



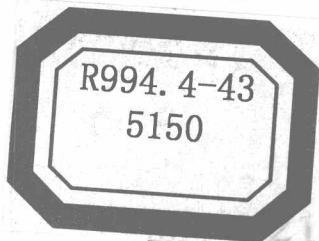
面向 21 世纪 课 程 教 材
Textbook Series for 21st Century

农药残留分析

岳永德 主编

4-43
0

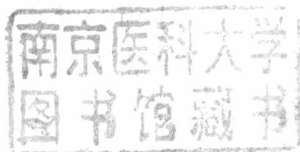
中 国 农 业 出 版 社



21 世纪课程教材
Textbook Series for 21st Century

农药残留分析

岳永德 主编



南医大 0775150

中国农业出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

农药残留分析/岳永德主编. —北京: 中国农业出版社,
2004. 8 (2007. 7 重印)
面向 21 世纪课程教材
ISBN 978-7-109-09121-4

I. 农… II. 岳… III. 农药残留量分析-高等学校-教材 IV. X592

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2004) 第 064636 号

中国农业出版社出版

(北京市朝阳区农展馆北路 2 号)

(邮政编码 100125)

责任编辑 李国忠 毛志强 杨国栋

北京市联华印刷厂印刷 新华书店北京发行所发行
2004 年 8 月第 1 版 2012 年 1 月北京第 4 次印刷

开本: 787mm × 960mm 1/16 印张: 23.5

字数: 417 千字

定价: 35.00 元

(凡本版图书出现印刷、装订错误, 请向出版社发行部调换)

前 言

20年前,我国著名的农药残留和环境毒理学专家、我的老师樊德方教授主编出版了《农药残留量检测与分析》一书。20年来,该书一直是我国农药残留分析教学和研究中最重要的参考书之一。进入21世纪,随着我国加入世界贸易组织(WTO),一些发达国家对农产品中的农药残留限量做出了极其苛刻的要求,农药残留问题不仅成为我国农产品出口的重要障碍,也突出地成为消费者普遍关注的食品安全问题的重要内容。农药残留问题自20世纪70年代以来,再次受到前所未有的重视和关注。国家科技部启动的十五重大专项“食品安全关键技术研究”对农药残留分析设立了专项课题,农业部在全国各省许多市县建立了农药残留检测机构,并正在形成全国范围的农药残留检测体系。在新的形势下,我国急需培养大批切实掌握农药残留分析技术和管理知识的专门人才。但多年来,我国高等院校一直缺少一本《农药残留分析》教材。受农药残留分析界的前辈樊德方先生、陈宗懋先生、钱传范先生和庄无忌先生的鼓励,中国农业出版社胡志江主任的支持,农业部农药检定所查显才所长的支持,特别是还受到科技部“食品安全重大专项”农药残留检测技术课题的支持,我和浙江大学、中国农业大学、华南农业大学等高校以及农业部农药检定所的同行人一道,花费2年时间,编成了这本农药残留分析教材。在此向他们表示衷心的感谢。本教材可供高等院校有关专业本科生或研究生使用,教学中可以根据教学学时和教学要求选择内容。本教材也可以供农业、卫生、食品、环境、化工、贸易等行业从事农药残留分析的技术和管理人员参阅。

全书共分十一章。各章的编写人员为:第一章 岳永德;第二章 刘丰茂;第三章 曾鑫年;第四章 朱鲁生、范志先、岳永德;第五章 范志先、虞云龙、操海群;第六章 陆貽通、周培;第七章 岳永德、刘丰茂;第八章 花日茂、虞云龙、曾鑫年;第九章 朱鲁生;第十章 汤锋;第十一章 何艺兵实验部分 花日茂、汤锋等。全书由岳永德修改定稿;由浙江大学樊德方教授、中国农业大学钱传范教授主审。

近年来,农药残留分析发展很快,新的分析技术不断出现。随着国际上对痕量污染物的监控越来越严格,对残留分析方法的协同和确认研究,以及方法

的不确定度等可靠性分析都显示了十分重要的作用。本教材尽可能地反映本领域当前的进展，但也难免挂一漏万。书中错漏之处，欢迎批评指正，以使本教材能够修改并加以完善。

主 编

2003.12

目 录

前言

第一章 绪论	1
1.1 农药残留和残留毒性	1
1.1.1 农药残留的定义	1
1.1.2 农药残留的来源	2
1.1.3 农药残留毒性	2
1.2 农药残留分析	3
1.2.1 农药残留分析的目的和特点	3
1.2.2 农药残留分析的方法和程序	4
1.2.3 农药残留分析方法的选择	5
1.3 农药残留分析的发展和任务	6
思考题	7
第二章 农药残留样品的采集	8
2.1 样品的种类	8
2.2 取样方法	9
2.2.1 农药残留田间试验及取样	9
2.2.2 商品取样	11
2.2.3 不同样品的采集要求	12
2.3 样品的包装、记录和贮存	15
2.4 样品的预处理	16
思考题	17
第三章 样品制备	18
3.1 样品制备的原理	18
3.1.1 分子的极性和水溶性	18

