8
		5.00	91.6	88.0	88.6	99.5	74.9	87.6	88.4	8.0	88.4±16.0
6	灭克磷	0.25	89.1	71.4	104	88.5	89.0	96.8	89.9	11.0	89.9±22.0
		1.00	86.3	86.6	103	106	84.7	97.8	94.0	9.3	94.0±18.6
		5.00	91.6	87.3	94.9	101	91.4	88.4	92.4	4.9	92.4±9.8
7	甲拌磷	0.25	84.9	63.2	101	80.1	78.4	80.4	81.3	12.1	81.3±24.2
		1.00	82.7	80.2	97.8	89.6	71.2	76.8	83.1	9.5	83.1±19.0
		5.00	87.5	81.6	87.4	91.2	68.5	72.4	81.4	9.1	81.4±18.2

序号	目标化合物	加标量（mg/kg）	P_i（%）						$\overline{P}$（%）	$S_{\overline{P}}$（%）	$\overline{P}\pm 2S_{\overline{P}}$（%）
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
8	治螟磷	0.25	89.8	73.7	106	95.9	93.7	98.4	92.8	10.8	92.8±21.6
		1.00	87.2	89.5	102	111	87.4	101	96.5	9.9	96.5±19.8
		5.00	93.1	89.2	90.1	100.0	78.7	88.5	89.9	6.9	89.9±13.8
9	二嗪农	0.25	87.6	71.6	108	93.4	90.9	97.5	91.4	12.0	91.4±24.0
		1.00	86.9	87.5	102	112	91.3	97.2	96.2	9.7	96.2±19.4
		5.00	85.7	89.4	94.9	101	81.8	87.2	90.0	7.0	90.0±14.0
10	地虫硫磷	0.25	88.4	73.3	110	92.7	89.2	97.7	91.9	12.1	91.9±24.2
		1.00	87.1	87.0	104	112	85.8	96.9	95.4	10.6	95.4±21.3
		5.00	91.6	94.7	89.7	102	88.9	87.7	92.5	5.4	92.5±10.8
11	乙拌磷	0.25	80.7	60.1	93.0	68.4	69.7	74.7	74.4	11.4	74.4±22.8
		1.00	81.1	78.2	91.9	81.3	63.5	73.1	78.2	9.5	78.2±19.0
		5.00	74.2	67.9	86.5	78.9	66.4	72.3	74.4	7.5	74.4±15.0
12	异稻瘟净	0.25	96.5	83.3	104	90.0	89.5	98.6	93.7	7.5	93.7±15.0
		1.00	89.8	92.5	77.2	112	93.2	96.7	93.6	11.3	93.6±22.6
		5.00	92.1	92.2	89.2	73.5	79.1	84.9	85.2	7.6	85.2±15.2
13	除线磷	0.25	88.3	72.9	110	99.7	88.9	98.3	93.0	12.7	93.0±25.4
		1.00	87.8	86.7	104	112	85.9	97.6	95.8	10.9	95.8±21.8
		5.00	90.2	84.6	92.4	102	84.6	87.9	90.4	6.7	90.4±13.4
14	久效磷	0.25	83.8	69.1	81.6	95.7	79.0	108	86.3	13.8	86.3±27.6
		1.00	69.7	64.7	81.2	73.2	87.2	108	80.7	15.6	80.7±31.2
		5.00	94.6	91.3	75.2	94.2	82.2	85.0	87.1	7.7	87.1±15.4
15	乐果	0.25	94.4	73.4	106	85.0	85.9	99.0	90.5	11.5	90.5±23.0
		1.00	87.7	85.8	104	109	86.0	98.7	95.1	10.0	95.1±20.0

