《土壤中 27 种农药及其代谢物残留量的测定　液相色谱-串联质谱法》

Determination of 27 pesticides and metabolites residues in soil —Liquid chromatography-tandem mass spectrometry method

编制说明

标准编制组

2022 年 7 月

目 录

一、工作简况 1
（一）任务来源 1
（二）起草单位、主要起草人及任务分工 1
1. 主要起草单位 1
2. 主要起草人 1
3. 任务分工 1
（三）起草过程 2
二、地方标准制定目的和意义 4
三、标准编制原则、主要技术内容和确定依据 6
（一）标准的编制原则 6
（二）标准编写的主要依据 6
（三）主要技术内容 6
1、范围 6
2、规范性引用文件 12
3、术语和定义 12
4、原理 12
5、试剂和材料 12
6、仪器设备 13
7、试样制备 13
8、分析步骤 15
9、结果计算 26
10、定量限 26
11、精密度 31
12、方法验证 32
四、与现行相关法律、行政法规和其他标准的关系 56
五、重大分歧意见的处理过程、处理意见及其依据 56
六、对地方标准自发布日期至实施日期之间的过渡期的建议及理由 57
七、其他需要说明的内容 57
八、实施效益分析 57

《土壤中27种农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》地方标准编制说明

一、工作简况

（一）任务来源

根据山东省市场监督管理局、山东省农业农村厅《关于下达2019年度农业领域地方标准计划的通知》（鲁市监标字〔2019〕373号），《土壤中27种农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》列入2019年度农业领域地方标准计划（第166项）。

本标准由山东省农业农村厅提出，山东省农业标准化技术委员会种植业标准化分技术委员会归口。

（二）起草单位、主要起草人及任务分工

1.主要起草单位

山东省烟台市农业科学研究院、烟台市农业综合执法支队、龙口现代农业产业技术研究院。

2.主要起草人

柳璇、段小娜、徐维华、王雪景、兰丰、杨志峰、王志新、姜蔚、鹿泽启、姚杰、李晓亮、臧宏伟、王春晓、于维忠、王玉涛、刘传德、周先学。

3.任务分工

山东省烟台市农业科学研究院主要负责标准的立项需求调研、标准编制进度把关、标准文本及编制说明的起草修改完善、

征集相关方意见并汇总、归纳和处理等事项。烟台市农业综合执法支队、龙口现代农业产业技术研究院等相关人员配合完成取样验证、标准文本和编制说明的修改完善等工作。其中：柳璇担任标准起草组组长，全面组织、协调标准的编制工作。段小娜、徐维华、王雪景、兰丰、杨志峰、王志新、姜蔚、鹿泽启、姚杰等对标准技术内容进行编写以及与相关标准总协调进行把关。李晓亮、臧宏伟、王春晓、于维忠、王玉涛、刘传德、周先学等负责对各相关方的意见和建议进行总结、归纳和处理，以及组织召开标准研讨会议，标准编制进度把控等。

（三）起草过程

标准的起草工作共分为四个阶段：

第一阶段是成立起草工作组和建立优化标准方法。该标准自2019年开始准备，起草组对相关国家标准、行业标准进行查新，关于土壤的检测方法标准只有13种磺酰脲类除草剂、及六六六、滴滴涕（气相色谱法），并无其他支持土壤农药残留检测的标准文件。2020年1月成立标准起草工作组，结合分析实验室近几年对我省土壤中农药残留的检测结果，及对我省农业生产中常用农药使用的调研情况，明确可能对我省土壤中产生污染的农药种类（含代谢物），共计27种。建立27种农药液相串联质谱离子对信息，选择液相色谱的试剂和建立梯度洗脱条件，优化土壤前处理方法，使得过程更加简便、快捷。参考《农药残留检测方法国家标准编制指南》对方法的灵敏度、准确度和精确度进行完善。于2021年1月，确定该项标准检测方法的各项关键技术要求，

并提出标准草稿提纲。

第二阶段为标准方法验证和完成标准征求意见稿。2021 年 1 月至 3 月，根据农业部公告 2386 号《农药残留检测方法国家标准指南》关于检测方法验证工作的要求，分别由农业农村部果品及苗木质量监督检验测试中心（烟台）、青岛中一监测有限公司、山东同济测试科技股份有限公司、中维安全检测认证集团有限公司、青岛谱尼测试有限公司等 5 家单位对该标准方法进行验证，汇总 5 家试验单位的实验数据，并对验证数据进行统计分析，得到精密度结果，至此完成标准编制说明和标准文本的征求意见稿的编写。

第三阶段为征求意见阶段，召开专家研讨会，形成预审稿并修改完善最终形成标准送审稿。2021 年 5 月，对标准征求意见稿向社会进行广泛的意见征集，向企事业单位、高校、科研院所等 30 家单位或专家发送征求意见稿，收到反馈的有效意见 27 家共计 50 条，全部采纳，详细内容见《征求意见汇总处理表》。将所有专家意见进行汇总，并逐条逐项对标准文本草案进行修改完善，并按照山东省地方标准管理有关规定，形成山东省地方标准送审稿。

第四阶段为审查阶段。2022 年 7 月 7 日山东省市场监督管理局在济南组织召开了标准审查会。来自山东省农药检定所、山东省农业生态与资源保护总站、山东省林科院、山东省农科院质标所、山东省农科院植保所、山东省农业技术推广中心、济南市农产品质量检测中心、山东省农药科学研究院、山东省产品质量

检验研究院等单位共 9 位专家组成了审查委员会。会上起草组认真汇报了标准的基本概况、主要内容、编制过程和有关征求意见反馈与处理情况，审查委员会听取了有关情况汇报，对标准文本进行了逐章、逐条审查，提出了有关内容、结构等方面意见，共计 5 条。起草单位对该 5 条意见全部采纳，并对标准文本进行了修改完善。会议一致同意该标准通过审查。会议要求起草单位尽快形成报批材料后上报山东省市场监督管理局。

二、地方标准制定目的和意义

《全国土壤污染状况调查公报》显示，全国土壤环境状况总体不容乐观，部分地区土壤污染较重，农田土壤环境质量堪忧，局部地区的土壤及其农产品污染物存在超标和面源污染等问题。在农业生产过程中，化学农药诸如杀虫剂、杀菌剂、除草剂以及植物生长调节剂等的使用是不可缺少的。据报道，农药喷施后大约有 60%进入土壤。土壤是重要的环境要素之一，同时接受着大气、水中污染物的迁移和转化。我国是一农业大国，土壤乃农业根本，土壤中农药残留分析是一门综合性强、涉及面广的分析学科。随着科学技术的迅猛发展，人类对食品安全的重视程度不断提高。因此，对于土壤中中农药残留的检测意义重大。科学有效地开展农田土壤污染监测与修复是实施乡村振兴的重要任务，事关生态文明建设、农业绿色和高质量发展，是当前政府、学者、企业、农民关注的热点问题。

在前期调研中，已汇总了农业生产中常用的速灭威、克百威、抗蚜威、氟虫腈、吡虫啉、氯虫苯甲酰胺、哒螨灵、噻嗪酮、三

唑酮、多菌灵、戊唑醇、苯醚甲环唑、三环唑、烯酰吗啉、咯菌腈、多效唑、莠去津、乙草胺、异丙甲草胺、嘧霉胺、阿维菌素、甲维盐、扑草净等23种农药，农药种类包含杀虫剂、杀菌剂、除草剂等。为明确其对产地环境土壤质量安全的影响情况，急需建立一套土壤中23种农药及其4种代谢物的多残留检测方法，以简便、快捷地对土壤污染状况进行普查和监测，确保及时发现问题并及时加以防治，真正走上生态农业绿色、可持续发展之路。

目前我国国标中土壤中农药残留量检测方法标准有《GB/T 14550-2003 土壤中六六六和滴滴涕测定的气相色谱法》，另有农业行业标准：《NY/T 1616-2008 土壤中9种磺酰脲类除草剂残留量的测定液相色谱—质谱法》及《NY/T 2067-2011 土壤中13种磺酰脲类除草剂残留量的测定液相色谱串联质谱法》，烟草行业标准《YC/T 386-2011 土壤中有机氯农药残留量的测定气相色谱法》，环境行业标准：《HJ 614-2011 土壤中毒鼠强的测定气相色谱法》等，未见本次调研确定的几类常用农药品种。

为实现土壤中27种农药及其代谢物一次性简便、准确的分析测定，本实验室建立了利用乙腈提取，盐析离心， QuEChERS净化，液相色谱-串联质谱仪测定的检测方法，方法的定量限、准确度、精密度均能满足土壤样品检测的要求，具有广泛的应用价值。该方法标准的研制，对农产品产地环境尤其是土壤的保护可起到重要作用，对从源头保障农产品质量安全生产有积极和深远的意义，对推进产地环境普查，确保农产品安全、优质、营养的健康协调发展发挥着重要作用。

三、标准编制原则、主要技术内容和确定依据

（一）标准的编制原则

本标准在编制过程中严格按照山东省地方标准管理办法，围绕食品安全、产地环境安全的要求进行制订，使本标准具有一定的先进性、通用性、科学性和适用性。

（二）标准编写的主要依据

《标准化工作导则第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》（GB/T 1.1-2020）

《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第 1 部分：总则与定义》（GB/T 6379.1-2004）

《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第 2 部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》（GB/T 6379.2-2004）

《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》（GB/T 20001.4-2015）

《农药残留检测方法国家标准指南》（农业部公告 2386 号）

《农作物中农药残留试验准则》(NY/T 788-2018)

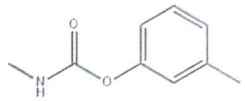
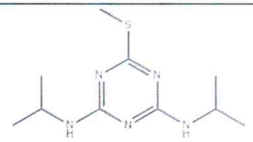
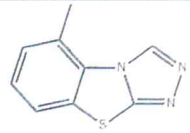
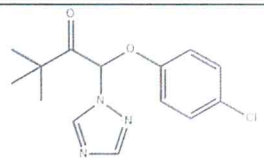
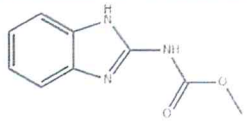
《分析测试中的数理统计与质量保证》（上海：华东化学院出版社，1991）

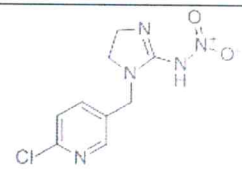
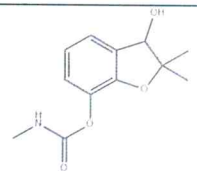
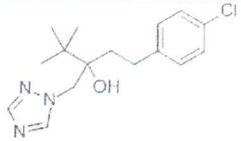
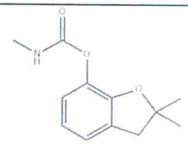
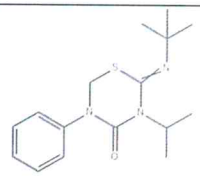
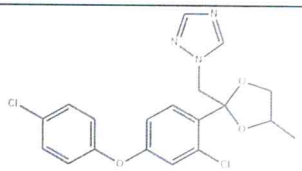
（三）主要技术内容

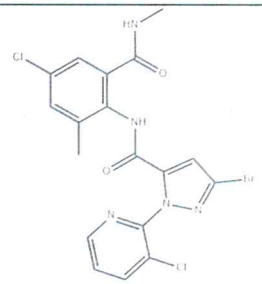
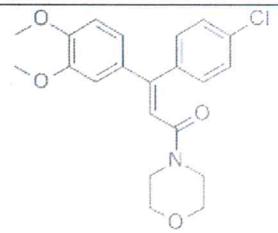
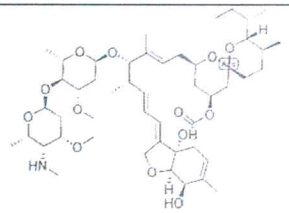
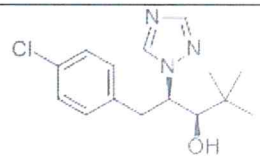
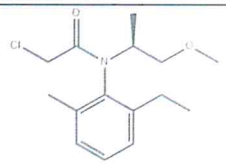
1、范围

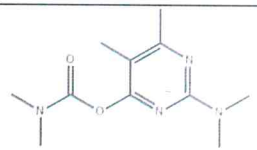
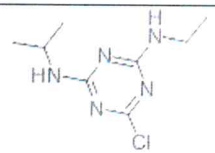
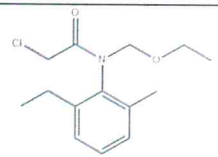
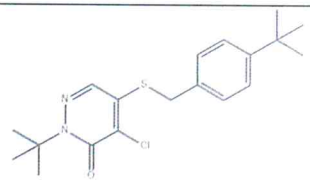
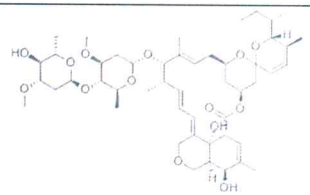
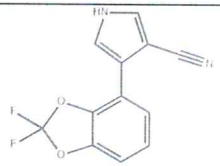
本文件适用于土壤中 27 种农药及其代谢物残留量的测定。化合物基本信息见表 1。

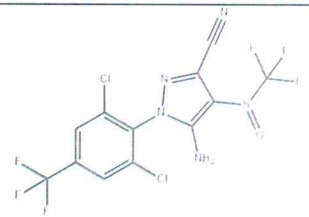
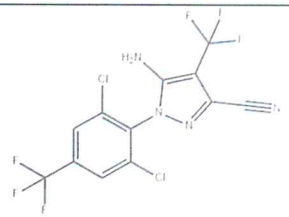
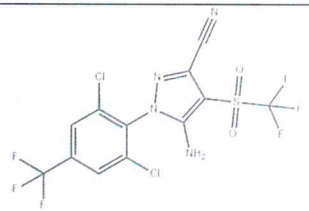
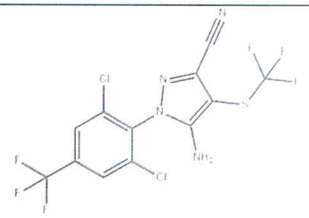
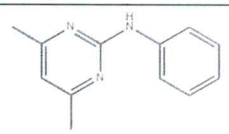
表 1　27 种农药及其代谢物基本信息

中文名称	英文名称	CAS	化学分子式	相对分子量	结构式
速灭威	Metolcarb	1129-41-5	$C_9H_{11}NO_2$	165.19	
扑草净	Prometryn	7287-19-6	$C_{10}H_{19}N_5S$	241.36	
三环唑	Tricyclazole	41814-78-2	$C_9H_7N_3S$	189.24	
三唑酮	Triadimefon	43121-43-3	$C_{14}H_{16}ClN_3O_2$	293.75	
多菌灵	Carbendazim	10605-21-7	$C_9H_9N_3O_2$	191.19	

吡虫啉	Imidacloprid	105827-78-9	$C_9H_{10}ClN_5O_2$	255.66	
3-羟基克百威	Carbofuran-3-hydroxy	16655-82-6	$C_{12}H_{15}NO_4$	237.25	
戊唑醇	Tebuconazole	107534-96-3	$C_{16}H_{22}ClN_3O$	307.82	
克百威	Carbofuran	1563-66-2	$C_{12}H_{15}NO_3$	221.25	
噻嗪酮	Buprofezin	69327-76-0	$C_{16}H_{23}N_3OS$	305.44	
苯醚甲环唑	Difenoconazole	119446-68-3	$C_{19}H_{17}Cl_2N_3O_3$	406.26	