3.1.2 分配定律	20
3.1.3 挥发性和蒸气压	21
3.2 提取	22
3.2.1 溶剂提取法	23
3.2.2 固相提取法	27
3.2.3 强制挥发提取法	32
3.2.4 不同样品中残留农药的提取	34
3.3 浓缩	35
3.3.1 减压旋转蒸发法	36
3.3.2 K-D 浓缩法	36
3.4 净化	38
3.4.1 干扰杂质的性质	38
3.4.2 常用净化技术	39
3.5 样品制备新技术	44
3.5.1 固相微提取 (SPME, solid phase micro-extraction)	44
3.5.2 快速溶剂提取技术 (ASE, accelerated solvent extraction)	48
3.5.3 微波辅助提取法 (MAE, microwave assisted extraction)	49
3.5.4 超临界流体提取法 (SFE, supercritical fluid extraction)	49
3.6 样品制备效果的确认	51
思考题	52
第四章 农药残留分析的质量控制	53
4.1 农药残留分析实验室的基础条件	53
4.1.1 试剂要求	53
4.1.2 实验室的环境条件	56
4.1.3 人员要求	56
4.1.4 管理制度	57
4.2 农药标准物质	58
4.2.1 概述	59
4.2.2 农药纯品常用的制备方法	62
4.2.3 农药纯品常用的鉴定方法	67

4.2.4 农药纯品制备和鉴定的实例	70
4.3 残留分析方法可靠性的确认	75
4.3.1 方法的灵敏度	75
4.3.2 方法的准确度	75
4.3.3 方法的精密度	76
4.3.4 方法的专一性	77
4.3.5 校准曲线	77
4.4 农药残留分析重要环节的质量控制	78
4.4.1 样品运输及贮存	78
4.4.2 农药标准物质与标准溶液配制	78
4.4.3 防止实验室污染和干扰	79
4.4.4 减少提取和浓缩过程的残留农药损失	79
4.4.5 回收率测定与校准	80
4.5 残留分析结果的表达与数据处理	81
4.5.1 残留分析结果的记录和取舍	81
4.5.2 真值和平均值	84
4.5.3 异常数据的取舍	85
4.5.4 测定结果的整理	87
思考题	91
第五章 农药残留测定方法	93
5.1 气相色谱法	93
5.1.1 概述	93
5.1.2 气相色谱的基本原理	95
5.1.3 色谱柱	102
5.1.4 检测器	108
5.1.5 定性与定量分析	114
5.2 高效液相色谱法	116
5.2.1 概述	116
5.2.2 流动相和固定相	125
5.2.3 色谱柱	130
5.2.4 检测器	131
5.2.5 高效液相色谱仪的日常维护	139
5.2.6 定性与定量分析	140

5.3 高效薄层色谱法	141
5.3.1 概述	141
5.3.2 高效薄层色谱法的原理	143
5.3.3 固定相	146
5.3.4 流动相	149
5.3.5 薄层制备与活化	151
5.3.6 点样	153
5.3.7 展开	154
5.3.8 定位	158
5.3.9 定性分析	160
5.3.10 定量分析	161
5.4 色谱—质谱联用技术	162
5.4.1 质谱的基本知识	162
5.4.2 气相色谱—质谱 (GC—MS) 联用仪	178
5.4.3 液相色谱—质谱 (LC—MS) 联用仪	181
5.4.4 色谱—质谱联用技术在农药残留分析中的应用	183
5.5 其他测定方法	191
5.5.1 超临界流体色谱法 (Supercritical fluid chromatograph, SFC)	192
5.5.2 高效毛细管电泳法 (High performance capillary elect-trophoresis, HPCE)	195
5.5.3 活体生物测定法	199
思考题	199
第六章 农药残留的酶抑制法与免疫测定技术	201
6.1 酶抑制分析测定法	201
6.1.1 酶法概述	201
6.1.2 酶法检测原理	202
6.1.3 酶源选择与提取	203
6.1.4 底物和显色剂	204
6.1.5 检测方法	205
6.1.6 酶抑制分析测定法有关的技术问题	208
6.2 免疫检测技术	209
6.2.1 免疫分析概述	209

