

赛里安气相色谱质谱联用仪：快速准确测定 19 种有机磷农药

有机磷农药，是指含磷元素的有机化合物农药。主要用于防治植物病、虫、草害。其在农业生产中的广泛使用，导致农作物中发生不同程度的残留。

为了规范固体废物及其浸出液中有机磷类、拟除虫菊酯类等 47 种农药的测定方法，生态环境部颁布了 HJ963-2018《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》，自 2019 年 1 月 1 日起施行。



中华人民共和国国家环境保护标准

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

Solid waste —Determination of 47 organophosphorous and pyrethroid
pesticides— Gas chromatography mass spectrometry

（发布稿）

本电子版为发布稿。请以中国环境出版社出版的正式标准文本为准。

有机磷农药对人体的危害以急性毒性为主，多发生于大剂量或反复接触之后，会出现一系列神经中毒症状，如出汗、震颤、精神错乱、语言失常，严重者会出现呼吸麻痹，甚至死亡。

有机磷农药逐渐迈向超高效低残留的高效环保型的发展趋势，在环境和农产品的残留也很低，和多种农药残留共同存在，特别是在发达国家，所建立的农药残留限量标准往往过于苛刻。这就要求在检测时，试图消除被测样品中其他物质的干扰，这就需要运用高灵敏度的检测器来实现。

本应用主要介绍了如何使用赛里安气质联用仪对 19 种有机磷农药进行快速检测。

实验部分

仪器

天美仪拓实验室设备（上海）有限公司
上海市松江新桥民益路201号16幢（201612）
t 010-64010651
f 010-64060202
e techcomp@techcomp.cn
w www.techcomp.cn

气相参数

进样口温度:	270°C
色谱柱:	DB-17MS 30m×0.25mm×0.25μm
分流比:	不分流
升温程序:	40°C, 1min
	30°C/min, 130°C, 0min
	5°C/min, 225°C, 0min
	10°C/min, 280°C, 5min
进样方式:	直接进样

质谱参数

离子源温度:	280°C
传输线温度:	280°C

试剂及标准品

19 种有机磷农药混标

结果

示例图

19 种有机磷农药混标分离度与灵敏度良好, 详见图 1.

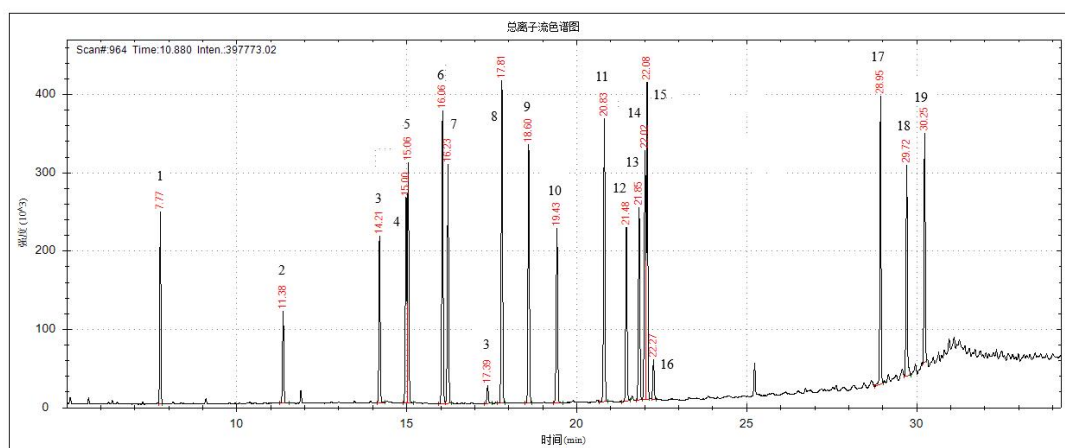
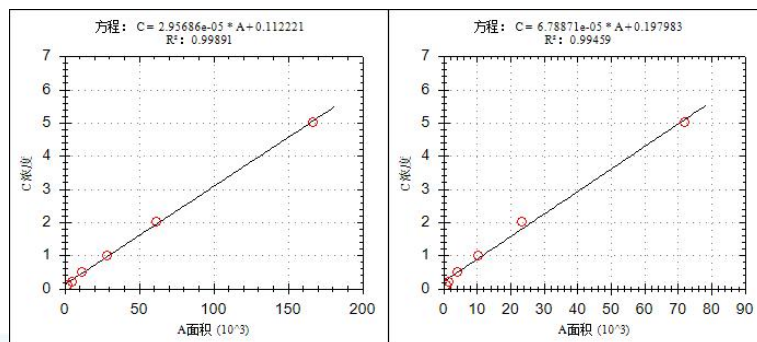