氯虫苯甲酰胺	Chloantraniliprole	500008-45-7	$C_{18}H_{14}BrCl_2N_5O_2$	483.15	
烯酰吗啉	Dimethomorph	110488-70-5	$C_{21}H_{22}ClNO_4$	387.86	
甲氨基阿维菌素苯甲酸盐	Emamectin benzoate	137512-74-4	$C_{49}H_{77}NO_{13}$	888.13	
多效唑	Paclobutrazol	76738-62-0	$C_{15}H_{20}ClN_3O$	293.79	
精异丙甲草胺	(S)-Metolachlor	87392-12-9	$C_{15}H_{22}ClNO_2$	283.79	

抗蚜威	Pirimicarb	23103-98-2	$C_{11}H_{18}N_4O_2$	238.29	
莠去津	Atrazine	102029-43-6	$C_8H_{14}ClN_5$	215.68	
乙草胺	Acetochlor	34256-82-1	$C_{14}H_{20}ClNO_2$	269.77	
哒螨灵	Pyridaben	96489-71-3	$C_{19}H_{25}ClN_2OS$	364.93	
阿维菌素	Abamectin	71751-41-2	$C_{49}H_{74}O_{14}$	887.11	
咯菌腈	Fludioxonil	131341-86-1	$C_{12}H_6F_2N_2O_2$	248.18	

氟虫腈	Fipronil	120068-37-3	$C_{12}H_4Cl_2F_6N_4OS$	437.15	
氟甲腈	Fipronil-desulfinyl	205650-65-3	$C_{12}H_4Cl_2F_6N_4$	389.08	
氟虫腈砜	Fipronil-sulfone	120068-36-2	$C_{12}H_4Cl_2F_6N_4O_2S$	453.15	
氟虫腈亚砜	Fipronil-sulfide	120067-83-6	$C_{12}H_4Cl_2F_6N_4S$	421.15	
嘧霉胺	Pyrimethanil	53112-28-0	$C_{12}H_{13}N_3$	199.25	

本文件规定了土壤中27种农药及其代谢物残留量的液相色谱-串联质谱法测定的原理、试剂和材料、仪器、试样制备、分析步骤、结果计算、精密度及定量限。

2、规范性引用文件

本文件所使用的试剂和材料均有明确的纯度、型号等规定，其中对于一级水的要求，应能满足GB/T 6682《分析实验室用水规格和试验方法》的要求。

3、术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4、原理

试样经乙腈提取，提取液盐析离心后，取上清液，经分散固相萃取净化，液相色谱-串联质谱仪检测，外标法定量。

5、试剂和材料

（1）试剂

乙腈（CH_3CN，CAS号：75-05-8）：色谱纯。

甲醇（CH_3OH，CAS号：67-56-1）：色谱纯。

乙酸铵（CH_3COONH_4，CAS号：631-61-8）：优级纯。

氯化钠（NaCl，CAS号：7647-14-5）：分析纯。

无水硫酸镁（$MgSO_4$，CAS号：7487-88-9）：分析纯。

甲酸（HCOOH，CAS号：64-18-6）：色谱纯。

乙酸铵-甲酸水溶液（2 mmol/L）：称取0.154 g乙酸铵，用0.1 %甲酸水溶液溶解并稀释至1000 mL，摇匀。

（2）标准品及标准溶液

27 种农药及其代谢物标准品，纯度应不小于 96 %。

标准储备溶液(1000 mg/L):准确称取10 mg(精确至0.01 mg)各农药标准品，用甲醇溶解并分别定容至10 mL，以不高于-18 ℃的温度条件避光保存，有效期1年。

混合标准储备溶液（20 mg/L）：准确吸取1 mL标准储备溶液于50 mL容量瓶中，用甲醇定容至刻度，以不高于-18 ℃的温度条件避光保存，有效期6个月。

（3）材料

乙二胺-N-丙基硅烷化硅胶（PSA）：粒径40 μm～60 μm。

石墨化炭黑（GCB）：粒径40 μm～120 μm。

微孔滤膜（有机相）：0.22 μm。

6、仪器设备

液相色谱-串联质谱仪：配备电喷雾离子源（ESI）。

分析天平：感量0.01 mg和感量0.01 g。

冷冻干燥机。

恒温水浴振荡器（往复式）。

涡旋混合器。

超声波清洗器：超声功率500 W～700 W。

离心机：转速不低于5 000 r/min。

土壤筛：孔径2 mm。

7、试样制备

试验土样需取自0 cm～10 cm深的地表土，取样量至少1 kg，除去其中的异物（枝棒、叶片、石子、动植物残体等），碾碎后

混匀，用四分法留样至少 250 g。

降水、灌溉等因素均容易造成土壤含水量改变，并引起干/湿土壤中农药残留量的变化。为便于试验结果的统一表述和比较，最终残留量结果以干基计。因此，在试样制备中，考虑了风干、烘干和冻干三种不同的制备方法。风干方法效率相对较低，干燥所需时间长，一般在几天至半个月，以天气和湿度状况为准；烘干方法通常使用鼓风干燥箱，加热烘烤 6～8 h，较高的温度容易造成土壤微结构变化，体积膨胀，有机物（如部分农药）挥发甚至分解，造成假阴性结果；冻干是使用冷冻干燥机，在超低温条件下冻干水分，脱水后土样的微观结构不发生变化，不产生体积膨胀，重金属、挥发性和热敏性物质都能得到较好的保留，可用于对土壤中农药、重金属及其他有机物的检测，并且在封闭环境下不容易产生二次污染。

经调研，我省 2020 年之前发布实施的土壤农药残留检测标准中并未对土壤含水量进行规定，在 2020～2021 年发布实施的标准文件中使用的是风干方法。本次试样冻干技术的提出，是针对农药特性和稳定性提出的改进，在降低检测结果假阴性的同时，兼具时效性，并且土壤冷冻干燥机市场化的普及已能满足各检测机构的使用需求。

试验最终确定：将样品置于冷冻干燥机中，按照操作说明，设置冻干程序，进行冻干，通常 24 h 以内就可完成，然后过 2 mm 孔径的土壤筛。将筛过的细土装入洁净容器，密封避光，粘贴唯一性标识，于-18 ℃及以下条件保存。

8、分析步骤

（1）提取

在确定提取方法时，进行了提取液、提取方式两个方面的选择和优化。提取有机溶剂的选择为乙腈，乙腈是农药残留的国际通用提取溶剂，对大多数农药参数的提取效果均较好。在氯化钠的盐析作用下，水相和乙腈相可有效分离，去除乙腈层中的水及水溶性杂质，并增加各目标化合物在乙腈相中的分配比，能够很好地满足实验要求。提取方式主要比较了是否加水浸泡、是否超声提取、水浴振荡提取等方面。对比结果见表 2。

表 2　不同提取方式的对比结果

对比项目		对比结果
加水浸泡	不加水浸泡	回收率偏低，部分农药低于 60%，不能满足要求。
	加水浸泡	浸泡 1 h、2 h 时回收率均在 70%～110%，满足要求。
超声提取	不超声	回收率 70%～110%，可满足要求。
	超声提取	超声提取 10 min 时，基质均匀分散，少有结块抱团现象；个别农药回收率提高 3%以上。当时间延长至 30 min 时，回收率无明显提高。
水浴振荡提取	10min	温度平衡后提取时间不够充分。
	30min	回收率范围 70%～110%，精密度 RSD 范围 0.2%～6.4%，均符合要求。延长至 60 min，无明显提高。

综合考虑回收率和时间效率，最终确定以下提取方法：

称取 10 g 试样（精确至 0.01 g）于 50 mL 具塞刻度离心管中，加入 10 mL 水浸泡 1 h，加入 10.0 mL 乙腈，于 50 ℃水浴振荡器上振荡提取 30 min，于 50 ℃水浴超声提取 10 min，加入 5 g

氯化钠，剧烈振荡 1 min，4500 r/min 离心 5 min，待净化。

（2）净化

本部分试验的目标是确定最佳的分散固相萃取净化条件。提取液经分散固相萃取净化，是近年来得到广泛应用的一种用于农药残留检测的样品前处理净化技术，具有快速、简单、价廉、可靠、污染少等优点。试验表明，无水硫酸镁可将提取液中剩余水分进一步分离，PSA 能够有效去除提取液中的有机酸、糖类和色素等干扰物质，GCB 能够有效吸附深色提取液中的色素。

土壤样品提取液使用除水剂（130～150 mg/mL 无水硫酸镁）、净化剂（20～25 mg/mL PSA）处理后，多数澄清透明，有机酸、糖类和色素等干扰物质能得到较好的去除，可不使用 GCB 进行净化。考虑在实际检测工作中可能会遇到深色土壤（如黑土），提取液中的色素类干扰物质会增多，实验中对比了添加 2～2.5 mg/ml GCB 对实验回收率的影响，结果表明，在该 GCB 使用量下，各目标物的回收率仍在 70%～110%范围内，满足实验要求。

因此确定提取液净化方式如下：吸取上清液 5 mL 至内含 700 mg 无水硫酸镁、100 mg PSA 的刻度离心管中，若试样为黑土可另加入 12 mg GCB。涡旋混匀 1 min，4 000 r/min 离心 5 min，吸取上清液过微孔滤膜，待测定。

（3）液相色谱参考条件

色谱条件主要包括流动相的组成和色谱柱的选择。

考察常用流动相。A：乙酸铵水、乙酸铵水（含 0.1%甲酸），B：甲醇等组合条件下农药的色谱行为。发现在不含甲酸的条件

下，个别农药的离子化效率不佳，而当B相采用2 mmol/L乙酸铵-0.1%甲酸水溶液作为流动相时，保留时间适宜且所有目标化合物的质谱离子化的效果均较好。

考察不同规格的液相色谱柱。Shim-pack XR-ODSⅢ（1.6 μm，2.0 mmi.d.×75 mm）和Agilent Eclipse XDB-C18（3.5 μm，2.1×150 mm）。两种柱子均为C18填充材料，但内径和长度不同，在使用同一个液相色谱梯度洗脱程序时，均能获取较佳的峰形。经比较，Shim-pack XR-ODS色谱柱防拖尾效果好，峰型窄高，表现更佳。由于1.6 μm的色谱柱成本较高，3.5 μm的C18柱也是不错的选择。

本实验选择Shim-pack XR-ODSⅢ（1.6 μm，2.0 mmi.d.×75 mm）色谱柱为试验用柱，柱温40℃，流速0.2 ml/min，进样量1.0 μL。按照流动相A为2 mmol/L乙酸铵-0.1%甲酸水溶液，流动相B为甲醇，梯度洗脱程序见表3。

表3 流动相及其梯度条件（VA+VB）

时间/min	VA	VB
0.0	90	10
1.0	90	10
3.0	50	50
6.0	25	75
8.0	5	95
10.0	5	95
11.0	90	10

（4）质谱参考条件

三重四级杆串联质谱仪：使用电喷雾离子源（ESI），正离子和负离子同时扫描，加热模块 400 ℃，DL 管 250 ℃，碰撞气（氩气）压力 230 kPa，干燥气（氮气）流速 15 L/min，雾化气（氮气）3.0 L/min，正离子源接口电压 4.0 kV，负离子源接口电压-3.5 kV，多反应监测（MRM）：每种农药分别选择一对定量离子和定性离子，按照出峰顺序，分时段分别检测。

多反应监测（MRM）：在 m/z 50～1000 范围内，采用正/负离子全扫描，单针进样，通过质荷比和各化合物的相对分子质量确定目标化合物的前体离子。在子离子扫描模式下，对前体离子进行打碎扫描，找到 2 个响应值较强的子离子作为定量离子和定性离子。在多反应监测 MRM 模式下，以确定的母离子、定量子离子和定性子离子为基础，优化 Q1 电压、碰撞能和 Q3 电压。27 种农药及其代谢物的标准物质多反应监测色谱图见图 1。优化后的质谱参数见表 4。

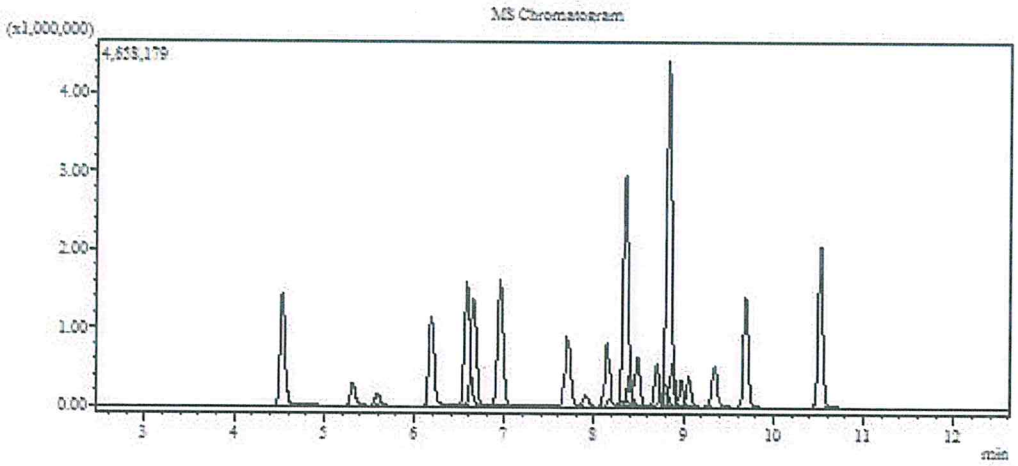


图 1　27 种农药及其代谢物的标准物质多反应监测色谱图

表 4　27 种农药及其代谢物测定的质谱参数

中文名称	保留时间 min	电离模式	定量离子对	碰撞能 /V	定性离子对	碰撞能 /V
速灭威	6.62	+	166.0/108.9	12	166.0/94.0	31
扑草净	8.32	+	241.8/157.9	25	241.8/200.0	18
三环唑	6.16	+	189.7/136.0	29	189.7/162.9	23
三唑酮	8.46	+	293.7/68.9	22	293.7/197.1	16
多菌灵	4.51	+	192.1/160.1	17	192.1/132.1	30
吡虫啉	5.30	+	256.1/175.1	18	256.1/209.1	15
3-羟基克百威	5.56	+	238.1/163.1	14	238.1/181.1	11
戊唑醇	9.04	+	308.1/70.0	35	308.1/124.9	39
克百威	6.92	+	222.1/165.1	12	222.1/123.1	22
噻嗪酮	9.69	+	306.0/116.2	18	306.0/106.3	29
苯醚甲环唑	9.32	+	406.0/251.0	28	406.0/110.9	55
氯虫苯甲酰胺	7.87	+	484.0/453.1	18	484.0/286.1	16
烯酰吗啉	8.37	+	388.2/301.1	21	388.2/165.1	34
甲氨基阿维菌素苯甲酸盐	8.35	+	886.7/158.1	40	886.7/126.1	47
多效唑	8.37	+	294.1/70.0	21	294.1/125.0	40
精异丙甲草胺	8.81	+	283.7/252.1	18	283.7/176.1	26
抗蚜威	6.55	+	239.1/72.1	24	239.1/182.1	15
莠去津	7.67	+	215.7/174.1	18	215.7/96.1	25