6.2.2 酶联免疫吸附测定法	211
6.3 生物传感器在农药残留检测中的应用	222
6.3.1 生物传感器的原理	222
6.3.2 电化学生物传感器测定农药残留	222
6.3.3 免疫传感器	224
6.4 农药残留生物检测技术的问题和展望	224
思考题	225
第七章 农药多残留分析	226
7.1 概述	226
7.2 农药多类多残留方法 (Multiclass MRMs)	227
7.2.1 美国食品药品监督管理局方法 (FDA-PAM 法)	227
7.2.2 德国 DFG S 19 法 (DFG S19)	237
7.3 选择性多残留方法 (Selective MRMs)	243
7.3.1 N-氨基甲酸酯类杀虫剂多残留分析方法 (FDA-PAM 法)	243
7.3.2 苯脲类除草剂多残留分析 (FDA-PAM 法)	250
7.3.3 苯并咪唑类杀菌剂的多残留分析 (FDA-PAM 法)	252
7.4 农药多残留分析的确证	255
7.4.1 农药确证的定义	255
7.4.2 确证方法	256
思考题	261
第八章 杀虫剂残留分析	262
8.1 有机氯杀虫剂	262
8.1.1 概述	262
8.1.2 分析特点	262
8.1.3 苹果和土壤中硫丹的残留分析	264
8.2 有机磷杀虫剂	266
8.2.1 概述	266
8.2.2 分析特点	267
8.2.3 毒死蜱的残留分析	270
8.2.4 食品中甲胺磷和乙酰甲胺磷农药的残留分析	271
8.3 拟除虫菊酯杀虫剂	272

8.3.1 概述	272
8.3.2 氰戊菊酯的残留分析	274
8.4 氨基甲酸酯杀虫剂	276
8.4.1 概述	276
8.4.2 分析特点	277
8.4.3 稻米、稻秆、土壤及田水中克百威的残留分析	282
8.5 其他含氮杀虫剂	284
8.5.1 概述	284
8.5.2 食品中双甲脒的残留测定	284
8.5.3 蜂蜜中杀虫脒及其代谢物的残留分析	285
思考题	286

第九章 杀菌剂残留分析

9.1 有机硫杀菌剂	287
9.1.1 乙撑二硫代氨基甲酸盐类杀菌剂	287
9.1.2 二甲基二硫代氨基甲酸盐类杀菌剂	293
9.1.3 三氯甲硫基类杀菌剂	295
9.2 有机磷杀菌剂	296
9.2.1 概述	296
9.2.2 敌瘟磷的残留分析	296
9.3 取代苯类杀菌剂	297
9.3.1 概述	297
9.3.2 蔬菜、水果中百菌清的残留分析	297
9.3.3 百菌清及4-羟基百菌清的残留分析	298
9.4 杂环类杀菌剂	299
9.4.1 概述	299
9.4.2 甲霜灵的残留分析	300
9.4.3 乙烯菌核利的残留分析	302
9.4.4 异菌脲的残留分析	302
9.4.5 三唑酮的残留分析	303
9.4.6 丙环唑的残留分析	304
9.4.7 腈苯唑的残留分析	305
9.5 农用抗生素	305
9.5.1 概述	305

9.5.2 多抗霉素在苹果及土壤中的残留分析	306
思考题	308
第十章 除草剂残留量测定	309
10.1 苯氧羧酸类除草剂	309
10.1.1 概述	309
10.1.2 喹禾灵在棉籽、植株及土壤中的残留分析	309
10.2 二苯基醚类除草剂	311
10.2.1 概述	311
10.2.2 除草醚的残留分析	311
10.2.3 三氟羧草醚在大豆、植株及土壤中的残留分析	312
10.3 酰胺类除草剂	313
10.3.1 概述	313
10.3.2 乙草胺在大豆中的残留分析	314
10.3.3 乙草胺在土壤中的残留分析	315
10.4 苯脲类除草剂	315
10.4.1 概述	315
10.4.2 伏草隆在棉籽、土壤中的残留分析	316
10.5 磺酰脲类除草剂	316
10.5.1 概述	316
10.5.2 甲磺隆在稻米、稻秆、稻壳中的残留分析	317
10.6 三氮苯类除草剂	317
10.6.1 概述	317
10.6.2 莠灭津在甘蔗和土壤中的残留分析	318
10.7 环状亚胺类除草剂	319
10.7.1 概述	319
10.7.2 恶草酮在稻米、稻秆、稻壳中的残留分析	319
10.7.3 恶草酮在土壤和花生中的残留分析	320
10.7.4 氟烯草酸在大豆和土壤中的残留分析	321
10.8 其他除草剂	322
10.8.1 咪草烟在大豆和土壤中的残留分析	322
10.8.2 二氯喹啉酸在稻米、稻秆、土壤和田水中的 残留分析 (一)	323
10.8.3 二氯喹啉酸在稻米、稻秆、稻壳、土壤和田水中的	

