



LCMS分析测定灭幼脲， 氟铃脲和氟啶脲

No.LCMS-005

摘要： 本文建立对3种农药灭幼脲，氟铃脲和氟啶脲进行LCMS分析测定的方法，以电喷雾离子化方式负离子模式监测，各化合物的[M-H]⁻作为定量分析用的选择性检测离子。

关键词： LCMS 农药 灭幼脲 氟铃脲 氟啶脲

食品安全问题已成为社会问题，对于蔬菜等农作物中农药残留，有相应食品安全法规的严格限制。一些易分解热不稳定或难挥发等农药需要LC进行分析，但食品中杂质多，干扰严重，因此进行LCMS选择性离子检测分析能消除杂质干扰，并且灵敏度高，有较大优势。灭幼脲(Chlorbenzuron，又名敌灭灵)，氟铃脲(Hexaflumuron)和氟啶脲(Chlorfluazuron)这三种农药都是

使用非常普遍的农药，其抑制表皮几丁质合成从而有效防治各种作物的害虫。三种农药化合物进行LCMS分析时采用电喷雾离子化方式负离子检测，灵敏度高，检测限均在1 ppb以下。

报告描述同时分析此3种农药化合物的例子。下图1给出了3种化合物扫描模式下分析的总离子流色谱图，可以分别得到灭幼脲、氟铃脲和氟啶脲的质谱图(图2)。

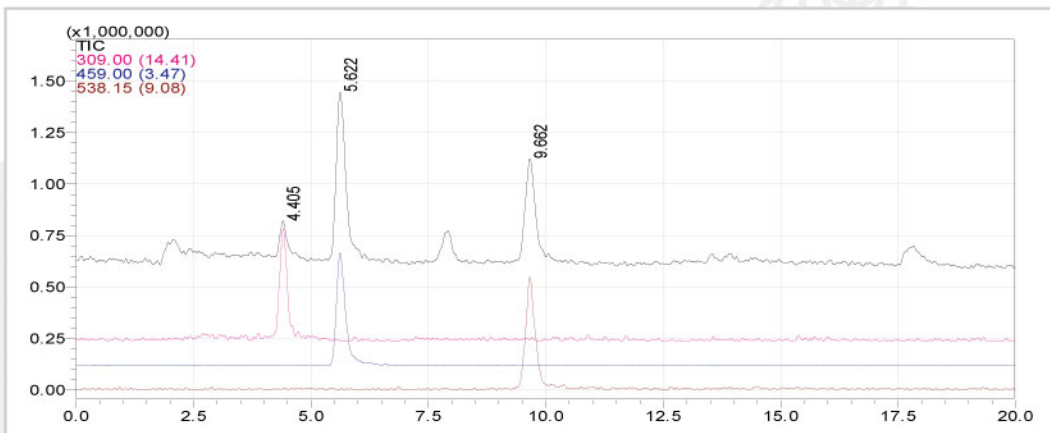
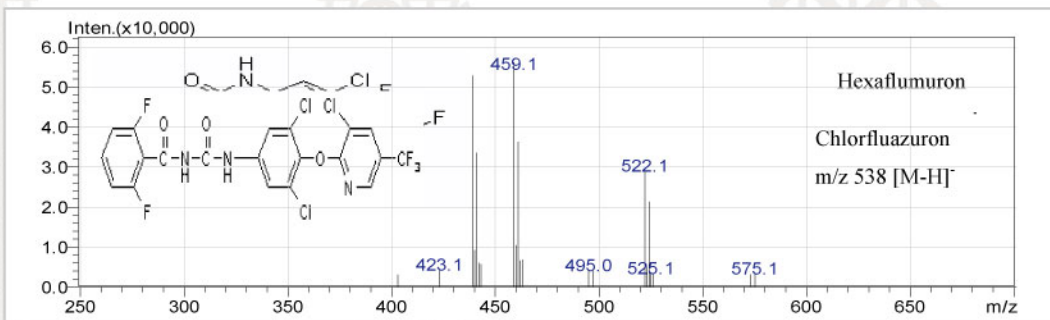