序号	目标化合物	加标量（mg/kg）	P_i（%）						$\overline{P}$（%）	$S_{\overline{P}}$（%）	$\overline{P}\pm 2S_{\overline{P}}$（%）
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
		5.00	89.4	86.6	92.5	101	89.8	86.8	91.0	5.3	91.0±10.6
16	皮蝇磷	0.25	87.6	73.8	105	91.5	87.4	97.4	90.4	10.5	90.4±21.0
		1.00	87.7	89.8	105	113	83.9	96.9	96.0	11.1	96.0±22.2
		5.00	90.5	81.5	92.0	102	80.7	85.7	88.8	8.1	88.8±16.2
17	甲基立枯磷	0.25	88.1	72.1	113	94.4	88.6	98.1	92.4	13.5	92.4±27.0
		1.00	87.8	86.7	110	113	86.1	97.8	96.8	12.0	96.8±24.0
		5.00	90.2	81.9	92.0	103	88.5	87.1	90.4	6.9	90.4±13.8
18	毒死蜱	0.25	88.5	73.5	109	104	90.3	99.1	94.0	12.7	94.0±25.4
		1.00	87.7	88.5	103	112	88.8	98.6	96.5	9.9	96.5±19.8
		5.00	89.9	82.6	91.7	103	79.7	87.5	89.2	8.3	89.2±16.6
19	甲基对硫磷	0.25	90.9	74.9	116	94.3	86.5	98.6	93.6	13.8	93.6±27.6
		1.00	89.7	88.4	114	111	87.2	96.4	97.7	11.8	97.7±23.6
		5.00	86.6	87.7	93.9	102	77.6	86.6	89.1	8.2	89.1±16.4
20	倍硫磷	0.25	88.8	70.9	108	85.5	87.0	97.7	89.6	12.5	89.6±25.0
		1.00	87.7	88.0	102	110	85.9	96.5	95.1	9.7	95.1±19.4
		5.00	90.7	86.5	91.5	101	77.6	86.0	88.9	7.7	88.9±15.4
21	马拉硫磷	0.25	91.2	67.7	97.5	84.1	93.1	99.2	88.8	11.6	88.8±23.2
		1.00	88.0	89.8	95.0	111	92.9	99.4	96.0	8.4	96.0±16.8
		5.00	91.1	87.2	89.6	103	83.1	87.5	90.2	6.8	90.2±13.6
22	溴硫磷	0.25	87.6	72.1	97.9	93.3	87.8	98.2	89.5	9.7	89.5±19.4
		1.00	85.8	90.2	100	113	84.2	97.6	95.2	10.8	95.2±21.6
		5.00	88.3	80.7	89.6	103	74.2	85.6	86.8	9.5	86.8±19.0
23	杀螟硫磷	0.25	92.1	74.2	99.8	85.8	89.0	99.5	90.1	9.6	90.1±19.2