残留分析(二)	324
10.8.4 氟乐灵在玉米、植株及土壤中的残留分析	325
10.8.5 灭草松在小麦和土壤中的残留分析	326
思考题	328
第十一章 农药残留法规与管理	329
11.1 农药残留管理法规	329
11.1.1 我国农药残留管理法规	330
11.1.2 我国新农药登记管理中的残留试验要求	331
11.1.3 美国农药残留管理法规	332
11.2 农药残留限量标准	334
11.2.1 相关定义	334
11.2.2 食品法典委员会(CAC)残留限量的制定	335
11.3 农药残留的监督监测管理	338
11.3.1 农药残留监测的目的和程序	338
11.3.2 美国农药残留监测管理	339
11.3.3 我国农药残留监测	342
11.4 农药残留的风险性评价	342
11.4.1 风险性评价的构成	342
11.4.2 风险性评价的步骤	343
思考题	344
实验部分	345
实验一 气相色谱填充柱的制备	345
实验二 弗罗里硅土的使用和标定——月桂酸值法	346
实验三 谷物中六六六残留量测定——索氏抽提法	347
实验四 残留农药的固相提取(SPE)试验(开放性实验)	348
实验五 水样中甲胺磷残留的 SPE 提取	350
实验六 茶叶中拟除虫菊酯类杀虫剂的多残留测定	351
实验七 葡萄酒中乙撑硫脲(ETU)残留量测定	353
实验八 青菜中甲基对硫磷的残留量测定	355
实验九 蔬菜中有机磷杀虫剂的多残留测定	357
主要参考文献	358

residues) 和轭合残留 (conjugated residues)。前者指农药亲体或代谢物与土壤中的腐殖质、植物体的木质素、纤维素通过化学键合或物理结合作用, 牢固结合形成的残留物; 后者指农药亲体或代谢物与生物体内某些内源物质如糖苷、氨基酸、葡萄糖醛酸等在酶的作用下结合形成的极性较强、毒性较低的残留物。结合残留和轭合残留在一定条件下可以重新游离、释放出农药, 所以是特定条件下加以分析测定和考虑的农药残留部分。

1.1.2 农药残留的来源

当农药直接用于农作物、畜禽或环境介质 (包括水、空气、土壤等) 时, 或者间接通过挥发、飘移、径流、食物或饲料等方式暴露于上述受体时, 就产生了农药残留。过高的农药残留量一般是由于使用化学性质稳定、不易分解的农药品种, 或者是不合理地过量使用农药造成的。当用持留有农药残留的饲料饲喂家畜, 或者在农药污染的土壤上种植作物, 持留着的微量 (或痕量) 农药就会向家畜、作物体内转移和蓄积, 这是农药残留的间接来源。在农药施用结束或暴露 (包括转移) 停止时发生的农药残留程度称为初始残留量。初始残留量的大小取决于农药施用或暴露量的大小, 在此之后任一时间点的农药残留量则取决于初始残留量的降解速率。降解速率主要受农药的性质、受体的性质及环境因素三方面的影响。农药的性质包括蒸气压、稳定性 (可降解性)、溶解度和分散性 (施药方式) 等。例如溶解度影响农药在环境介质、生物体内的分配、转移, 尤其是向地下水的转移; 分散性影响农药在介质中的附着、分布、向大气的转移; 受体的性质影响农药的吸附、吸收、贮存和分布, 而植物的生长速率则对农药残留有显著的生长稀释作用; 环境因子如温度、降水、阳光、风等则影响农药的挥发、降解和转移等。农药残留降解过程表现为上述综合作用的结果。一般以残留半衰期, 即农药初始残留量至降解一半所需的时间来表示。

