

Application News

No. C120

LC/MS
Liquid Chromatography Mass Spectrometry

采用三重四极杆 LC/MS/MS 分析自来水中的草铵膦、草甘膦、AMPA

Analysis of Glufosinate, Glyphosate, and AMPA in Drinking Water Using a Triple Quadrupole LC/MS/MS System

草铵膦被广泛用作氨基酸类除草剂，草甘膦被广泛用作处理茎叶的除草剂，另外，草甘膦在土壤中或水中代谢后生成的物质为氨基磷酸（AMPA）。

在 2015 年 3 月日本厚生劳动省健康局水道课课长通知（健水发 0325 第 3 号～6 号）中，针对水质管理目标设定项目的对象农药中未规定检查方法的农药草铵膦，公布了基于 LC/MS/MS 的检查方法。

以前针对草甘膦、AMPA 已公布了基于附录方法 12 或者附录方法 15 的高速液相色谱法的检查方法，本次作为草铵膦的检查方法而公布的附录方法 22 “基于衍生化-固相萃取-液相色谱-质谱联用仪的同时分析法”中，对草甘膦和 AMPA 也能够同时进行分析。

本文向您介绍利用该附录方法 22 对草铵膦、草甘膦以及 AMPA 进行分析的示例。使用 LCMS-8050 能够直接进行分析，从而能够省去预处理过程中通过固相萃取浓缩样品的过程。

样品的预处理

Sample Pretreatment

附录方法 22 规定，在碱性条件下使用氯甲酸-9-芴基甲酯（FMOC-Cl）衍生化后，通过固相萃取浓缩样品。图 1 是衍生化后的草铵膦、草甘膦、AMPA 的结构式。

图 2 为预处理的流程图。

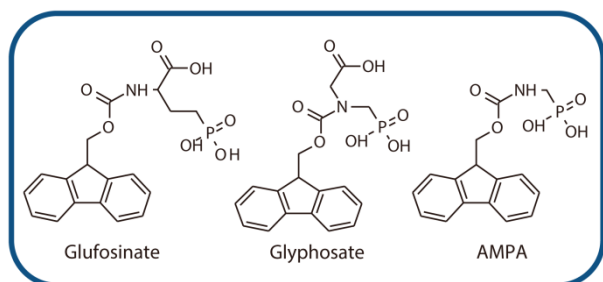
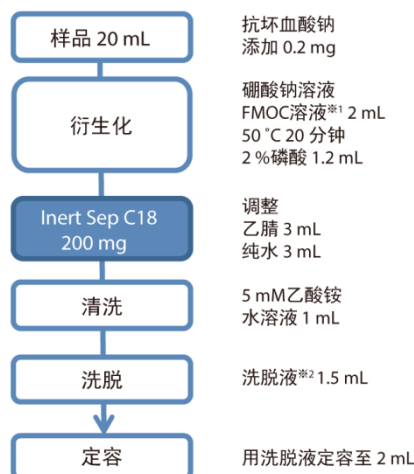


图 1 各 FMOC 衍生物的结构
Structure of Each Fmoc Derivative



※1 FMOC 1 mg/mL 乙腈溶液

※2 乙腈 / 5 mmol/L 醋酸铵 = 40/60

图 2 预处理操作
Pretreatment Process

分析草铵膦、草甘膦、AMPA 的标准溶液（有固相萃取）

Analyzing Glufosinate, Glyphosate, AMPA Standard Solutions (with Solid Phase Extraction)

对于将草铵膦、草甘膦、AMPA 的混合标准溶液（各 0.1 μg/L）衍生化、通过固相萃取浓缩 10 倍后的样品进行了测定，其 MRM 色谱图如图 3 所示。表 2 为分析条件。

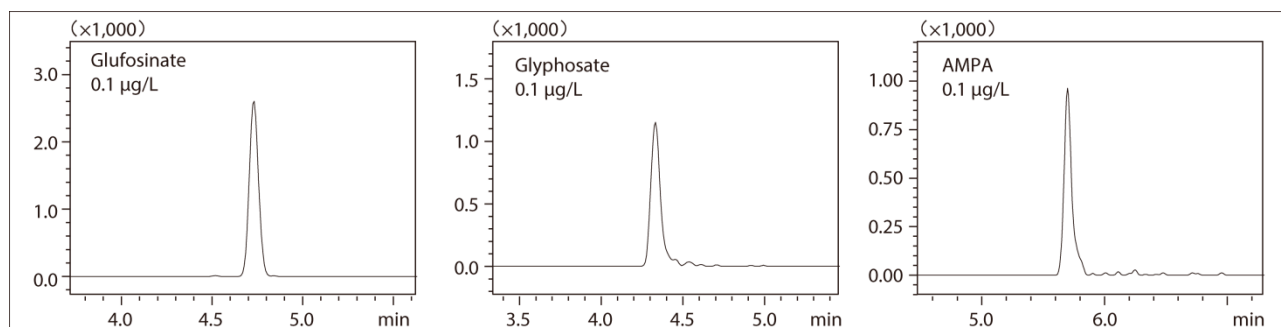


图 3 草铵膦、草甘膦、AMPA 各标准溶液的 MRM 色谱图（有固相萃取）
MRM Chromatograms of Glufosinate, Glyphosate, AMPA Standard Solutions (with Solid Phase Extraction)

■ 草铵膦、草甘膦、AMPA 标准溶液的衍生化-直接分析

Analyzing Glufosinate, Glyphosate, AMPA Standard Solutions by Derivatization and Direct Analysis