中文名称	保留时间 min	电离模式	定量离子对	碰撞能 /V	定性离子对	碰撞能 /V
乙草胺	8.79	+	269.9/224.1	9	269.9/148.1	21
哒螨灵	10.51	+	365.2/309.1	13	365.2/147.1	25
阿维菌素	10.60	+	891.3/305.2	26	891.3/567.3	15
咯菌腈	8.29	-	246.7/179.8	-27	246.7/125.9	-33
氟虫腈	8.79	-	434.8/329.8	-16	434.8/249.9	-27
氟甲腈	8.68	-	386.6/350.9	-13	386.6/281.9	-31
氟虫腈砜	8.96	-	450.4/414.9	-16	450.4/281.9	-27
氟虫腈亚砜	8.86	-	418.5/261.9	-28	418.5/382.9	-13
嘧霉胺	8.12	+	200.1/107.0	25	200.1/168.1	29

注：“+”和“–”分别指正、负离子模式。

（5）基质匹配标准工作曲线

在确定仪器检测方法之后，首先进行了空白试验：除不加试样外，采用完全相同的测定步骤进行平行操作，得到空白基质提取液，确认各操作步骤没有形成干扰定量的因素。

准确吸取一定量的 20 mg/L 混合标准储备溶液，用空白基质提取液逐级稀释成质量浓度为 0.005 mg/L、0.01 mg/L、0.05 mg/L、0.1 mg/L、0.5 mg/L 的系列基质匹配标准工作溶液，供 LC-MS/MS 测定。以测得定量离子峰面积为纵坐标、对应的基质匹配标准工作溶液质量浓度为横坐标，绘制基质匹配标准工作曲线，方法的线性范围、回归方程和相关系数见表 5。

表 5　27 种农药及其代谢物线性范围、回归方程、相关系数

农药	线性范围 mg/L	回归方程	相关系数
速灭威	0.005 ~ 0.5	$Y=3.98\times10^{7}X+46186$	r=0.9999
扑草净	0.005 ~ 0.5	$Y=5.97\times10^{7}X+89434$	r=0.9999
三环唑	0.005 ~ 0.5	$Y=1.58\times10^{7}X+38268$	r=0.9999
三唑酮	0.005 ~ 0.5	$Y=1.22\times10^{7}X+9903$	r=0.9999
多菌灵	0.005 ~ 0.5	$Y=4.46\times10^{7}X+113250$	r=0.9999
吡虫啉	0.005 ~ 0.5	$Y=5.70\times10^{6}X+8180$	r=0.9999
3-羟基克百威	0.005 ~ 0.5	$Y=3.59\times10^{6}X+8454$	r=0.9999
戊唑醇	0.005 ~ 0.5	$Y=1.23\times10^{7}X+33107$	r=0.9999
克百威	0.005 ~ 0.5	$Y=3.22\times10^{7}X+62301$	r=0.9999
噻嗪酮	0.005 ~ 0.5	$Y=3.09\times10^{7}X+69568$	r=0.9999
苯醚甲环唑	0.005 ~ 0.5	$Y=1.67\times10^{7}X+18761$	r=0.9999
氯虫苯甲酰胺	0.005 ~ 0.5	$Y=3.15\times10^{6}X+3481$	r=0.9999
烯酰吗啉	0.005 ~ 0.5	$Y=5.53\times10^{6}X+11911$	r=0.9999
甲氨基阿维菌素苯甲酸盐	0.005 ~ 0.5	$Y=3.21\times10^{6}X-7868$	r=0.9999
多效唑	0.005 ~ 0.5	$Y=1.34\times10^{7}X+38790$	r=0.9999
精异丙甲草胺	0.005 ~ 0.5	$Y=1.18\times10^{8}X+331031$	r=0.9999
抗蚜威	0.005 ~ 0.5	$Y=5.10\times10^{7}X+71490$	r=0.9999
莠去津	0.005 ~ 0.5	$Y=1.95\times10^{7}X+38684$	r=0.9999
乙草胺	0.005 ~ 0.5	$Y=6.36\times10^{6}X+23568$	r=0.9998
哒螨灵	0.005 ~ 0.5	$Y=2.78\times10^{7}X+57950$	r=0.9999

农药	线性范围 mg/L	回归方程	相关系数
阿维菌素	0.005 ~ 0.5	$Y=2.43\times10^{5}X-278$	r=0.9999
咯菌腈	0.005 ~ 0.5	$Y=1.11\times10^{6}X-104$	r=0.9999
氟虫腈	0.005 ~ 0.5	$Y=5.07\times10^{6}X-4754$	r=0.9999
氟甲腈	0.005 ~ 0.5	$Y=1.75\times10^{7}X+25098$	r=0.9999
氟虫腈砜	0.005 ~ 0.5	$Y=5.32\times10^{6}X+10848$	r=0.9999
氟虫腈亚砜	0.005 ~ 0.5	$Y=8.53\times10^{6}X+14155$	r=0.9999
嘧霉胺	0.005 ~ 0.5	$Y=2.48\times10^{7}X+63637$	r=0.9999

（6）定性及定量

本方法采用外标法定量，采用保留时间、离子对及丰度比进行定性。保留时间：被测试样中目标化合物色谱峰的保留时间与相应标准色谱峰的保留时间相比较，相对误差应在±2.5%之内。离子丰度比：在相同实验条件下进行样品测定时，如果检出色谱峰的保留时间与标准样品相一致，并且在扣除背景后的样品质谱图中，目标化合物选择的子离子均出现，而且同一检测批次，对同一化合物，样品中目标化合物的离子丰度比与质量浓度相当的基质标准溶液相比，其允许偏差不超过表 6 规定的范围，则可判断样品中存在目标化合物。本方法中标准物质多反应监测质量色谱图参见图 2。