1.1.3 农药残留毒性

因摄入或长时间重复暴露农药残留而对人、畜以及有益生物产生急性中毒或慢性毒害, 称农药残留毒性 (pesticide residual toxicity)。农药残毒的大小受农药的性质和毒性、残留量多少等因素的制约而表现极大的差异。因食物中的过量农药残留引起急性中毒的现象一般是高毒农药违规施用造成的。这类农药如有机磷杀虫剂甲胺磷、对硫磷、氧化乐果, 氨基甲酸酯杀虫剂涕灭威、克百威等。1970 年, 我国浙江金华、绍兴等地区的农民因食用有机汞杀菌剂西力生处理的小麦而发生群体中毒, 对这一事件的重视和调查揭开了我国农药残留

研究的序幕。在 20 世纪 80 年代至 90 年代, 由于菜农违规使用甲胺磷, 使蔬菜中甲胺磷残留量严重超标, 在上海、北京、浙江等地多次发生食用蔬菜中毒事件。一些国家和地区对这类高毒农药已陆续做出停止或限制使用的规定。

除了高毒农药外, 构成突出残留毒性的农药有以下一些类型: 化学性质稳定、难以生物降解、脂溶性强、容易在生物体富集的农药, 有机氯杀虫剂的许多品种都属于这一类, 如滴滴涕、六六六; 农药亲体或其杂质或代谢物具有三致性(致癌、致畸、致突变)的农药, 如杀虫脒的代谢产物 N-4-氯邻甲苯胺, 代森类杀菌剂的代谢产物乙撑硫脲, 其他品种如敌枯双、2, 4, 5-T、三环锡、二溴氯丙烷等。在这一类农药中, 有些品种在动物毒性试验中发现有明确或潜在的致畸作用, 或具有类似生物体激素性质扰乱生物体内分泌系统的作用, 近年来人们将这些农药称为“环境激素化合物”或“内分泌干扰化合物”(EDCS, endocrine disrupting chemicals)。1996 年美国环境保护局(EPA)确认提出 60 种环境激素化合物, 其中包括除草醚等 39 种农药。一些有机磷农药还有迟发性神经毒性(delayed neurotoxicity)的问题, 其症状为下肢麻痹, 肌肉无力, 食欲不振的瘫痪状。最早发现有此毒性的有机磷化合物是三邻甲苯磷酸酯(TOCP)引起的所谓“姜酒事件”。1930 年美国有 2 万多人饮用了掺有 TOCP 的牙买加姜酒, 十几天后许多饮酒者下肢瘫痪。1975 年埃及使用溴苯磷防治棉花害虫时也发生类似人畜中毒事件, 导致 EPA 撤消对其登记。迟发性神经毒性可由职业性接触, 一次性摄入, 或长期暴露低剂量而引起。

为了防止食品中的农药残留危害人体健康, 人们在农药残留的安全性评价的基础上, 制定了每种农药在每种农产品中的最大残留限量(MRLs, maximum residue limits)。最大残留限量是指农畜产品中农药残留的法定最大允许量, 其单位是 mg/kg。随着科学技术的发展和社会进步, 消费者对食品质量和安全性的意识越来越强, 各国政府管理部门对农药残留量最大限量标准, 也在不断修改和降低, 要求渐趋严格, 这就对农药残留分析提出更高的技术要求和更迫切的社会需要。

1.2 农药残留分析

1.2.1 农药残留分析的目的和特点

农药残留分析是应用现代分析技术对残存于各种食品、环境介质中微量、痕量以至超痕量水平的农药进行的定性、定量测定。其主要作用和目的是研究农药施用后在农作物或环境介质中的代谢、降解和转归, 制定农药残留限量标

准、农药安全使用标准等,以满足政府管理机构对农药注册以及农药安全、合理使用的管理的需要;检测食品和饲料中农药残留的种类和水平,以确定其质量和安全性,并作为食品和饲料在国际国内贸易中品质评价和判断的标准和依据,满足政府管理机构对食品质量和安全的管理的需要;检测环境介质(水、空气、土壤)和生态系生物构成的农药残留种类和水平,以了解环境质量和评价生态系统的安全性,满足环境监测与保护的管理的需要。