序号	目标化合物	加标量（mg/kg）	P_i（%）						$\overline{P}$（%）	$S_{\overline{P}}$（%）	$\overline{P}\pm 2S_{\overline{P}}$（%）
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
		1.00	86.4	90.9	98.9	112	85.5	98.2	95.4	10.0	95.4±20.0
		5.00	88.9	85.7	92.9	103	80.4	86.8	89.6	7.7	89.6±15.4
24	对硫磷	0.25	92.7	74.3	114	94.3	88.9	99.7	94.0	13.1	94.0±26.2
		1.00	92.1	90.3	113	114	88.8	98.4	99.4	11.4	99.4±22.8
		5.00	91.5	87.9	95.8	102	80.0	87.8	90.8	7.6	90.8±15.2
25	育畜磷	0.25	95.6	74.7	111	92.7	91.2	101	94.3	11.9	94.3±23.8
		1.00	89.7	88.6	104	110	90.4	99.3	97.1	9.0	97.1±18.0
		5.00	84.4	81.5	92.6	100	80.8	88.2	87.9	7.4	87.9±14.8
26	水胺硫磷	0.25	101	82.1	99.4	95.5	88.2	102	94.8	8.0	94.8±16.0
		1.00	91.6	92.5	101	109	91.9	101	97.7	6.9	97.7±13.8
		5.00	91.4	85.8	92.3	98.7	80.2	86.0	89.1	6.4	89.1±12.8
27	稻丰散	0.25	88.0	69.4	106	99.6	94.7	100.0	92.9	13.0	92.9±26.0
		1.00	88.9	90.5	105	112	95.2	98.3	98.3	8.8	98.3±17.6
		5.00	92.9	86.5	93.9	102	91.1	87.1	92.3	5.8	92.3±11.6
28	甲拌磷砜	0.25	93.8	77.0	111	99.0	92.7	104	96.3	11.6	96.3±23.2
		1.00	90.9	91.2	105	116	92.5	106	100	10.2	100±20.4
		5.00	90.8	88.7	92.4	104	92.9	90.9	93.3	5.5	93.3±11.0
29	丙硫磷	0.25	88.5	68.5	111	93.2	92.2	98.7	92.0	13.9	92.0±27.8
		1.00	87.9	85.9	104	112	91.4	98.5	96.5	10.0	96.5±20.0
		5.00	88.2	81.2	91.2	104	88.6	86.9	90.0	7.4	90.0±14.8
30	脱叶磷	0.25	88.6	72.1	115	91.6	93.4	97.0	92.9	13.7	92.9±27.4
		1.00	88.7	88.9	104	102	96.8	97.9	96.5	6.6	96.5±13.2
		5.00	87.5	88.9	93.2	104	101	87.2	93.7	7.3	93.7±14.6

序号	目标化合物	加标量（mg/kg）	P_i（%）						$\overline{P}$（%）	$S_{\overline{P}}$（%）	$\overline{P}\pm 2S_{\overline{P}}$（%）
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
31	杀虫畏	0.25	109	82.0	102	92.6	87.9	105	96.4	10.5	96.4±21.0
		1.00	93.5	90.6	99.7	111	86.1	104	97.4	9.1	97.4±18.2
		5.00	81.5	78.1	93.0	103	81.0	82.7	86.5	9.4	86.5±18.8
32	丙溴磷	0.25	97.8	77.7	92.0	84.7	91.9	103	91.2	9.1	91.2±18.2
		1.00	90.2	91.4	88.3	110	91.9	100	95.4	8.4	95.4±16.8
		5.00	84.6	84.9	93.6	99.8	87.9	83.7	89.1	6.4	89.1±12.8
33	地胺磷	0.25	90.3	76.7	95.2	102	95.2	106	94.2	10.2	94.2±20.4
		1.00	75.0	77.7	93.8	97.3	96.9	106	91.1	12.1	91.1±24.2
		5.00	81.0	79.6	110	79.6	86.1	88.6	87.4	11.5	87.4±23.0
34	三硫磷	0.25	88.6	71.7	106	93.4	91.1	101	91.9	11.7	91.9±23.4
		1.00	88.9	87.0	105	111	90.2	98.2	96.7	9.7	96.7±19.4
		5.00	92.3	83.4	92.3	101	85.0	86.2	90.0	6.6	90.0±13.2
35	三唑磷	0.25	99.6	88.4	102	95.1	95.8	108	98.2	6.8	98.2±13.6
		1.00	92.9	98.5	107	115	100	106	103	7.7	103±15.4
		5.00	92.7	93.1	95.0	103	84.5	101	94.9	6.7	94.9±13.4

3　方法验证结论

标准编制组在进行方法验证报告数据统计时，采用全部数据，未进行取舍。

3.1　方法检出限和测定下限

当样品取样量为 10.0 g，定容体积为 5.00 mL 时，目标化合物的方法检出限为 0.03 mg/kg～0.05 mg/kg，测定下限为 0.12 mg/kg～0.20 mg/kg。详见表 2-1。