表 6　定性时离子丰度比的最大允许偏差

单位为百分号

离子丰度比	＞50	＞20 ~ 50	＞10 ~ 20	≤10
允许相对偏差	±20	±25	±30	±50

图 2　27 种农药及其代谢物多反应监测（MRM）质量色谱图

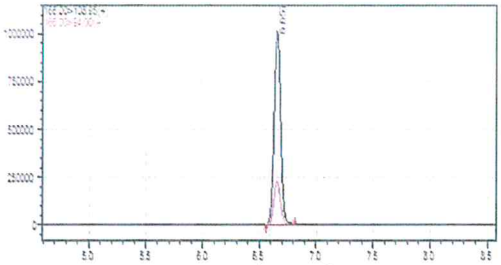


图2.1　速灭威

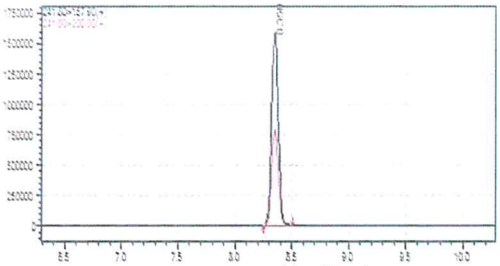


图2.2　扑草净

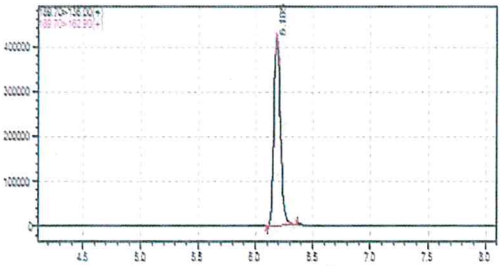


图2.3　三环唑

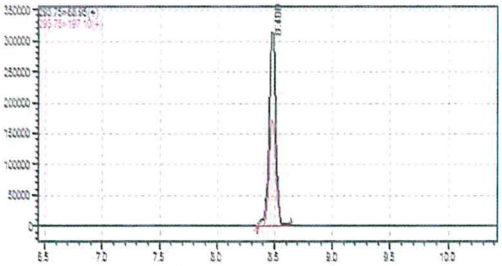


图2.4　三唑酮

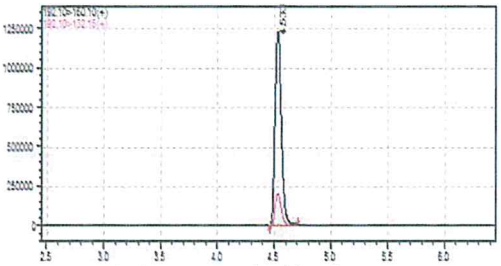


图2.5　多菌灵

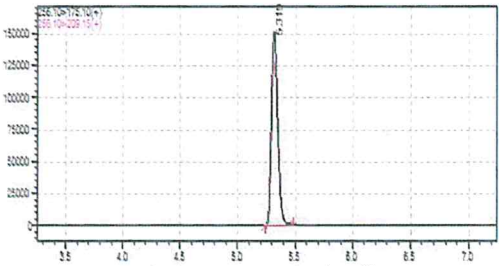


图2.6　吡虫啉

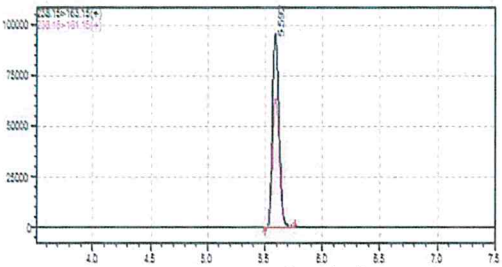


图2.7　3-羟基克百威

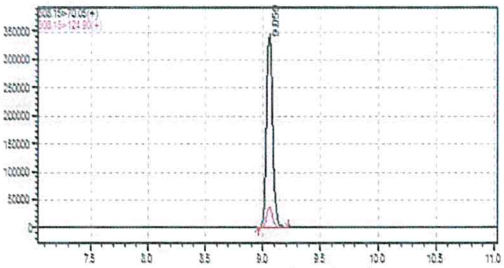


图2.8　戊唑醇

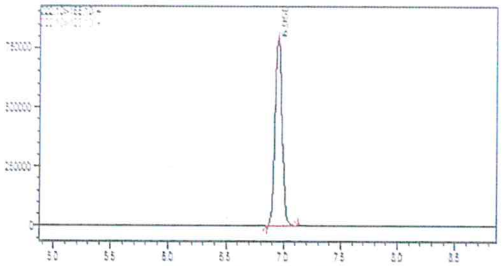


图2.9　克百威

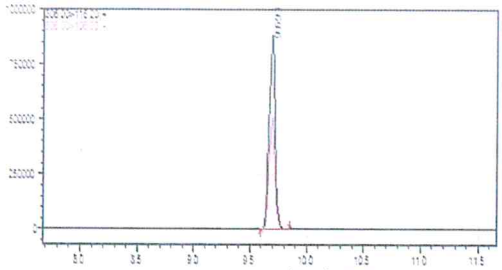


图2.10　噻嗪酮

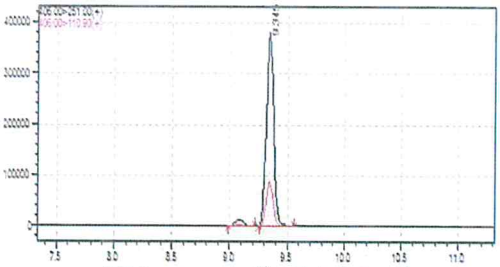


图2.11　苯醚甲环唑

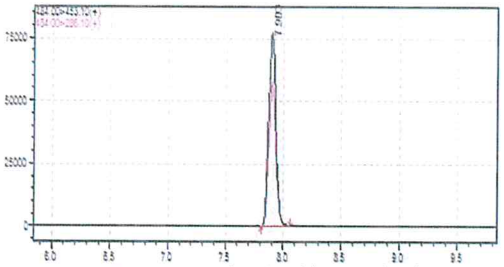


图2.12　氯虫苯甲酰胺

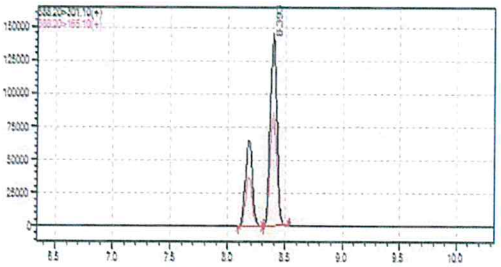


图2.13　烯酰吗啉

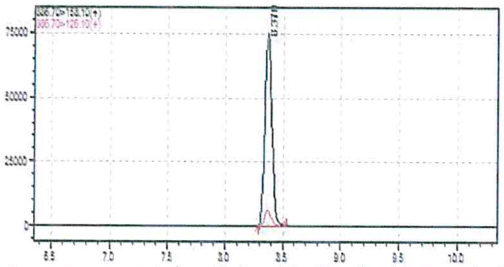


图2.14　甲氨基阿维菌素苯甲酸盐

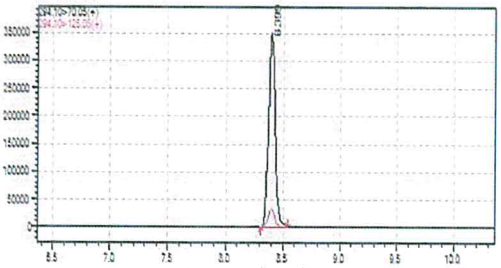


图2.15　多效唑

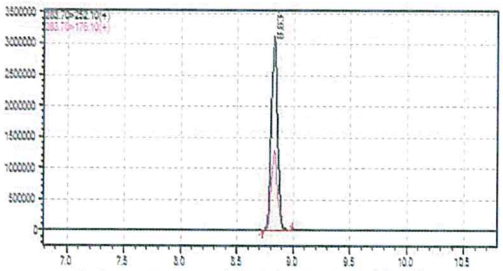


图2.16　精异丙甲草胺

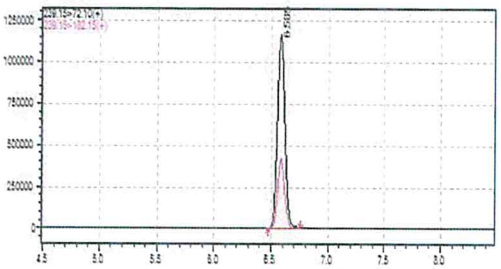


图2.17　抗蚜威

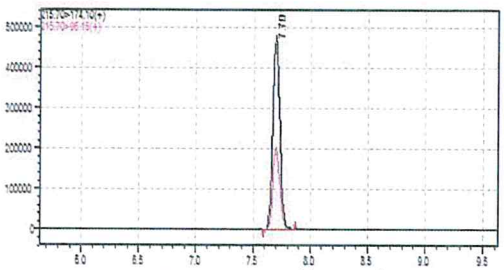


图2.18　莠去津

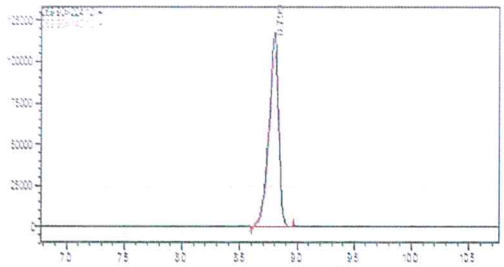


图2.19　乙草胺

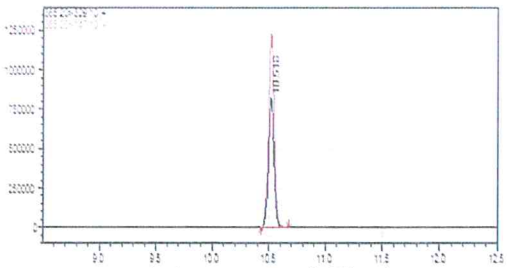


图2.20　哒螨灵

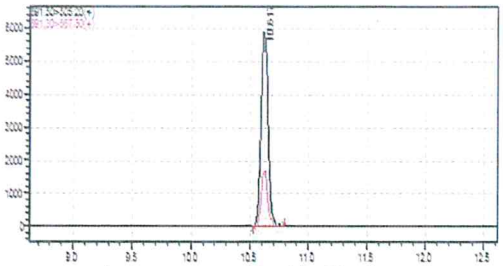


图2.21　阿维菌素

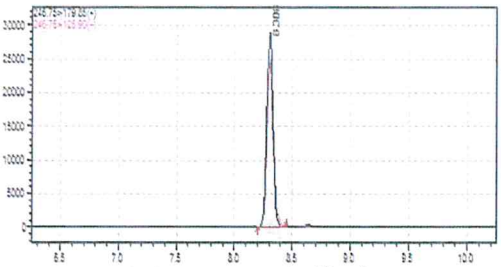


图2.22　咯菌腈

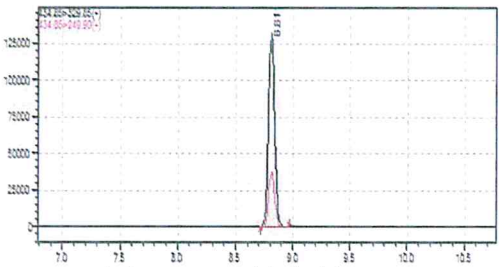


图2.23　氟虫腈

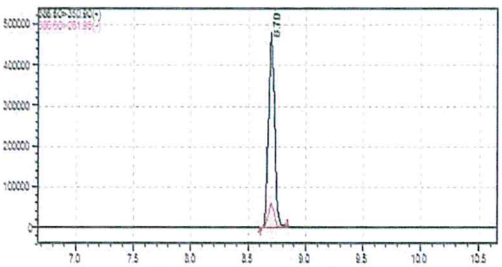


图2.24　氟甲腈

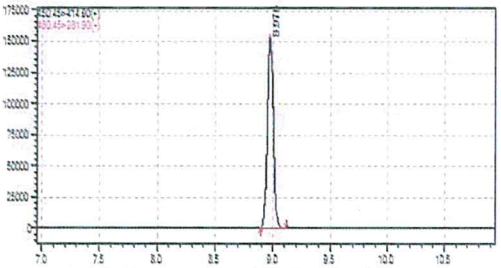


图2.25　氟虫腈砜

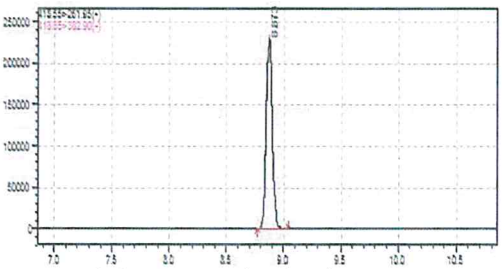


图2.26　氟虫腈亚砜

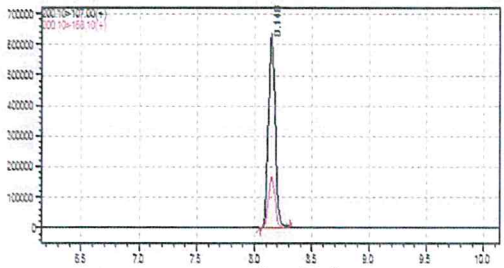


图2.27　嘧霉胺

9、结果计算

将基质匹配标准工作溶液和试样溶液依次注入液相色谱-串联质谱仪中，以保留时间和离子丰度比定性，测得定量离子质量色谱图峰面积。待测样液中目标化合物的响应值应在仪器检测的定量测定线性范围之内，否则应使用空白基质提取液将其按照一定倍数稀释至线性范围内，再进行分析。试样中待测物的残留量，按以下公式计算：

$$\omega=\frac{n\rho\times V}{\mathrm{m}}$$

式中：

ω—试样中待测物残留量数值，mg/kg;

ρ—从标准工作曲线中得到的待测物质量浓度数值，mg/L;

V—提取液体积的数值，mL;

m—试样质量的数值，g;

n—超出线性范围时，使用空白基质提取液稀释的倍数。

计算结果以重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的算术平均值表示，保留 2 位有效数字，含量超过 1 mg/kg 时，保留 3 位有效数字。

10、定量限

方法的定量限（LOQ）依据添加回收试验进行确定。

根据本方法的仪器灵敏度和线性范围，向空白土壤样品中分别添加 0.005、0.05 和 0.5 mg/kg 三个水平的目标化合物，每个添加浓度进行 5 次重复。添加回收数据见表 7。

根据添加回收试验结果，当添加浓度为 0.005 mg/kg 时，27 种农药及其代谢物回收率为 85.2%～106.5%,RSD 为 1.1%～6.4%，均在要求范围之内，因此，确定本方法 LOQ 为 0.005 mg/kg。

表 7　27 种农药及其代谢物在土壤中的添加回收结果

化合物	添加水平 mg/kg	回收率%					平均回收率%	RSD %
		1	2	3	4	5		
速灭威	0.005	93.8	90.3	85.9	85.0	88.3	88.7	4.0
	0.05	88.4	95.0	90.7	89.8	92.1	91.2	2.8
	0.5	94.2	93.8	93.7	94.3	93.1	93.8	0.5
扑草净	0.005	93.4	87.1	88.6	93.0	87.0	89.8	3.5
	0.05	97.0	95.0	93.4	95.1	96.2	95.3	1.4
	0.5	97.9	101.5	100.3	102.5	100.2	100.5	1.7
三环唑	0.005	93.6	88.5	87.6	85.6	85.9	88.2	3.6
	0.05	86.6	86.6	88.8	89.4	88.7	88.0	1.5
	0.5	90.0	91.6	90.9	91.2	93.7	91.5	1.5
三唑酮	0.005	86.9	92.3	87.2	86.7	88.5	88.3	2.6
	0.05	91.2	92.4	95.6	95.9	88.5	92.7	3.3
	0.5	93.7	93.3	96.7	95.6	97.1	95.3	1.8
多菌灵	0.005	98.1	95.9	95.2	97.3	95.5	96.4	1.3
	0.05	99.1	99.7	100.2	100.7	101.2	100.2	0.8
	0.5	93.3	93.4	94.1	95.8	95.2	94.4	1.1
吡虫啉	0.005	92.3	96.5	90.4	99.2	98.8	95.5	4.1
	0.05	97.6	97.1	100.1	95.9	100.5	98.2	2.0
	0.5	95.6	95.9	96.0	95.8	96.0	95.9	0.2

化合物	添加水平 mg/kg	回收率%					平均回收率%	RSD %
		1	2	3	4	5		
3-羟基克百威	0.005	91.1	84.9	86.1	89.5	82.9	86.9	3.9
	0.05	89.7	90.9	89.9	91.9	89.5	90.4	1.1
	0.5	93.5	93.8	93.0	93.6	93.9	93.6	0.4
戊唑醇	0.005	107.3	103.8	110.0	105.5	105.5	106.4	2.2
	0.05	98.6	100.3	102.2	100.5	99.9	100.3	1.3
	0.5	94.4	93.7	96.9	94.6	95.6	95.1	1.3
克百威	0.005	86.2	92.9	91.8	89.2	87.4	89.5	3.2
	0.05	96.0	93.4	88.9	93.9	97.0	93.8	3.3
	0.5	96.5	99.0	99.3	99.2	100.3	98.9	1.4
噻嗪酮	0.005	99.0	96.7	97.5	99.1	97.2	97.9	1.1
	0.05	94.8	91.8	95.0	90.0	92.9	92.9	2.3
	0.5	94.3	93.4	95.7	94.2	97.3	95.0	1.6
苯醚甲环唑	0.005	95.2	83.5	90.2	86.9	91.4	89.5	5.0
	0.05	96.6	94.1	91.6	97.3	96.3	95.2	2.4
	0.5	99.1	100.8	103.0	103.7	99.4	101.2	2.0
氯虫苯甲酰胺	0.005	96.9	93.3	92.7	95.3	91.4	93.9	2.3
	0.05	92.6	92.5	93.3	92.6	96.8	93.6	2.0
	0.5	100.0	102.5	100.0	101.9	100.4	101.0	1.2
烯酰吗啉	0.005	107.5	104.5	108.1	108.7	103.5	106.5	2.2
	0.05	98.5	101.1	101.7	101.7	96.7	99.9	2.2
	0.5	100.1	99.2	100.0	100.4	102.3	100.4	1.2

化合物	添加水平 mg/kg	回收率%					平均回收率%	RSD %
		1	2	3	4	5		
甲氨基阿维菌素苯甲酸盐	0.005	101.3	104.6	103.8	108.4	99.3	103.5	3.3
	0.05	103.1	102.5	105.1	108.7	104.5	104.8	2.3
	0.5	100.8	101.6	101.7	103.3	102.7	102.0	0.9
多效唑	0.005	100.4	96.4	104.5	98.2	105.4	101.0	3.8
	0.05	93.0	93.0	96.2	96.3	99.2	95.5	2.7
	0.5	98.1	100.4	96.3	97.9	99.8	98.5	1.7
精异丙甲草胺	0.005	85.2	88.6	82.9	83.1	86.2	85.2	2.8
	0.05	90.8	88.7	89.9	86.4	87.7	88.7	1.9
	0.5	93.1	93.2	90.6	92.0	93.8	92.5	1.4
抗蚜威	0.005	84.8	84.6	83.1	89.7	87.6	85.9	3.1
	0.05	90.4	92.5	91.6	91.4	91.5	91.5	0.8
	0.5	97.9	98.5	97.0	98.5	98.2	98.0	0.6
莠去津	0.005	96.6	87.1	84.7	85.6	90.5	88.9	5.5
	0.05	89.0	87.8	86.1	89.6	86.3	87.8	1.8
	0.5	93.2	94.9	94.3	92.5	96.4	94.2	1.6
乙草胺	0.005	103.7	107.0	101.3	100.1	105.5	103.5	2.8
	0.05	91.0	92.7	93.4	88.4	88.4	90.8	2.6
	0.5	96.3	97.1	94.9	95.8	94.5	95.7	1.1
哒螨灵	0.005	95.9	100.0	102.1	92.3	99.4	98.0	3.9
	0.05	98.0	99.7	99.9	95.1	92.9	97.1	3.1
	0.5	91.3	89.6	90.5	94.9	91.4	91.5	2.2

化合物	添加水平 mg/kg	回收率%					平均回收率%	RSD %
		1	2	3	4	5		
阿维菌素	0.005	89.8	83.0	84.4	89.8	84.5	86.3	3.7
	0.05	91.1	97.0	91.2	96.8	90.9	93.4	3.4
	0.5	100.3	97.2	97.1	96.1	99.1	98.0	1.7
咯菌腈	0.005	105.2	101.0	104.0	107.7	107.6	105.1	2.6
	0.05	101.4	96.7	93.7	100.3	92.6	96.9	4.0
	0.5	95.6	98.4	99.1	101.4	100.9	99.1	2.4
氟虫腈	0.005	102.5	106.7	109.6	103.0	108.1	106.0	2.9
	0.05	105.3	104.2	106.0	101.6	106.1	104.6	1.8
	0.5	107.2	102.6	105.5	106.8	105.9	105.6	1.7
氟甲腈	0.005	95.7	88.0	85.6	90.8	87.1	89.4	4.4
	0.05	95.1	99.7	99.0	96.4	96.4	97.3	2.0
	0.5	96.2	98.7	96.2	101.1	96.3	97.7	2.2
氟虫腈砜	0.005	95.6	98.7	91.1	99.8	92.5	95.5	3.9
	0.05	89.2	90.4	89.1	86.8	86.5	88.4	1.9
	0.5	87.3	87.9	89.3	89.3	87.1	88.2	1.2
氟虫腈亚砜	0.005	101.1	91.1	93.0	102.0	88.4	95.1	6.4
	0.05	103.0	102.3	106.4	105.4	107.3	104.9	2.1
	0.5	105.5	105.2	107.0	103.3	105.9	105.4	1.3
嘧霉胺	0.005	101.4	96.6	98.0	102.6	99.3	99.6	2.5
	0.05	90.6	93.7	90.1	91.6	91.8	91.5	1.6
	0.5	102.3	103.4	103.7	104.0	103.1	103.3	0.6

11、精密度

方法的精密度包括两方面，一是重复性，二是再现性。按照GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度第2部分确定标准测量方法重复性与再现性》的基本方法，我们进行了五个不同实验室间重复性和再现性的测定，计算了重复性相对标准偏差、再现性相对标准偏差、重复性限（r）及再现性限（R）。五个实验室间比对时，随机取当地主要类型的土壤进行添加回收试验，允许使用粘土、壤土、沙土等各地不同的土壤类型，检测结果见表11。重复性限和再现性限统计结果见表12。

表8　重复性相对标准偏差符合性要求

被测组分含量 mg/kg	精密度 %
≤0.001	≤36
>0.001≤0.01	≤32
>0.01≤0.1	≤22
>0.1≤1	≤18
>1	≤14

表9　再现性相对标准偏差符合性要求

被测组分含量 mg/kg	精密度 %
≤0.001	≤54
>0.001≤0.01	≤46
>0.01≤0.1	≤34
>0.1≤1	≤25
>1	≤19

本方法中27种农药及其代谢物在0.005、0.05和0.5 mg/kg三个水平添加下的重复性相对标准偏差和再现性相对标准偏差均满足表8和表9规定的符合性要求。

12、方法验证

根据农业部公告2386号《农药残留检测方法国家标准指南》关于检测方法验证工作的要求，确定在表10中五家有资质的单位开展方法验证，确定验证时间，并在方法验证前，对参加验证的试验单位说明要求，以及提供标准草案。验证单位按照验证方案准备试验样品，准备试剂、耗材、仪器设备，进行样品前处理及仪器分析。结果应包括：绘制标准曲线，确认线性范围；进行添加回收试验，计算回收率和RSD，确认正确度、精密度和定量限。验证通过后，填写我单位提供的验证报告表格，并盖章后反馈，用于统计分析。

五家单位的方法验证报告，见附件。

表10　参加比对试验的实验室名称及编号

序号i	实验室名称
1	青岛中一监测有限公司
2	山东同济测试科技股份有限公司
3	中维安全检测认证集团有限公司
4	青岛谱尼测试有限公司
5	农业农村部果品及苗木质量监督检验测试中心（烟台）