农药残留分析是分析化学中最复杂的领域,其原因是以下几个特点所致:①残留分析需分离和测定的物质是在 ng (10^{-9}g)、 pg (10^{-12}g) 甚至 fg (10^{-15}g) 水平,一次成功的分析需要有对许多参数的正确理解。例如提取和净化方法的成功与否取决于残留分析人员对操作条件的正确选择和结合。②样品使用农药历史的未知性和样品种类的多样性,造成了分析过程的复杂性。③农药品种的不断增多,对农药多残留分析提出了越来越高的技术适应性要求。

1.2.2 农药残留分析的方法和程序

农药残留分析在农业、卫生防疫、食品、质量检验、国际国内贸易、环境科学、农药化工等许多管理部门、企业、高等院校和科研机构均有广泛的应用。

农药残留分析方法可分为两类:一类是单残留方法(SRM, single residue methods)。它是定量测定样品中一种农药(包括其具有毒理学意义的杂质或降解产物)残留的方法。这类方法在农药登记注册的残留试验、制定最大农药残留限量(MRL)或在其他特定目的的农药管理和研究中经常应用。另一类是多残留方法(MRM, multiresidue methods)。它是在一次分析中能够同时测定样品中一种以上农药残留的方法。根据分析农药残留的种类不同,一般分为两种类型:一种多残留方法仅分析同一类的多种农药残留,例如一次分析多种有机磷农药残留,这种多残留方法也称为选择性多残留方法(selective multiresidue methods);另一种多残留方法一次分析多类多种农药残留,也称为多类多残留方法(multi-class multiresidue methods)。多残留方法经常用于管理和研究机构对未知用药历史的样品进行农药残留的检测分析,以对农产品、食品或环境介质的质量进行监督、评价和判断。

农药残留分析包括样品采集、样品预处理、样品制备以及分析测定等程序。样品采集包括采样、样品的运输和保存,是进行准确的残留分析的前提。样品预处理是对送达实验室的样品进行缩分、剔除或粉碎等处理,使实验室样品(laboratory sample)成为适于分析处理的检测样品(test sample)的过程。样品制备包括提取(extraction),指从试样中分离残留农药的过程;净化

(clean up), 指将提取物中的农药与共提物质(或干扰物质)分离的过程。在有些农药残留的分析中, 为了增强残留农药的可提取性或提高其分辨、测定的灵敏度, 对样品中该种农药进行化学衍生化处理, 称之为衍生化(derivization)。分析过程包括试样的测定和数据报告。试样的测定包括定性和定量分析。人们通常把从分析仪器获得的与样品中的农药残留量成比例的信号响应称为检出(detection)。把通过参照比较农药标准品的量(外标法或内标法)测算出试样中农药残留的量称为测定(determination)。人们习惯把这个过程合起来称为检测或简称为测定。数据报告不但是残留分析结果的计算、统计和分析, 更是对残留分析方法的准确性、可靠性进行描述和报告, 包括方法再现性、重复性、检测限、定量限、回收率、线性范围和检测范围等, 更进一步则是方法的不确定度分析, 以说明残留分析过程中的质量保证和质量控制。

1.2.3 农药残留分析方法的选择

在选择采用何种农药残留分析方法时, 一般应考虑以下几个因素:

(1) 目标农药的理化性质、分析任务的要求、样品的性质及样品来源的用药历史。残留分析人员首先应了解目标农药的重要理化性质, 如化学结构、极性、溶解性、蒸气压及稳定性等。根据分析任务的目的、要求, 选用适合的农药残留分析方法。而样品的性质对样品处理方法的选择是十分重要的。

(2) 单残留或多残留方法。如选择多残留方法, 分析样品的用药历史未知, 最理想的是结合用残留快速测定方法对样品进行筛选, 以确定是否进行进一步的多残留分析。

(3) 考虑最大残留限量和方法检测限以及方法总误差。任何分析方法都有一个最小检出量(LOD, limit of detection), 分析目标物的量在此限之下即使存在也无法检出。要考虑农药的最大残留限量与最低检测浓度(LOQ, limit of quantification)是否相适合、分析试样的背景和仪器的灵敏度。

方法总误差(TE, total error)表现方法的准确度和精密度, 是二者之和。方法的准确度以相对误差(RE, relative error)表示:

$$RE = (100 - \text{回收率}\%) / 100 \times 100$$

方法的精密度以相对标准偏差(RSD, relative standard deviation)表示:

$$RSD = \frac{S}{\text{平均回收率}\%} \times 100$$

这里 S = 标准偏差

$$\text{总误差} = RE + 2RSD$$

在痕量分析中, 总误差较易发生, 一般总误差 < 50% 为好, 50% ~ 100%