草铵膦、草甘膦、AMPA 的混合标准溶液 (0.1 µg/L) 的分析中, 省略了预处理的固相萃取, 仅进行了衍生化并分析。图 4 是得到的各 MRM 色谱图以及面积值%RSD (n = 5)。

由图可知, 即使在如此目标值的 1/100 以下的浓度下, 也充分满足%RSD < 30%, 说明即使省略了通过固相萃取浓缩样品的步骤, 只要使用高灵敏度的 LCMS-8050, 也能够进行分析。

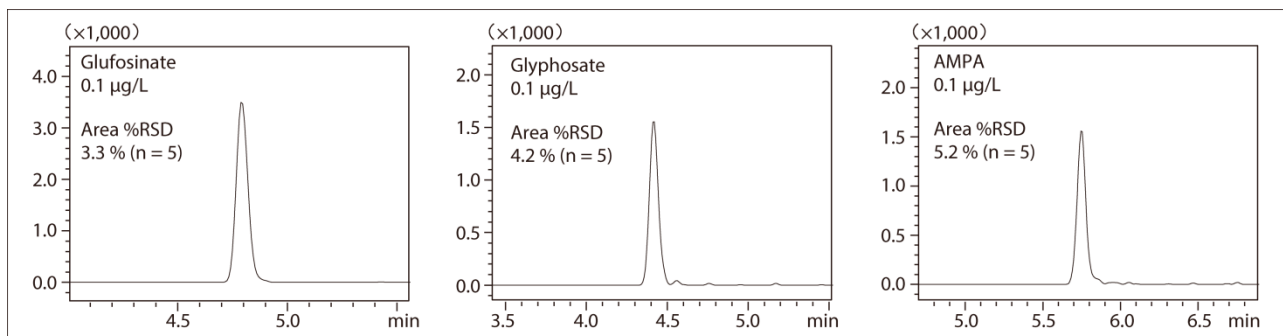


图 4 草铵膦、草甘膦、AMPA 标准溶液的 MRM 色谱图 (无固相萃取)
MRM Chromatograms of Glufosinate, Glyphosate, AMPA Standard Solutions (Without Solid Phase Extraction)

■ 使用自来水的加标回收试验 (衍生化-直接分析)

Spike and Recovery Test Using Drinking Water (Derivatization - Direct Analysis)

预处理省略了固相萃取仅进行衍生化, 实际使用自来水进行了草铵膦、草甘膦、AMPA 的加标回收试验。图 5 是自来水 (空白样品) 以及分别添加了 0.2 µg/L 草铵膦、草甘膦、AMPA 的自来水的各 MRM 色谱图。表 1 为回收率。由此可知, 回收率 (精确度) 达到 70~120%, 表示结果良好。

表 1 加标回收试验结果 (n=5)
Spike and Recovery Test Results (n = 5)

	回收率 (%)	
	添加 0.2 µg/L	添加 2 µg/L
Glufosinate	96	99
Glyphosate	88	77
AMPA	96	104

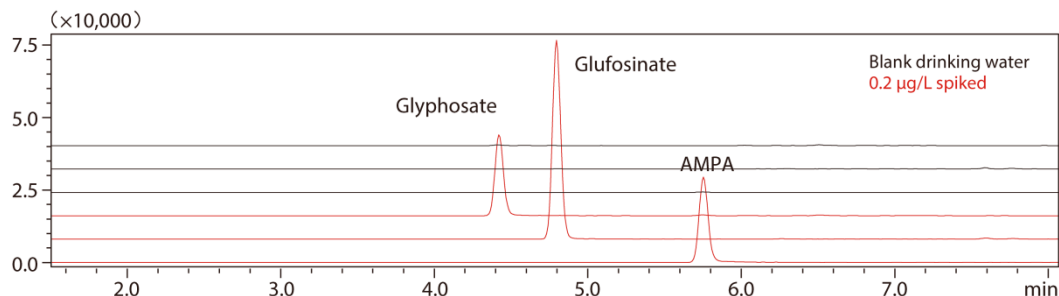


图 5 自来水 (空白样品) 以及添加了草铵膦、草甘膦、AMPA 的自来水的 MRM 色谱图 (无固相萃取)
MRM Chromatograms for Drinking Water (Blank) and Water Spiked with Glufosinate, Glyphosate, and AMPA (Without Solid Phase Extraction)

表 2 分析条件
Analytical Conditions

色谱柱	: Mastro C18 (100 mmL × 2.1 mm I.D., 3 µm, Shimadzu GLC)		
流动相	: A 5 mmol/L 醋酸铵- 水 B 乙腈		
流速	: 0.25 mL/min		
时间程序	: B conc 5 % (0 min) – 50 % (7 min) – 95 % (7.01 – 11 min) – 5 % (11.01 – 13 min)		
柱温	: 40 °C		
进样体积	: 2 µL (有固相萃取), 20 µL (无固相萃取)		
离子源电压	: - 3 kV (ESI-负)		
DL 温度	: 150 °C		
加热模块温度	: 400 °C		
接口温度	: 300 °C		
雾化气流速	: 2 L/min		
干燥气流速	: 10 L/min		
加热气流速	: 10 L/min		
MRM 离子对	Glyphosate	m/z 390>168	Glufosinate m/z 402>180
	AMPA	m/z 332>110	



岛津企业管理 (中国) 有限公司
岛津 (香港) 有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2015 年 11 月