表 11　27 种农药及其代谢物实验室间重复性及再现性测定结果

组分	实验室 i	含量 mg/kg	测定值/mg/kg					平均值	S^2
速灭威	1	0.005	0.00456	0.00475	0.00468	0.00426	0.00462	0.0046	3.58E-08
	2		0.00544	0.00548	0.00567	0.00504	0.00529	0.0054	5.53E-08
	3		0.00406	0.00439	0.00442	0.00428	0.00434	0.0043	2.05E-08
	4		0.00533	0.00524	0.00508	0.00488	0.00507	0.0051	3.01E-08
	5		0.00469	0.00452	0.00429	0.00425	0.00442	0.0044	3.16E-08
	1	0.05	0.0468	0.0472	0.0466	0.0481	0.0453	0.047	1.04E-06
	2		0.0465	0.0436	0.0474	0.0493	0.0452	0.046	4.68E-06
	3		0.0524	0.0546	0.0503	0.0531	0.0528	0.053	2.40E-06
	4		0.0466	0.0482	0.0459	0.0467	0.0472	0.047	7.27E-07
	5		0.0442	0.0475	0.0453	0.0449	0.0460	0.046	1.58E-06
	1	0.5	0.482	0.447	0.462	0.438	0.449	0.46	2.91E-04
	2		0.465	0.437	0.485	0.466	0.477	0.47	3.31E-04
	3		0.486	0.475	0.522	0.506	0.491	0.50	3.36E-04
	4		0.496	0.504	0.485	0.511	0.477	0.49	1.90E-04
	5		0.471	0.469	0.469	0.472	0.466	0.47	5.41E-06
扑草净	1	0.005	0.00485	0.00438	0.00452	0.00471	0.00460	0.0046	3.22E-08
	2		0.00426	0.00437	0.00446	0.00466	0.00429	0.0044	2.59E-08
	3		0.00556	0.00564	0.00529	0.00544	0.00536	0.0055	2.04E-08
	4		0.00419	0.00433	0.00424	0.00439	0.00421	0.0043	7.22E-09
	5		0.00467	0.00436	0.00443	0.00465	0.00435	0.0045	2.49E-08
	1	0.05	0.0475	0.0468	0.0460	0.0472	0.0485	0.047	8.45E-07
	2		0.0468	0.0472	0.0474	0.0488	0.0462	0.047	9.32E-07
	3		0.0488	0.0522	0.0537	0.0498	0.0552	0.052	7.06E-06
	4		0.0478	0.0469	0.0455	0.0460	0.0482	0.047	1.32E-06
	5		0.0485	0.0475	0.0467	0.0476	0.0481	0.048	4.76E-07
	1	0.5	0.483	0.502	0.476	0.504	0.491	0.49	1.45E-04
	2		0.506	0.488	0.492	0.522	0.513	0.50	2.02E-04
	3		0.483	0.476	0.504	0.518	0.487	0.49	2.92E-04
	4		0.515	0.486	0.523	0.507	0.504	0.51	1.93E-04
	5		0.489	0.507	0.502	0.513	0.501	0.50	7.56E-05

组分	实验室 i	含量 mg/kg	测定值/mg/kg					平均值	S^2
三环唑	1	0.005	0.00475	0.00468	0.00459	0.00483	0.00462	0.0047	9.53E-09
	2		0.00462	0.00428	0.00453	0.00467	0.00439	0.0045	2.62E-08
	3		0.00427	0.00452	0.00434	0.00446	0.00433	0.0044	1.05E-08
	4		0.00447	0.00455	0.00462	0.00473	0.00468	0.0046	1.07E-08
	5		0.00468	0.00442	0.00438	0.00428	0.00430	0.0044	2.59E-08
	1	0.05	0.0435	0.0451	0.0443	0.0426	0.0455	0.044	1.39E-06
	2		0.0465	0.0482	0.0477	0.0469	0.0457	0.047	9.70E-07
	3		0.0466	0.0482	0.0478	0.0469	0.0488	0.048	8.28E-07
	4		0.0476	0.0504	0.0521	0.0488	0.0507	0.050	3.06E-06
	5		0.0433	0.0433	0.0444	0.0447	0.0444	0.044	4.30E-07
	1	0.5	0.472	0.468	0.450	0.451	0.469	0.46	1.11E-04
	2		0.514	0.506	0.488	0.494	0.487	0.50	1.39E-04
	3		0.516	0.488	0.495	0.503	0.481	0.50	1.84E-04
	4		0.503	0.481	0.491	0.488	0.474	0.49	1.19E-04
	5		0.450	0.458	0.454	0.456	0.469	0.46	4.78E-05
三唑酮	1	0.005	0.00442	0.00450	0.00448	0.00472	0.00429	0.0045	2.44E-08
	2		0.00468	0.00449	0.00470	0.00464	0.00459	0.0046	7.05E-09
	3		0.00446	0.00458	0.00467	0.00474	0.00465	0.0046	1.13E-08
	4		0.00516	0.00493	0.00475	0.00481	0.00488	0.0049	2.48E-08
	5		0.00435	0.00461	0.00436	0.00433	0.00442	0.0044	1.36E-08
	1	0.05	0.0448	0.0462	0.0478	0.0479	0.0443	0.046	2.84E-06
	2		0.0463	0.0456	0.0475	0.0469	0.0481	0.047	9.62E-07
	3		0.0463	0.0481	0.0452	0.0469	0.0475	0.047	1.25E-06
	4		0.0452	0.0439	0.0447	0.0469	0.0470	0.046	1.87E-06
	5		0.0456	0.0462	0.0478	0.0479	0.0443	0.046	2.41E-06
	1	0.5	0.475	0.465	0.483	0.477	0.482	0.48	5.18E-05
	2		0.482	0.479	0.474	0.495	0.480	0.48	6.15E-05
	3		0.484	0.495	0.506	0.488	0.510	0.50	1.26E-04
	4		0.503	0.494	0.487	0.509	0.492	0.50	7.85E-05
	5		0.469	0.467	0.483	0.478	0.485	0.48	7.17E-05

组分	实验室i	含量mg/kg	测定值/mg/kg					平均值	S^2
多菌灵	1	0.005	0.00432	0.00485	0.00426	0.00419	0.00451	0.0044	7.03E-08
	2		0.00444	0.00453	0.00429	0.00434	0.00425	0.0044	1.31E-08
	3		0.00426	0.00455	0.00481	0.00447	0.00434	0.0045	4.54E-08
	4		0.00483	0.00454	0.00470	0.00449	0.00468	0.0046	1.84E-08
	5		0.00490	0.00479	0.00476	0.00487	0.00477	0.0048	3.90E-09
	1	0.05	0.0475	0.0460	0.0482	0.0476	0.0466	0.047	7.62E-07
	2		0.0486	0.0462	0.0477	0.0480	0.0476	0.048	7.82E-07
	3		0.0462	0.0457	0.0455	0.0471	0.0466	0.046	4.27E-07
	4		0.0455	0.0462	0.0447	0.0459	0.0435	0.045	1.18E-06
	5		0.0496	0.0499	0.0501	0.0504	0.0506	0.050	1.66E-07
	1	0.5	0.472	0.477	0.468	0.484	0.464	0.47	6.10E-05
	2		0.506	0.514	0.486	0.497	0.490	0.50	1.32E-04
	3		0.482	0.495	0.479	0.501	0.494	0.49	8.67E-05
	4		0.527	0.533	0.514	0.519	0.529	0.52	5.98E-05
	5		0.467	0.467	0.470	0.479	0.476	0.47	2.93E-05
吡虫啉	1	0.005	0.00435	0.00452	0.00442	0.00418	0.00461	0.0044	2.71E-08
	2		0.00461	0.00455	0.00429	0.00437	0.00465	0.0045	2.45E-08
	3		0.00427	0.00453	0.00445	0.00422	0.00439	0.0044	1.62E-08
	4		0.00479	0.00465	0.00484	0.00460	0.00452	0.0047	1.77E-08
	5		0.00462	0.00483	0.00452	0.00496	0.00494	0.0048	3.88E-08
	1	0.05	0.0488	0.0472	0.0501	0.0490	0.0477	0.049	1.30E-06
	2		0.0466	0.0463	0.0485	0.0472	0.0474	0.047	7.25E-07
	3		0.0460	0.0484	0.0477	0.0488	0.0459	0.047	1.81E-06
	4		0.0471	0.0451	0.0488	0.0466	0.0474	0.047	1.80E-06
	5		0.0488	0.0486	0.0500	0.0480	0.0502	0.049	9.64E-07
	1	0.5	0.473	0.469	0.482	0.493	0.474	0.48	9.07E-05
	2		0.492	0.487	0.485	0.490	0.477	0.49	3.37E-05
	3		0.481	0.465	0.502	0.524	0.494	0.49	4.93E-04
	4		0.517	0.504	0.488	0.495	0.508	0.50	1.27E-04
	5		0.478	0.479	0.480	0.479	0.480	0.48	5.44E-07

组分	实验室i	含量mg/kg	测定值/mg/kg					平均值	S^2
3-羟基克百威	1	0.005	0.00426	0.00443	0.00436	0.00452	0.00428	0.0044	1.16E-08
	2		0.00425	0.00433	0.00436	0.00441	0.00457	0.0044	1.42E-08
	3		0.00544	0.00509	0.00538	0.00527	0.00546	0.0053	2.32E-08
	4		0.00473	0.00498	0.00464	0.00507	0.00488	0.0049	3.11E-08
	5		0.00456	0.00424	0.00431	0.00448	0.00414	0.0043	2.85E-08
	1	0.05	0.0466	0.0470	0.0459	0.0464	0.0432	0.046	2.30E-06
	2		0.0465	0.0474	0.0458	0.0469	0.0469	0.047	3.55E-07
	3		0.0465	0.0489	0.0476	0.0451	0.0471	0.047	1.96E-06
	4		0.0466	0.0454	0.0447	0.0451	0.0496	0.046	3.95E-06
	5		0.0448	0.0455	0.0450	0.0459	0.0448	0.045	2.47E-07
	1	0.5	0.458	0.463	0.470	0.463	0.457	0.46	2.67E-05
	2		0.455	0.472	0.466	0.459	0.474	0.47	6.67E-05
	3		0.468	0.469	0.465	0.468	0.470	0.47	2.87E-06
	4		0.508	0.491	0.489	0.496	0.475	0.49	1.43E-04
	5		0.468	0.469	0.465	0.468	0.470	0.47	2.87E-06
戊唑醇	1	0.005	0.00503	0.00498	0.00510	0.00488	0.00516	0.0050	1.17E-08
	2		0.00526	0.00492	0.00512	0.00504	0.00522	0.0051	1.89E-08
	3		0.00536	0.00479	0.00505	0.00517	0.00483	0.0050	5.65E-08
	4		0.00437	0.00466	0.00449	0.00451	0.00467	0.0045	1.59E-08
	5		0.00536	0.00519	0.00550	0.00527	0.00528	0.0053	1.35E-08
	1	0.05	0.0488	0.0476	0.0482	0.0492	0.0472	0.048	6.80E-07
	2		0.0488	0.0469	0.0467	0.0481	0.0475	0.048	7.50E-07
	3		0.0514	0.0476	0.0469	0.0503	0.0482	0.049	3.60E-06
	4		0.0458	0.0462	0.0447	0.0482	0.0475	0.046	1.93E-06
	5		0.0493	0.0501	0.0511	0.0503	0.0499	0.050	4.40E-07
	1	0.5	0.496	0.503	0.512	0.509	0.515	0.51	5.75E-05
	2		0.502	0.486	0.497	0.495	0.500	0.50	3.85E-05
	3		0.508	0.503	0.488	0.491	0.472	0.49	1.98E-04
	4		0.533	0.529	0.526	0.514	0.507	0.52	1.19E-04
	5		0.472	0.469	0.485	0.473	0.478	0.48	3.84E-05

组分	实验室 i	含量 mg/kg	测定值/mg/kg					平均值	S^2
克百威	1	0.005	0.00433	0.00426	0.00440	0.00419	0.00435	0.0043	6.73E-09
	2		0.00461	0.00427	0.00438	0.00460	0.00445	0.0045	2.12E-08
	3		0.00485	0.00442	0.00473	0.00457	0.00469	0.0047	2.68E-08
	4		0.00491	0.00472	0.00465	0.00484	0.00469	0.0048	1.19E-08
	5		0.00431	0.00465	0.00459	0.00446	0.00437	0.0045	1.99E-08
	1	0.05	0.0484	0.0461	0.0477	0.0488	0.0466	0.048	1.33E-06
	2		0.0478	0.0466	0.0480	0.0463	0.0482	0.047	7.52E-07
	3		0.0477	0.0484	0.0482	0.0471	0.0495	0.048	7.97E-07
	4		0.0515	0.0533	0.0509	0.0511	0.0526	0.052	1.06E-06
	5		0.0480	0.0467	0.0445	0.0469	0.0485	0.047	2.41E-06
	1	0.5	0.491	0.503	0.498	0.511	0.506	0.50	5.87E-05
	2		0.475	0.480	0.468	0.488	0.493	0.48	9.97E-05
	3		0.469	0.453	0.447	0.456	0.478	0.46	1.59E-04
	4		0.517	0.523	0.505	0.486	0.490	0.50	2.63E-04
	5		0.483	0.495	0.497	0.496	0.501	0.49	4.79E-05
噻嗪酮	1	0.005	0.00443	0.00414	0.00438	0.00460	0.00442	0.0044	2.73E-08
	2		0.00445	0.00453	0.00448	0.00460	0.00467	0.0045	8.03E-09
	3		0.00488	0.00520	0.00471	0.00515	0.00493	0.0050	4.06E-08
	4		0.00510	0.00533	0.00517	0.00494	0.00504	0.0051	2.14E-08
	5		0.00495	0.00484	0.00488	0.00495	0.00486	0.0049	2.97E-09
	1	0.05	0.0462	0.0458	0.0455	0.0460	0.0472	0.046	4.18E-07
	2		0.0474	0.0468	0.0482	0.0470	0.0481	0.048	4.00E-07
	3		0.0464	0.0503	0.0485	0.0477	0.0480	0.048	2.01E-06
	4		0.0481	0.0462	0.0452	0.0475	0.0466	0.047	1.28E-06
	5		0.0474	0.0459	0.0475	0.0450	0.0465	0.046	1.11E-06
	1	0.5	0.480	0.479	0.492	0.494	0.481	0.49	5.17E-05
	2		0.488	0.490	0.493	0.488	0.475	0.49	4.77E-05
	3		0.466	0.482	0.487	0.473	0.491	0.48	1.05E-04
	4		0.481	0.465	0.459	0.466	0.475	0.47	7.62E-05
	5		0.472	0.467	0.478	0.471	0.487	0.47	5.98E-05