图 1 3种农药化合物总离子流色谱图



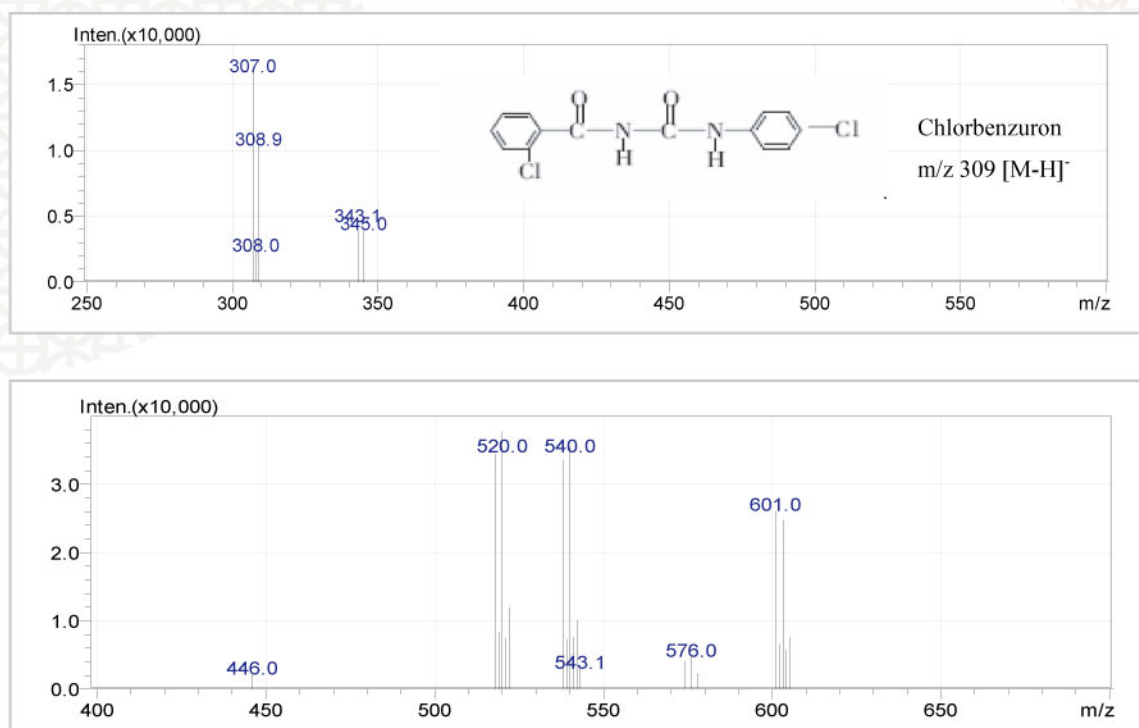


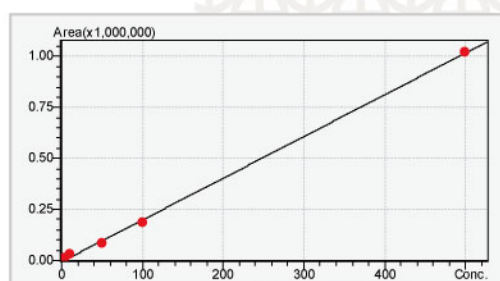
图2 3种农药质谱图

分别选择3种化合物的[M-H]⁻作为SIM方式定量分析(5ppb-500ppb),以峰面积(Y)和浓度(X)制作的标准曲线方程如下:

灭幼脲标准曲线 (m/z 309)

$$Y = 2,047.351X - 6,640.274$$

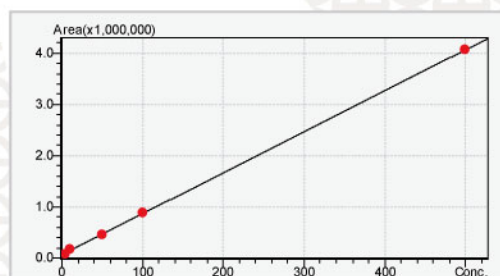
$$R = 0.9996$$



氟铃脲标准曲线 (m/z 459)

$$Y = 8,009.201X + 64,100.19$$

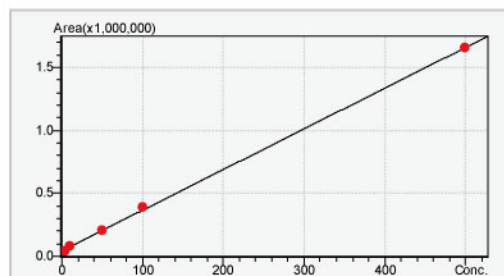
$$R = 0.9998$$



氟啶脲标准曲线 (m/z 538)

$Y = 3,233.799X + 42,265.00$

$R = 0.9996$



LCMS-2010EV分析条件

色谱柱: Shimadzu VP-ODS (2.0mmI.D. × 150mm, 5 μm)

流动相: 水 - 乙腈 (A/B)

梯度条件: 70%B (0 min) - 100%B (20min) - 70%(20.1-30min)

流速: 0.2mL/min

柱温: 40°C

接口: ESI (-)

Probe voltage: -3.5kV

雾化气: 1.5L/min

干燥气: 0.1MPa

检测器电压: 1.6 kV

CDL voltage: -20V