3.2　校准曲线相关系数

6 家验证实验室分别对质量浓度分别为 0.5 μg/mL、1.0 μg/mL、2.0 μg/mL、5.0 μg/mL、10.0 μg/mL 的 35 种有机磷农药标准系列溶液进行校准曲线绘制，并记录其相关系数。6 家验证实验室校准曲线的线性相关系数范围为 0.995～1.0000。详见表 2-2。

3.3　方法精密度

对 6 家验证实验室测定的空白石英砂、土壤样品和沉积物样品的精密度数据进行分析，结果统计见表 2-3～表 2-5。

6 家验证实验室分别对加标质量分数为 0.25 mg/kg、1.00 mg/kg、5.00 mg/kg 的空白石英砂样品进行 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 1.3%～13%、1.6%～8.2%和 1.3%～13%；实验室间相对标准偏差分别为 4.5%～11%、6.0 %～14%和 3.5%～12%；重复性限分别为 0.04 mg/kg～0.06 mg/kg、0.11 mg/kg～0.14 mg/kg 和 0.54 mg/kg～0.77 mg/kg；再现性限分别为 0.05 mg/kg～0.10 mg/kg、0.20 mg/kg～0.42 mg/kg 和 0.77 mg/kg～1.76 mg/kg。

6 家验证实验室分别对加标质量分数为 0.25 mg/kg、1.00 mg/kg、5.00 mg/kg 土壤样品进行 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 2.0%～12%、1.1%～11%和 0.6%～19%；实验室间相对标准偏差分别为 7.3%～23%、5.0%～20%和 4.0 %～14%；重复性限分别为 0.02 mg/kg～0.05 mg/kg、0.07 mg/kg～0.16 mg/kg 和 0.37 mg/kg～0.76 mg/kg；再现性限分别为 0.05 mg/kg～0.11 mg/kg、0.17 mg/kg～0.41 mg/kg 和 0.57 mg/kg～1.82 mg/kg。

6 家验证实验室分别对加标质量分数为 0.25 mg/kg、1.00 mg/kg、5.00 mg/kg 沉积物样品进行 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差分别为 1.5%～29%、0.9%～15%和 1.4%～20%；实验室间相对标准偏差分别为 6.9%～17%、6.8%～22%和 5.3%～18%；重复性限分别为 0.04 mg/kg～0.09 mg/kg、0.06 mg/kg～0.26 mg/kg 和 0.56 mg/kg～1.44 mg/kg；再现性限分别为 0.06 mg/kg～0.13 mg/kg、0.21 mg/kg～0.50 mg/kg 和 1.09 mg/kg～2.07 mg/kg。

3.4　方法正确度

对 6 家验证实验室测定的空白石英砂、土壤样品和沉积物样品的正确度数据进行分析，结果统计见表 2-6～表 2-8。

6 家验证实验室分别对加标质量分数为 0.25 mg/kg、1.00 mg/kg、5.00 mg/kg 的空白石英砂样品进行 6 次重复测定。加标回收率范围分别为 81.2%～126%、78.0%～115%、77.4%～121%，加标回收率最终值分别为 91.0%±8.7%～107%±23.8%、93.7 %±13.6%～103%±

20.1%和 86.2%±14.4 %～104%±12.3%。

6 家验证实验室分别对加标质量分数为 0.25 mg/kg、1.00 mg/kg、5.00 mg/kg 的土壤样品进行 6 次重复测定。加标回收率范围分别为 45.8%～126%、36.6%～117%、41.0%～114%，加标回收率最终值分别为 57.9%±26.4%～104%±28.8%、48.5%±18.0%～97.8%±17.1%和 49.5%±13.0%～94.0%±10.6%。

6 家验证实验室分别对加标质量分数为 0.25 mg/kg、1.00 mg/kg、5.00 mg/kg 的沉积物样品进行 6 次重复测定。加标回收率范围分别为 56.3%～116%、39.0%～116%、50.2%～110%，加标回收率最终值分别为 67.4%±15.2%～98.2%±13.6%、55.4%±24.0%～103%±15.5%和 66.5%±24.2%～94.9%±13.4%。