组分	实验室 i	含量 mg/kg	测定值/mg/kg					平均值	S^2
苯醚甲环唑	1	0.005	0.00431	0.00427	0.00451	0.00428	0.00415	0.0043	1.70E-08
	2		0.00468	0.00430	0.00429	0.00454	0.00443	0.0044	2.74E-08
	3		0.00464	0.00483	0.00470	0.00466	0.00459	0.0047	8.23E-09
	4		0.00462	0.00477	0.00488	0.00469	0.00480	0.0048	1.01E-08
	5		0.00476	0.00418	0.00451	0.00435	0.00457	0.0045	4.96E-08
	1	0.05	0.0480	0.0475	0.0483	0.0469	0.0457	0.047	1.06E-06
	2		0.0488	0.0512	0.0497	0.0511	0.0485	0.050	1.58E-06
	3		0.0514	0.0529	0.0486	0.0507	0.0533	0.051	3.55E-06
	4		0.0475	0.0468	0.0484	0.0466	0.0472	0.047	5.00E-07
	5		0.0483	0.0470	0.0458	0.0486	0.0482	0.048	1.35E-06
	1	0.5	0.503	0.495	0.512	0.509	0.524	0.51	1.16E-04
	2		0.506	0.487	0.484	0.490	0.522	0.50	2.55E-04
	3		0.474	0.482	0.504	0.487	0.472	0.48	1.64E-04
	4		0.513	0.520	0.508	0.492	0.515	0.51	1.15E-04
	5		0.496	0.504	0.515	0.519	0.497	0.51	1.07E-04
氯虫苯甲酰胺	1	0.005	0.00436	0.00458	0.00466	0.00481	0.00454	0.0046	2.72E-08
	2		0.00464	0.00437	0.00459	0.00442	0.00466	0.0045	1.75E-08
	3		0.00467	0.00426	0.00454	0.00442	0.00437	0.0045	2.50E-08
	4		0.00472	0.00497	0.00503	0.00485	0.00476	0.0049	1.76E-08
	5		0.00485	0.00466	0.00464	0.00477	0.00457	0.0047	1.19E-08
	1	0.05	0.0466	0.0485	0.0459	0.0462	0.0480	0.047	1.31E-06
	2		0.0486	0.0469	0.0472	0.0457	0.0477	0.047	1.14E-06
	3		0.0512	0.0483	0.0504	0.0495	0.0490	0.050	1.31E-06
	4		0.0435	0.0446	0.0463	0.0479	0.0454	0.046	2.80E-06
	5		0.0463	0.0463	0.0466	0.0463	0.0484	0.047	8.54E-07
	1	0.5	0.503	0.514	0.522	0.508	0.516	0.51	5.38E-05
	2		0.494	0.503	0.514	0.497	0.506	0.50	6.17E-05
	3		0.489	0.491	0.496	0.507	0.488	0.49	6.07E-05
	4		0.472	0.439	0.443	0.451	0.466	0.45	2.06E-04
	5		0.500	0.513	0.500	0.510	0.502	0.50	3.43E-05

组分	实验室 i	含量 mg/kg	测定值/mg/kg					平均值	S^2
烯酰吗啉	1	0.005	0.00466	0.00437	0.00482	0.00451	0.00433	0.0045	4.17E-08
	2		0.00467	0.00442	0.00434	0.00452	0.00471	0.0045	2.51E-08
	3		0.00496	0.00523	0.00546	0.00517	0.00502	0.0052	3.86E-08
	4		0.00462	0.00458	0.00434	0.00439	0.00441	0.0045	1.54E-08
	5		0.00538	0.00522	0.00540	0.00544	0.00517	0.0053	1.37E-08
	1	0.05	0.0469	0.0488	0.0490	0.0471	0.0466	0.048	1.28E-06
	2		0.0477	0.0468	0.0448	0.0482	0.0482	0.047	2.04E-06
	3		0.0476	0.0455	0.0483	0.0468	0.0497	0.048	2.49E-06
	4		0.0524	0.0506	0.0495	0.0487	0.0515	0.051	2.21E-06
	5		0.0492	0.0505	0.0508	0.0508	0.0484	0.050	1.25E-06
	1	0.5	0.504	0.496	0.484	0.514	0.500	0.50	1.21E-04
	2		0.526	0.504	0.500	0.515	0.508	0.51	1.05E-04
	3		0.483	0.507	0.486	0.468	0.497	0.49	2.18E-04
	4		0.487	0.483	0.494	0.505	0.497	0.49	7.42E-05
	5		0.501	0.496	0.500	0.502	0.512	0.50	3.45E-05
甲氨基阿维菌素苯甲酸盐	1	0.005	0.00532	0.00509	0.00524	0.00547	0.00477	0.0052	7.09E-08
	2		0.00533	0.00484	0.00491	0.00529	0.00508	0.0051	4.82E-08
	3		0.00464	0.00452	0.00441	0.00473	0.00433	0.0045	2.66E-08
	4		0.00522	0.00518	0.00549	0.00505	0.00510	0.0052	2.93E-08
	5		0.00507	0.00523	0.00519	0.00542	0.00497	0.0052	2.94E-08
	1	0.05	0.0443	0.0462	0.0437	0.0437	0.0472	0.045	2.54E-06
	2		0.0444	0.0479	0.0462	0.0473	0.0434	0.046	3.63E-06
	3		0.0504	0.0486	0.0492	0.0507	0.0488	0.050	9.08E-07
	4		0.0504	0.0486	0.0492	0.0517	0.0488	0.050	1.69E-06
	5		0.0515	0.0512	0.0525	0.0544	0.0523	0.052	1.48E-06
	1	0.5	0.506	0.542	0.539	0.495	0.547	0.53	5.57E-04
	2		0.466	0.485	0.457	0.508	0.517	0.49	6.71E-04
	3		0.503	0.492	0.485	0.507	0.494	0.50	7.77E-05
	4		0.481	0.506	0.502	0.485	0.497	0.49	1.17E-04
	5		0.504	0.508	0.508	0.516	0.514	0.51	2.32E-05

组分	实验室 i	含量 mg/kg	测定值/mg/kg					平均值	S^2
多效唑	1	0.005	0.00557	0.00562	0.00506	0.00539	0.00511	0.0054	6.62E-08
	2		0.00521	0.00470	0.00466	0.00527	0.00484	0.0049	8.19E-08
	3		0.00533	0.00542	0.00487	0.00506	0.00522	0.0052	4.81E-08
	4		0.00422	0.00433	0.00443	0.00454	0.00428	0.0044	1.61E-08
	5		0.00502	0.00482	0.00522	0.00491	0.00527	0.0050	3.77E-08
	1	0.05	0.0466	0.0470	0.0459	0.0485	0.0475	0.047	9.55E-07
	2		0.0469	0.0487	0.0462	0.0503	0.0522	0.049	6.04E-06
	3		0.0475	0.0462	0.0480	0.0490	0.0468	0.048	1.17E-06
	4		0.0434	0.0451	0.0464	0.0439	0.0445	0.045	1.35E-06
	5		0.0465	0.0465	0.0481	0.0481	0.0496	0.048	1.70E-06
	1	0.5	0.516	0.508	0.521	0.486	0.492	0.50	2.29E-04
	2		0.476	0.521	0.487	0.496	0.509	0.50	3.15E-04
	3		0.486	0.507	0.494	0.504	0.503	0.50	7.47E-05
	4		0.524	0.531	0.517	0.509	0.526	0.52	7.33E-05
	5		0.490	0.502	0.482	0.489	0.499	0.49	6.73E-05
精异丙甲草胺	1	0.005	0.00437	0.00426	0.00445	0.00468	0.00429	0.0044	2.83E-08
	2		0.00533	0.00529	0.00547	0.00506	0.00544	0.0053	2.64E-08
	3		0.00514	0.00524	0.00544	0.00537	0.00528	0.0053	1.35E-08
	4		0.00529	0.00487	0.00518	0.00513	0.00494	0.0051	3.01E-08
	5		0.00426	0.00443	0.00415	0.00415	0.00431	0.0043	1.38E-08
	1	0.05	0.0458	0.0474	0.0459	0.0477	0.0448	0.046	1.46E-06
	2		0.0474	0.0459	0.0485	0.0466	0.0477	0.047	1.01E-06
	3		0.0485	0.0497	0.0524	0.0513	0.0507	0.051	2.23E-06
	4		0.0496	0.0511	0.0483	0.0472	0.0505	0.049	2.54E-06
	5		0.0454	0.0444	0.0449	0.0432	0.0438	0.044	7.35E-07
	1	0.5	0.458	0.485	0.472	0.502	0.462	0.48	3.23E-04
	2		0.480	0.491	0.466	0.482	0.471	0.48	9.55E-05
	3		0.511	0.486	0.495	0.506	0.504	0.50	9.83E-05
	4		0.527	0.513	0.499	0.504	0.515	0.51	1.17E-04
	5		0.465	0.466	0.453	0.460	0.469	0.46	4.04E-05

组分	实验室 i	含量 mg/kg	测定值/mg/kg					平均值	S^2
抗蚜威	1	0.005	0.00412	0.00458	0.00433	0.00422	0.00450	0.0044	3.64E-08
	2		0.00434	0.00472	0.00429	0.00454	0.00443	0.0045	2.95E-08
	3		0.00446	0.00438	0.00475	0.00466	0.00452	0.0046	2.25E-08
	4		0.00418	0.00434	0.00429	0.00421	0.00446	0.0043	1.24E-08
	5		0.00424	0.00423	0.00415	0.00449	0.00438	0.0043	1.78E-08
	1	0.05	0.0443	0.0451	0.0472	0.0449	0.0465	0.046	1.45E-06
	2		0.0426	0.0447	0.0439	0.0458	0.0427	0.044	1.84E-06
	3		0.0523	0.0529	0.0536	0.0532	0.0517	0.053	5.63E-07
	4		0.0463	0.0472	0.0485	0.0495	0.0482	0.048	1.51E-06
	5		0.0452	0.0463	0.0458	0.0457	0.0457	0.046	1.43E-07
	1	0.5	0.523	0.496	0.485	0.476	0.514	0.50	3.84E-04
	2		0.476	0.514	0.468	0.522	0.505	0.50	5.65E-04
	3		0.488	0.479	0.496	0.517	0.503	0.50	2.10E-04
	4		0.443	0.451	0.459	0.466	0.448	0.45	8.33E-05
	5		0.490	0.492	0.485	0.493	0.491	0.49	9.02E-06
莠去津	1	0.005	0.00426	0.00457	0.00418	0.00462	0.00424	0.0044	4.19E-08
	2		0.00494	0.00469	0.00507	0.00472	0.00481	0.0048	2.51E-08
	3		0.00468	0.00507	0.00484	0.00475	0.00488	0.0048	2.20E-08
	4		0.00515	0.00537	0.00486	0.00494	0.00506	0.0051	3.93E-08
	5		0.00483	0.00435	0.00424	0.00428	0.00453	0.0044	5.90E-08
	1	0.05	0.0439	0.0450	0.0437	0.0469	0.0426	0.044	2.65E-06
	2		0.0486	0.0463	0.0493	0.0509	0.0477	0.049	2.97E-06
	3		0.0495	0.0487	0.0506	0.0508	0.0513	0.050	1.12E-06
	4		0.0464	0.0483	0.0446	0.0459	0.0460	0.046	1.78E-06
	5		0.0445	0.0439	0.0431	0.0448	0.0431	0.044	6.16E-07
	1	0.5	0.437	0.474	0.452	0.466	0.443	0.45	2.39E-04
	2		0.483	0.456	0.445	0.471	0.464	0.46	2.09E-04
	3		0.445	0.467	0.452	0.469	0.473	0.46	1.45E-04
	4		0.486	0.494	0.481	0.490	0.473	0.48	6.67E-05
	5		0.466	0.474	0.471	0.463	0.482	0.47	5.67E-05

组分	实验室 i	含量 mg/kg	测定值/mg/kg					平均值	S^2
乙草胺	1	0.005	0.00546	0.00541	0.00533	0.00548	0.00508	0.0054	2.65E-08
	2		0.00462	0.00439	0.00441	0.00428	0.00455	0.0045	1.83E-08
	3		0.00427	0.00437	0.00442	0.00454	0.00434	0.0044	1.02E-08
	4		0.00533	0.00504	0.00516	0.00527	0.00521	0.0052	1.23E-08
	5		0.00518	0.00535	0.00506	0.00501	0.00528	0.0052	2.07E-08
	1	0.05	0.0455	0.0474	0.0461	0.0480	0.0460	0.047	1.11E-06
	2		0.0493	0.0457	0.0466	0.0472	0.0479	0.047	1.85E-06
	3		0.0477	0.0485	0.0470	0.0481	0.0492	0.048	6.85E-07
	4		0.0467	0.0484	0.0495	0.0473	0.0479	0.048	1.15E-06
	5		0.0455	0.0463	0.0467	0.0442	0.0442	0.045	1.36E-06
	1	0.5	0.488	0.476	0.495	0.506	0.465	0.49	2.57E-04
	2		0.542	0.536	0.545	0.528	0.520	0.53	1.05E-04
	3		0.525	0.534	0.513	0.522	0.507	0.52	1.11E-04
	4		0.505	0.516	0.523	0.493	0.519	0.51	1.48E-04
	5		0.481	0.486	0.475	0.479	0.472	0.48	2.79E-05
哒螨灵	1	0.005	0.00427	0.00443	0.00425	0.00464	0.00457	0.0044	3.04E-08
	2		0.00417	0.00436	0.00445	0.00428	0.00454	0.0044	2.08E-08
	3		0.00478	0.00469	0.00458	0.00460	0.00465	0.0047	6.35E-09
	4		0.00502	0.00516	0.00507	0.00545	0.00525	0.0052	2.89E-08
	5		0.00480	0.00500	0.00511	0.00462	0.00497	0.0049	3.70E-08
	1	0.05	0.0488	0.0452	0.0475	0.0468	0.0473	0.047	1.70E-06
	2		0.0517	0.0466	0.0489	0.0470	0.0522	0.049	6.73E-06
	3		0.0490	0.0484	0.0506	0.0514	0.0487	0.050	1.71E-06
	4		0.0530	0.0514	0.0508	0.0525	0.0511	0.052	8.93E-07
	5		0.0490	0.0499	0.0499	0.0476	0.0465	0.049	2.31E-06
	1	0.5	0.466	0.477	0.448	0.459	0.482	0.47	1.87E-04
	2		0.455	0.480	0.464	0.483	0.462	0.47	1.47E-04
	3		0.511	0.507	0.493	0.486	0.490	0.50	1.20E-04
	4		0.472	0.486	0.477	0.503	0.495	0.49	1.61E-04
	5		0.457	0.448	0.453	0.475	0.457	0.46	1.02E-04

组分	实验室 i	含量 mg/kg	测定值/mg/kg					平均值	S^2
阿维菌素	1	0.005	0.00428	0.00478	0.00424	0.00419	0.00463	0.0044	6.96E-08
	2		0.00546	0.00503	0.00487	0.00515	0.00495	0.0051	5.30E-08
	3		0.00544	0.00505	0.00523	0.00527	0.00531	0.0053	2.00E-08
	4		0.00511	0.00486	0.00525	0.00472	0.00488	0.0050	4.51E-08
	5		0.00449	0.00415	0.00422	0.00449	0.00422	0.0043	2.59E-08
	1	0.05	0.0449	0.0466	0.0476	0.0440	0.0459	0.046	1.99E-06
	2		0.0504	0.0468	0.0472	0.0514	0.0488	0.049	3.95E-06
	3		0.0476	0.0485	0.0467	0.0482	0.0485	0.048	5.85E-07
	4		0.0514	0.0487	0.0506	0.0494	0.0501	0.050	1.09E-06
	5		0.0456	0.0485	0.0456	0.0484	0.0455	0.047	2.53E-06
	1	0.5	0.547	0.526	0.533	0.504	0.527	0.53	2.41E-04
	2		0.484	0.517	0.506	0.484	0.473	0.49	3.27E-04
	3		0.502	0.487	0.491	0.506	0.495	0.50	6.07E-05
	4		0.488	0.504	0.534	0.526	0.512	0.51	3.29E-04
	5		0.501	0.486	0.486	0.481	0.496	0.49	6.99E-05
咯菌腈	1	0.005	0.00537	0.00516	0.00486	0.00506	0.00527	0.0051	3.87E-08
	2		0.00522	0.00466	0.00474	0.00508	0.00519	0.0050	6.79E-08
	3		0.00427	0.00451	0.00464	0.00434	0.00441	0.0044	2.11E-08
	4		0.00513	0.00455	0.00483	0.00524	0.00467	0.0049	8.69E-08
	5		0.00526	0.00505	0.00520	0.00539	0.00538	0.0053	1.91E-08
	1	0.05	0.0511	0.0475	0.0524	0.0504	0.0486	0.050	3.84E-06
	2		0.0477	0.0454	0.0462	0.0449	0.0457	0.046	1.15E-06
	3		0.0517	0.0504	0.0480	0.0493	0.0511	0.050	2.18E-06
	4		0.0522	0.0504	0.0483	0.0499	0.0480	0.050	2.90E-06
	5		0.0507	0.0483	0.0468	0.0501	0.0463	0.048	3.83E-06
	1	0.5	0.483	0.479	0.494	0.468	0.480	0.48	8.67E-05
	2		0.519	0.486	0.493	0.514	0.505	0.50	1.92E-04
	3		0.534	0.512	0.514	0.507	0.505	0.51	1.33E-04
	4		0.487	0.518	0.505	0.510	0.495	0.50	1.50E-04
	5		0.478	0.492	0.495	0.507	0.504	0.50	1.36E-04