图 1. 19 种有机磷农药混标总离子流图(10μg/ml)

校正曲线

19 种有机磷农药混标在 0.1-5 μ g/ml 范围内的校正曲线，线性关系良好，相关系数 $R^2 \geq 0.990$ ，部分数据见图 2，表 1。



1. 敌敌畏

2. 速灭灵

图 2. 19 种有机磷农药混标标准曲线

表 1. 19 种有机磷农药混标线性结果

序号	化合物	CAS 号	保留时间[min]	R^2
1	敌敌畏	62-73-7	7.76	0.9990
2	速灭灵	7786-34-7	11.37	0.9946
3	内吸磷 (O+S)	8065-48-3	14.20; 17.38	0.9927; 0.9913
4	灭克磷	13194-48-4	14.98	0.9966
5	虫线磷	297-97-2	15.04	0.9993
6	治螟磷	3689-24-5	16.06	0.9990
7	甲拌磷	298-02-2	16.21	0.9987
8	二嗪农	333-41-5	17.80	0.9987
9	乙拌磷	298-04-4	18.59	0.9983
10	乐果	60-51-5	19.41	0.9921
11	皮蝇磷	299-84-3	20.81	0.9994
12	甲基对硫磷	298-00-0	21.47	0.9904
13	脱叶亚磷	150-50-5	21.84	0.9933
14	粉锈宁	43121-43-3	22.01	0.9963
15	毒死蜱	2921-88-2	22.07	0.9994
16	氟虫腈	120068-37-3	22.27	0.9988
17	增效醚	51-03-6	27.63	0.9977
18	硫丹硫酸酯	1031-07-8	28.28	0.9982
19	溴螨酯	18181-80-1	28.65	0.9900

天美仪拓实验室设备（上海）有限公司

上海市松江新桥民益路201号16幢（201612）

t 010-64010651

f 010-64060202

e techcomp@techcomp.cn

w www.techcomp.cn

重现性

19 种有机磷农药混标峰面积 RSD% \leq 7.1%(n=6)，保留时间 RSD% \leq 0.03%(n=6)，结果详见表 2。

表 2. 19 种有机磷农药混标峰面积及保留时间

序号	化合物	保留时间(RSD%)	峰面积(RSD%)
1	敌敌畏	0.03	1.7
2	速灭灵	0.02	2.1
3	内吸磷 (O+S)	0.02; 0.02	3.0; 4.9
4	灭克磷	0.01	2.1
5	虫线磷	0.01	2.7
6	治螟磷	0.01	1.2
7	甲拌磷	0.01	1.6
8	二嗪农	0.01	2.0
9	乙拌磷	0.01	1.5
10	乐果	0.01	3.7
11	皮蝇磷	0.01	1.5
12	甲基对硫磷	0.01	1.6
13	脱叶亚磷	0.01	2.1
14	粉锈宁	0.01	2.9
15	毒死蜱	0.01	1.7
16	氟虫腈	0.01	7.1
17	增效醚	0.01	2.9
18	硫丹硫酸酯	0.01	2.5
19	溴螨酯	0.01	6.0

检出限

HJ 1053-2019 19 种有机磷农药混标检出限为 0.01~0.06 μ g/ml, 实验结果可见赛里安气质联用仪对 19 种有机磷农药混标检出限远优于 HJ 1053-2019, 详见表 3。

表 3. 19 种有机磷农药混标检出限

序号	化合物	检出限
1	敌敌畏	1
2	速灭灵	0.02
3	内吸磷 1	0.02
	内吸磷 2	0.02
4	灭克磷	0.01
5	虫线磷	0.01

6	治螟磷	0.01
7	甲拌磷	0.01
8	二嗪农	0.01
9	乙拌磷	0.01
10	乐果	0.03
11	皮蝇磷	0.01
12	甲基对硫磷	0.01
13	脱叶亚磷	0.01
14	粉锈宁	0.04
15	毒死蜱	0.01
16	氟虫腈	0.06
17	增效醚	0.01
18	硫丹硫酸酯	0.02
19	溴螨酯	0.01

结论

赛里安气质联用仪是天美全新推出的国产气质联用仪，采用高温惰性离子源、双轴预四极杆、长寿命电子倍增器等核心技术，可与进口质谱仪器性能相媲美，满足各行业领域检测的需求，如环境监测、农残药残、科学研究等等。

赛里安气相色谱质谱联用仪的操作简便，应对 19 种有机磷农药不仅快速，而且准确度高，能够满足各种复杂的分析需求。