组分	实验室 i	含量 mg/kg	测定值/mg/kg					平均值	S^2
氟虫腈	1	0.005	0.00544	0.00549	0.00502	0.00493	0.00522	0.0052	6.14E-08
	2		0.00518	0.00509	0.00528	0.00534	0.00541	0.0053	1.62E-08
	3		0.00466	0.00428	0.00460	0.00452	0.00439	0.0045	2.40E-08
	4		0.00554	0.00529	0.00507	0.00566	0.00574	0.0055	7.65E-08
	5		0.00513	0.00534	0.00548	0.00515	0.00540	0.0053	2.43E-08
	1	0.05	0.0536	0.0484	0.0493	0.0527	0.0535	0.052	6.08E-06
	2		0.0486	0.0537	0.0546	0.0529	0.0477	0.052	9.82E-06
	3		0.0478	0.0484	0.0496	0.0490	0.0488	0.049	4.52E-07
	4		0.0537	0.0549	0.0514	0.0566	0.0508	0.053	5.83E-06
	5		0.0527	0.0521	0.0530	0.0508	0.0530	0.052	8.75E-07
	1	0.5	0.523	0.506	0.484	0.476	0.492	0.50	3.47E-04
	2		0.479	0.480	0.506	0.512	0.488	0.49	2.30E-04
	3		0.524	0.508	0.513	0.510	0.486	0.51	1.92E-04
	4		0.515	0.506	0.524	0.509	0.534	0.52	1.31E-04
	5		0.536	0.513	0.528	0.534	0.530	0.53	8.28E-05
氟甲腈	1	0.005	0.00426	0.00463	0.00449	0.00486	0.00451	0.0046	4.80E-08
	2		0.00425	0.00463	0.00445	0.00436	0.00455	0.0044	2.26E-08
	3		0.00526	0.00503	0.00488	0.00494	0.00497	0.0050	2.15E-08
	4		0.00466	0.00432	0.00428	0.00443	0.00422	0.0044	3.00E-08
	5		0.00478	0.00440	0.00428	0.00454	0.00436	0.0045	3.91E-08
	1	0.05	0.0468	0.0482	0.0473	0.0492	0.0488	0.048	1.01E-06
	2		0.0512	0.0484	0.0466	0.0504	0.0471	0.049	4.05E-06
	3		0.0468	0.0474	0.0486	0.0467	0.0470	0.047	6.00E-07
	4		0.0484	0.0491	0.0476	0.0512	0.0495	0.049	1.82E-06
	5		0.0476	0.0499	0.0495	0.0482	0.0482	0.049	9.40E-07
	1	0.5	0.492	0.477	0.481	0.492	0.470	0.48	9.23E-05
	2		0.466	0.483	0.457	0.474	0.492	0.47	1.89E-04
	3		0.514	0.506	0.488	0.495	0.483	0.50	1.63E-04
	4		0.504	0.478	0.521	0.490	0.517	0.50	3.28E-04
	5		0.481	0.493	0.481	0.506	0.482	0.49	1.19E-04

组分	实验室 i	含量 mg/kg	测定值/mg/kg					平均值	S^2
氟虫腈砜	1	0.005	0.00425	0.00466	0.00442	0.00437	0.00475	0.0045	4.34E-08
	2		0.00444	0.00472	0.00439	0.00455	0.00424	0.0045	3.23E-08
	3		0.00422	0.00465	0.00433	0.00427	0.00442	0.0044	2.87E-08
	4		0.00464	0.00457	0.00469	0.00484	0.00475	0.0047	1.07E-08
	5		0.00478	0.00494	0.00455	0.00499	0.00463	0.0048	3.56E-08
	1	0.05	0.0481	0.0506	0.0514	0.0495	0.0488	0.050	1.78E-06
	2		0.0509	0.0476	0.0488	0.0495	0.0513	0.050	2.31E-06
	3		0.0503	0.0494	0.0501	0.0486	0.0475	0.049	1.33E-06
	4		0.0517	0.0488	0.0495	0.0506	0.0510	0.050	1.36E-06
	5		0.0446	0.0452	0.0445	0.0434	0.0433	0.044	6.89E-07
	1	0.5	0.476	0.485	0.466	0.460	0.492	0.48	1.73E-04
	2		0.514	0.488	0.497	0.523	0.482	0.50	3.00E-04
	3		0.493	0.513	0.505	0.482	0.522	0.50	2.52E-04
	4		0.485	0.481	0.494	0.497	0.504	0.49	8.57E-05
	5		0.436	0.439	0.446	0.447	0.435	0.44	2.89E-05
氟虫腈亚砜	1	0.005	0.00436	0.00426	0.00442	0.00420	0.00452	0.0044	1.61E-08
	2		0.00416	0.00437	0.00425	0.00466	0.00454	0.0044	4.20E-08
	3		0.00447	0.00460	0.00459	0.00474	0.00466	0.0046	9.87E-09
	4		0.00533	0.00514	0.00509	0.00524	0.00544	0.0052	2.01E-08
	5		0.00506	0.00455	0.00465	0.00510	0.00442	0.0048	9.34E-08
	1	0.05	0.0523	0.0485	0.0522	0.0516	0.0505	0.051	2.50E-06
	2		0.0477	0.0439	0.0444	0.0453	0.0462	0.046	2.29E-06
	3		0.0481	0.0495	0.0503	0.0522	0.0510	0.050	2.39E-06
	4		0.0467	0.0459	0.0481	0.0472	0.0460	0.047	8.27E-07
	5		0.0515	0.0512	0.0532	0.0527	0.0537	0.052	1.17E-06
	1	0.5	0.531	0.519	0.526	0.504	0.522	0.52	1.04E-04
	2		0.506	0.485	0.476	0.515	0.481	0.49	2.87E-04
	3		0.493	0.516	0.509	0.510	0.497	0.51	9.25E-05
	4		0.471	0.486	0.502	0.485	0.496	0.49	1.41E-04
	5		0.528	0.526	0.535	0.516	0.529	0.53	4.69E-05

组分	实验室 i	含量 mg/kg	测定值/mg/kg					平均值	S^2
嘧霉胺	1	0.005	0.00462	0.00477	0.00438	0.00445	0.00437	0.0045	2.99E-08
	2		0.00410	0.00446	0.00437	0.00429	0.00433	0.0043	1.78E-08
	3		0.00429	0.00456	0.00438	0.00422	0.00443	0.0044	1.71E-08
	4		0.00444	0.00461	0.00458	0.00474	0.00466	0.0046	1.23E-08
	5		0.00507	0.00483	0.00490	0.00513	0.00496	0.0050	1.49E-08
	1	0.05	0.0464	0.0438	0.0484	0.0472	0.0455	0.046	3.03E-06
	2		0.0485	0.0514	0.0506	0.0492	0.0483	0.050	1.83E-06
	3		0.0506	0.0473	0.0487	0.0495	0.0502	0.049	1.72E-06
	4		0.0468	0.0455	0.0494	0.0458	0.0487	0.047	3.02E-06
	5		0.0453	0.0469	0.0450	0.0458	0.0459	0.046	5.05E-07
	1	0.5	0.502	0.476	0.488	0.515	0.480	0.49	2.61E-04
	2		0.514	0.509	0.486	0.504	0.497	0.50	1.20E-04
	3		0.494	0.504	0.489	0.490	0.505	0.50	5.83E-05
	4		0.492	0.471	0.487	0.465	0.499	0.48	2.05E-04
	5		0.512	0.517	0.518	0.520	0.516	0.52	9.97E-06

表 12　实验室间方法重现性和再现性试验统计结果

统计内容	计算公式	速灭威/mg/kg			扑草净/mg/kg			三环唑/mg/kg		
		0.005	0.05	0.5	0.005	0.05	0.5	0.005	0.05	0.5
实验室数目，p	—	5	5	5	5	5	5	5	5	5
可接受结果数目	—	25	25	25	25	25	25	25	25	25
平均值（mg/kg）	$\bar{X}_m = \frac{\sum n_i x_i}{n_i}$	0.0048	0.048	0.48	0.0046	0.048	0.50	0.0045	0.047	0.48
重复性标准偏差，S_r	$S_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{m} S_i^2}{m}}$	1.86E-04	1.44E-03	1.52E-02	1.49E-04	1.46E-03	1.35E-02	1.29E-04	1.16E-03	1.10E-02
重复性变异系数（%）	重复性变异系数，$\% = \frac{S_r}{\bar{X}_m} \times 100$	3.9	3.0	3.2	3.2	3.0	2.7	2.8	2.5	2.3
重复性限，r	$r = 2.8 \times S_r$	0.00052	0.0040	0.043	0.00042	0.0041	0.038	0.00036	0.0032	0.031
组间变动性方差，S_L^2	$S_l^2 = \frac{m\sum_{i=1}^{m} \bar{x}_i^2 - (\sum_{i=1}^{m} \bar{x}_i)^2}{m(m-1)} - \frac{S_r^2}{n}$	2.17E-07	7.91E-06	3.18E-04	2.19E-07	4.38E-06	4.03E-05	1.66E-08	6.13E-06	3.66E-04
再现性标准偏差，S_R	$S_R = \sqrt{S_r^2 + S_L^2}$	5.02E-04	3.16E-03	2.34E-02	4.91E-04	2.55E-03	1.49E-02	1.82E-04	2.73E-03	2.21E-02
再现性变异系数（%）	再现性变异系数，$\% = \frac{S_R}{\bar{X}_m} \times 100$	10.5	6.6	4.9	10.6	5.3	3.0	4.0	5.9	4.6
再现性限，R	$R = 2.8 \times S_R$	0.0014	0.0088	0.066	0.0014	0.0071	0.042	0.00051	0.0076	0.062

统计内容	计算公式	三唑酮/mg/kg			多菌灵/mg/kg			吡虫啉/mg/kg		
		0.005	0.05	0.5	0.005	0.05	0.5	0.005	0.05	0.5
实验室数目，p	—	5	5	5	5	5	5	5	5	5
可接受结果数目	—	25	25	25	25	25	25	25	25	25
平均值（mg/kg）	$\bar{X}_m = \frac{\sum n_i x_i}{n_i}$	0.0046	0.046	0.49	0.0045	0.047	0.49	0.0045	0.048	0.49
重复性标准偏差，S_r	$S_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{m} S_i^2}{m}}$	1.27E-04	1.37E-03	8.82E-03	1.74E-04	8.14E-04	8.59E-03	1.58E-04	1.15E-03	1.22E-02
重复性变异系数（%）	重复性变异系数，$\% = \frac{S_r}{\bar{X}_m} \times 100$	2.8	2.9	1.8	3.8	1.7	1.7	3.5	2.4	2.5
重复性限，r	$r = 2.8 \times S_r$	0.00036	0.0038	0.025	0.00049	0.0023	0.024	0.00044	0.0032	0.034
组间变动性方差，S_L^2	$S_l^2 = \frac{m\sum_{i=1}^{m} \bar{x}_i^2 - (\sum_{i=1}^{m} \bar{x}_i)^2}{m(m-1)} - \frac{S_r^2}{n}$	3.49E-08	2.15E-07	1.05E-04	3.23E-08	3.41E-06	4.64E-04	2.88E-08	8.21E-07	9.62E-05
再现性标准偏差，S_R	$S_R = \sqrt{S_r^2 + S_L^2}$	2.26E-04	1.44E-03	1.35E-02	2.50E-04	2.02E-03	2.32E-02	2.32E-04	1.46E-03	1.57E-02
再现性变异系数（%）	再现性变异系数，$\% = \frac{S_R}{\bar{X}_m} \times 100$	4.9	3.1	2.8	5.5	4.3	4.7	5.1	3.1	3.2
再现性限，R	$R = 2.8 \times S_R$	0.00063	0.0040	0.038	0.00070	0.0057	0.065	0.00065	0.0041	0.044

统计内容	计算公式	3-羟基克百威/mg/kg			戊唑醇/mg/kg			克百威/mg/kg		
		0.005	0.05	0.5	0.005	0.05	0.5	0.005	0.05	0.5
实验室数目，p	—	5	5	5	5	5	5	5	5	5
可接受结果数目	—	25	25	25	25	25	25	25	25	25
平均值（mg/kg）	$\overline{X}_m = \frac{\sum n_i x_i}{n_i}$	0.0047	0.046	0.47	0.0050	0.048	0.50	0.0045	0.048	0.49
重复性标准偏差，S_r	$S_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{m} S_i^2}{m}}$	1.47E-04	1.33E-03	6.95E-03	1.53E-04	1.22E-03	9.50E-03	1.32E-04	1.13E-03	1.12E-02
重复性变异系数（%）	重复性变异系数，$\% = \frac{S_r}{\overline{X}_m} \times 100$	3.2	2.9	1.5	3.0	2.5	1.9	2.9	2.3	2.3
重复性限，r	$r = 2.8 \times S_r$	0.00041	0.0037	0.019	0.00043	0.0034	0.027	0.00037	0.0032	0.031
组间变动性方差，S_L^2	$S_l^2 = \frac{m\sum_{i=1}^{m} \bar{x}_i^2 - (\sum_{i=1}^{m} \bar{x}_i)^2}{m(m-1)} - \frac{S_r^2}{n}$	1.86E-07	4.62E-07	1.39E-04	8.13E-08	1.82E-06	2.96E-04	3.09E-08	3.99E-06	3.19E-04
再现性标准偏差，S_R	$S_R = \sqrt{S_r^2 + S_L^2}$	4.55E-04	1.49E-03	1.37E-02	3.23E-04	1.82E-03	1.96E-02	2.20E-04	2.29E-03	2.11E-02
再现性变异系数（%）	再现性变异系数，$\% = \frac{S_R}{\overline{X}_m} \times 100$	9.8	3.2	2.9	6.5	3.8	3.9	4.8	4.7	4.3
再现性限，R	$R = 2.8 \times S_R$	0.0013	0.0042	0.038	0.00091	0.0051	0.055	0.00062	0.0064	0.059

统计内容	计算公式	噻嗪酮/mg/kg			苯醚甲环唑/mg/kg			氯虫苯甲酰胺/mg/kg		
		0.005	0.05	0.5	0.005	0.05	0.5	0.005	0.05	0.5
实验室数目，p	—	5	5	5	5	5	5	5	5	5
可接受结果数目	—	25	25	25	25	25	25	25	25	25
平均值（mg/kg）	$\bar{X}_m = \frac{\sum n_i x_i}{n_i}$	0.0048	0.047	0.48	0.0045	0.049	0.50	0.0046	0.047	0.49
重复性标准偏差，S_r	$S_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{m} S_i^2}{m}}$	1.42E-04	1.02E-03	8.25E-03	1.50E-04	1.27E-03	1.23E-02	1.41E-04	1.22E-03	9.12E-03
重复性变异系数（%）	重复性变异系数，$\% = \frac{S_r}{\bar{X}_m} \times 100$	3.0	2.2	1.7	3.3	2.6	2.5	3.0	2.6	1.8
重复性限，r	$r = 2.8 \times S_r$	0.00040	0.0029	0.023	0.00042	0.0036	0.034	0.00039	0.0034	0.026
组间变动性方差，S_L^2	$S_l^2 = \frac{m\sum_{i=1}^{m} \bar{x}_i^2 - (\sum_{i=1}^{m} \bar{x}_i)^2}{m(m-1)} - \frac{S_r^2}{n}$	9.10E-08	6.44E-07	5.04E-05	3.26E-08	3.37E-06	1.10E-04	2.48E-08	2.21E-06	5.28E-04
再现性标准偏差，S_R	$S_R = \sqrt{S_r^2 + S_L^2}$	3.33E-04	1.30E-03	1.09E-02	2.35E-04	2.23E-03	1.62E-02	2.11E-04	1.92E-03	2.47E-02
再现性变异系数（%）	再现性变异系数，$\% = \frac{S_R}{\bar{X}_m} \times 100$	7.0	2.8	2.3	5.2	4.6	3.2	4.6	4.1	5.0
再现性限，R	$R = 2.8 \times S_R$	0.00093	0.0036	0.030	0.00066	0.0062	0.045	0.00059	0.0054	0.069

统计内容	计算公式	烯酰吗啉/mg/kg			甲氨基阿维菌素苯甲酸盐/mg/kg			多效唑/mg/kg		
		0.005	0.05	0.5	0.005	0.05	0.5	0.005	0.05	0.5
实验室数目，p	—	5	5	5	5	5	5	5	5	5
可接受结果数目	—	25	25	25	25	25	25	25	25	25
平均值（mg/kg）	$\bar{X}_m = \frac{\sum n_i x_i}{n_i}$	0.0048	0.049	0.50	0.0050	0.049	0.50	0.0050	0.047	0.50
重复性标准偏差，S_r	$S_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{m} S_i^2}{m}}$	1.64E-04	1.36E-03	1.05E-02	2.02E-04	1.43E-03	1.70E-02	2.24E-04	1.50E-03	1.23E-02
重复性变异系数（%）	重复性变异系数，$\% = \frac{S_r}{\bar{X}_m} \times 100$	3.4	2.8	2.1	4.0	3.0	3.4	4.5	3.2	2.4
重复性限，r	$r = 2.8 \times S_r$	0.00046	0.0038	0.029	0.00057	0.0040	0.048	0.00063	0.0042	0.034
组间变动性方差，S_L^2	$S_l^2 = \frac{m\sum_{i=1}^{m} \bar{x}_i^2 - (\sum_{i=1}^{m} \bar{x}_i)^2}{m(m-1)} - \frac{S_r^2}{n}$	1.64E-07	2.33E-06	6.91E-05	8.13E-08	9.14E-06	2.29E-04	1.40E-07	2.32E-06	1.18E-04
再现性标准偏差，S_R	$S_R = \sqrt{S_r^2 + S_L^2}$	4.37E-04	2.05E-03	1.34E-02	3.50E-04	3.35E-03	2.28E-02	4.36E-04	2.14E-03	1.64E-02
再现性变异系数（%）	再现性变异系数，$\% = \frac{S_R}{\bar{X}_m} \times 100$	9.1	4.2	2.7	6.9	6.9	4.5	8.8	4.5	3.3
再现性限，R	$R = 2.8 \times S_R$	0.0012	0.0057	0.038	0.0010	0.0094	0.064	0.0012	0.0060	0.046

统计内容	计算公式	精异丙甲草胺/mg/kg			抗蚜威/mg/kg			莠去津/mg/kg		
		0.005	0.05	0.5	0.005	0.05	0.5	0.005	0.05	0.5
实验室数目，p	—	5	5	5	5	5	5	5	5	5
可接受结果数目	—	25	25	25	25	25	25	25	25	25
平均值（mg/kg）	$\bar{X}_m = \frac{\sum n_i x_i}{n_i}$	0.0049	0.048	0.49	0.0044	0.047	0.49	0.0047	0.047	0.47
重复性标准偏差，S_r	$S_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{m} S_i^2}{m}}$	1.50E-04	1.26E-03	1.16E-02	1.54E-04	1.05E-03	1.58E-02	1.94E-04	1.35E-03	1.20E-02
重复性变异系数（%）	重复性变异系数，$\% = \frac{S_r}{\bar{X}_m} \times 100$	3.1	2.7	2.4	3.5	2.2	3.2	4.1	2.9	2.6
重复性限，r	$r = 2.8 \times S_r$	0.00042	0.0035	0.033	0.00043	0.0029	0.044	0.00054	0.0038	0.034
组间变动性方差，S_L^2	$S_l^2 = \frac{m\sum_{i=1}^{m} \bar{x}_i^2 - (\sum_{i=1}^{m} \bar{x}_i)^2}{m(m-1)} - \frac{S_r^2}{n}$	2.51E-07	5.91E-06	3.89E-04	1.19E-08	1.16E-05	3.57E-04	8.67E-08	7.15E-06	1.29E-04
再现性标准偏差，S_R	$S_R = \sqrt{S_r^2 + S_L^2}$	5.23E-04	2.74E-03	2.29E-02	1.89E-04	3.56E-03	2.47E-02	3.52E-04	3.00E-03	1.65E-02
再现性变异系数（%）	再现性变异系数，$\% = \frac{S_R}{\bar{X}_m} \times 100$	10.7	5.8	4.7	4.3	7.6	5.1	7.5	6.4	3.5
再现性限，R	$R = 2.8 \times S_R$	0.0015	0.0077	0.064	0.00053	0.010	0.069	0.0010	0.0084	0.046

统计内容	计算公式	乙草胺/mg/kg			哒螨灵/mg/kg			阿维菌素/mg/kg		
		0.005	0.05	0.5	0.005	0.05	0.5	0.005	0.05	0.5
实验室数目，p	—	5	5	5	5	5	5	5	5	5
可接受结果数目	—	25	25	25	25	25	25	25	25	25
平均值（mg/kg）	$\bar{X}_m = \frac{\sum n_i x_i}{n_i}$	0.0049	0.047	0.51	0.0047	0.049	0.48	0.0048	0.048	0.50
重复性标准偏差，S_r	$S_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{m} S_i^2}{m}}$	1.33E-04	1.11E-03	1.14E-02	1.57E-04	1.63E-03	1.20E-02	2.07E-04	1.42E-03	1.43E-02
重复性变异系数（%）	重复性变异系数，$\% = \frac{S_r}{\bar{X}_m} \times 100$	2.7	2.4	2.3	3.3	3.3	2.5	4.3	3.0	2.8
重复性限，r	$r = 2.8 \times S_r$	0.00037	0.0031	0.032	0.00044	0.0046	0.034	0.00058	0.0040	0.040
组间变动性方差，S_L^2	$S_l^2 = \frac{m\sum_{i=1}^{m} \bar{x}_i^2 - (\sum_{i=1}^{m} \bar{x}_i)^2}{m(m-1)} - \frac{S_r^2}{n}$	2.08E-07	1.20E-06	5.39E-04	1.16E-07	2.75E-06	2.56E-04	1.73E-07	2.78E-06	2.44E-04
再现性标准偏差，S_R	$S_R = \sqrt{S_r^2 + S_L^2}$	4.75E-04	1.56E-03	2.59E-02	3.75E-04	2.33E-03	2.00E-02	4.65E-04	2.19E-03	2.12E-02
再现性变异系数（%）	再现性变异系数，$\% = \frac{S_R}{\bar{X}_m} \times 100$	9.7	3.3	5.1	8.0	4.7	4.2	9.7	4.6	4.2
再现性限，R	$R = 2.8 \times S_R$	0.0013	0.0044	0.072	0.0011	0.0065	0.056	0.0013	0.0061	0.059

统计内容	计算公式	咯菌腈/mg/kg			氟虫腈/mg/kg			氟甲腈/mg/kg		
		0.005	0.05	0.5	0.005	0.05	0.5	0.005	0.05	0.5
实验室数目，p	—	5	5	5	5	5	5	5	5	5
可接受结果数目	—	25	25	25	25	25	25	25	25	25
平均值（mg/kg）	$\bar{X}_m = \frac{\sum n_i x_i}{n_i}$	0.0049	0.049	0.50	0.0051	0.052	0.51	0.0046	0.048	0.49
重复性标准偏差，S_r	$S_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{m} S_i^2}{m}}$	2.16E-04	1.67E-03	1.18E-02	2.01E-04	2.15E-03	1.40E-02	1.80E-04	1.30E-03	1.33E-02
重复性变异系数（%）	重复性变异系数，$\% = \frac{S_r}{\bar{X}_m} \times 100$	4.4	3.4	2.4	3.9	4.2	2.8	3.9	2.7	2.7
重复性限，r	$r = 2.8 \times S_r$	0.00061	0.0047	0.033	0.00056	0.0060	0.039	0.00050	0.0036	0.037
组间变动性方差，S_L^2	$S_l^2 = \frac{m\sum_{i=1}^{m} \bar{x}_i^2 - (\sum_{i=1}^{m} \bar{x}_i)^2}{m(m-1)} - \frac{S_r^2}{n}$	9.85E-08	2.92E-06	1.49E-04	1.41E-07	2.89E-06	2.06E-04	6.35E-08	4.55E-07	1.16E-04
再现性标准偏差，S_R	$S_R = \sqrt{S_r^2 + S_L^2}$	3.81E-04	2.39E-03	1.70E-02	4.26E-04	2.74E-03	2.01E-02	3.09E-04	1.46E-03	1.72E-02
再现性变异系数（%）	再现性变异系数，$\% = \frac{S_R}{\bar{X}_m} \times 100$	7.7	4.9	3.4	8.3	5.3	3.9	6.8	3.0	3.5
再现性限，R	$R = 2.8 \times S_R$	0.0011	0.0067	0.048	0.0012	0.0077	0.056	0.00087	0.0041	0.048

统计内容	计算公式	氟虫腈砜/mg/kg			氟虫腈亚砜/mg/kg			嘧霉胺/mg/kg		
		0.005	0.05	0.5	0.005	0.05	0.5	0.005	0.05	0.5
实验室数目，p	—	5	5	5	5	5	5	5	5	5
可接受结果数目	—	25	25	25	25	25	25	25	25	25
平均值（mg/kg）	$\bar{X}_m = \frac{\sum n_i x_i}{n_i}$	0.0046	0.049	0.48	0.0047	0.049	0.51	0.0046	0.048	0.50
重复性标准偏差，S_r	$S_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{m} S_i^2}{m}}$	1.74E-04	1.22E-03	1.30E-02	1.91E-04	1.35E-03	1.16E-02	1.36E-04	1.42E-03	1.14E-02
重复性变异系数（%）	重复性变异系数，$\% = \frac{S_r}{\bar{X}_m} \times 100$	3.8	2.5	2.7	4.1	2.8	2.3	3.0	3.0	2.3
重复性限，r	$r = 2.8 \times S_r$	0.00049	0.0034	0.036	0.00053	0.0038	0.032	0.00038	0.0040	0.032
组间变动性方差，S_L^2	$S_l^2 = \frac{m\sum_{i=1}^{m} \bar{x}_i^2 - (\sum_{i=1}^{m} \bar{x}_i)^2}{m(m-1)} - \frac{S_r^2}{n}$	2.68E-08	6.14E-06	6.52E-04	1.29E-07	8.55E-06	2.81E-04	6.80E-08	2.92E-06	1.51E-04
再现性标准偏差，S_R	$S_R = \sqrt{S_r^2 + S_L^2}$	2.39E-04	2.76E-03	2.86E-02	4.06E-04	3.22E-03	2.04E-02	2.94E-04	2.22E-03	1.68E-02
再现性变异系数（%）	再现性变异系数，$\% = \frac{S_R}{\bar{X}_m} \times 100$	5.2	5.7	5.9	8.7	6.5	4.0	6.4	4.7	3.4
再现性限，R	$R = 2.8 \times S_R$	0.00067	0.0077	0.080	0.0011	0.0090	0.057	0.00082	0.0062	0.047

四、与现行相关法律、行政法规和其他标准的关系

目前我国国标中土壤中农药残留量检测方法标准有《GB/T 14550-2003 土壤中六六六和滴滴涕测定的气相色谱法》，另有农业行业标准：《NY/T 1616-2008 土壤中 9 种磺酰脲类除草剂残留量的测定液相色谱—质谱法》及《NY/T 2067-2011 土壤中 13 种磺酰脲类除草剂残留量的测定液相色谱串联质谱法》，烟草行业标准《YC/T 386-2011 土壤中有机氯农药残留量的测定气相色谱法》，环境行业标准：《HJ 614-2011 土壤中毒鼠强的测定气相色谱法》，等多残留或单残留方法标准。

本文件中 27 种农业生产中常用杀虫剂、杀菌剂、除草剂及其代谢物，国家并无相关的土壤中多残留检测强制性标准。

本文件符合现行法律法规、政策文件的要求。制订过程中严格贯彻国家有关方针、政策、法律和规章，与相关的各种基础标准相衔接，遵循了政策性和协调同一性的原则。

五、重大分歧意见的处理过程、处理意见及其依据

本标准无重大分歧意见。

本项标准文本草案和编制说明草案，共计向 30 家企事业单位征求意见，共计回收有效意见 27 家，其中 3 家无反馈意见。对 27 家单位的反馈意见进行分类汇总，统计标准文本和编制说明共计 50 处修改意见，其中文字、翻译、符号、单位、格式、有效数字等 38 处，标准文本技术内容表达修改 12 处，均为细节性优化完善。已虚心采纳各同行专家的意见，逐项完成修改完善，详见“山东省地方标准征求意见汇总处理表”。

六、对地方标准自发布日期至实施日期之间的过渡期（以下简称“过渡期”）的建议及理由

本标准为化学分析方法标准，不涉及有关国家安全、保护人体健康和人身财产安全、环境质量要求等有关强制性地方标准或强制性条文等的八项要求之一，因此建议将其作为推荐性标准发布实施。

由于我省土壤高通量检测方法的缺乏，本标准经发布后宜尽快实施，建议过渡期是1个月。此期间对标准进行推广和宣贯，推动标准落地实施。允许省内企事业单位在本标准过渡期内参考使用。

七、其他需要说明的内容

暂无涉及专利等其他应当说明的内容。

八、实施效益分析

该标准技术指标科学、广适，紧扣国家和山东省有关政策文件要求，能够简便、快捷地对农田土壤污染状况进行监测，确保及时发现农田土壤的安全问题和隐患，从而早预防早治理，是生态农业建设的关键环节，为“十四五”农业高质量发展工作提供标准化支撑。

提出部门：山东省农业农村厅

（盖　章）

2022年7月