

# Application News

## No. C181A

LC/MS

### 使用三重四极杆 LC/MS/MS 进行饮料中草甘膦、草铵膦、AMPA 的直接分析

草铵膦是作为氨基甲酸酯类除草剂而被广泛使用的农药，草甘膦是作为茎叶处理除草剂而被广泛使用的农药。草甘膦在土壤和水中代谢，生成氨基甲酸酯（AMPA）。二者均为极性极高的化合物，在 HPLC、LC-MS 中很难在反相模式下保持，因此，一般使用 FMOE 进行衍生化分析。

在本应用新闻中，省略了需要繁琐的预处理和时间的衍生化处理，介绍以高灵敏度测定草甘膦、草铵膦、AMPA 的事例。

M. Kawashima

#### ■ 对照溶液的分析

在表 1 所示的分析条件下，进行了草甘膦、草铵膦、AMPA 的 MRM 测定。5 μg/L 下的各化合物的色谱如图 1 所示，标准曲线如图 2 所示。另外，各校准点的准确性及面积值重复性 (%RSD) 如表 2 所示。校准点的准确性为 95.3~106.9%，取得了良好的结果。

表 1 分析条件

Instrument (LC)	: Nexera™ X2*		
Column	: HILICpak VT-50 2D (150 mmL × 2.0 mmI.D., 5.0 μm, 昭和電工製)		
Mobile phases	: A: 50 mmol/L Ammonium bicarbonate - Water B: Acetonitrile		
Gradient	: B Conc. 50 % (0.0-3.0 min) → 5 % (7.0-20.0 min) → 50 % (20.01-30.0 min)		
Flow rate	: 0.25 mL/min		
Column temperature	: 40 °C		
Injection volume	: 50 μL		
Instrument (MS)	: LCMS™-8050		
Probe voltage	: -3.0 kV (ESI-negative mode)		
Nebulizing gas flow	: 2 L/min		
Heating gas flow	: 10 L/min		
Interface temperature	: 300 °C		
DL temperature	: 250 °C		
Block heater temperature	: 400 °C		
Drying gas flow	: 10 L/min		
CID gas	: 325 kPa		
MRM transition	AMPA	110.00>78.80(-)	CE: 28.0
	グルホシネート	180.10>62.90(-)	CE: 43.0
	グリホサート	168.10>62.90(-)	CE: 24.0

\* 为了防止草甘膦、草铵膦吸附到装置上，将自动进样器的外配管变更为 PEEK 材质的配管。

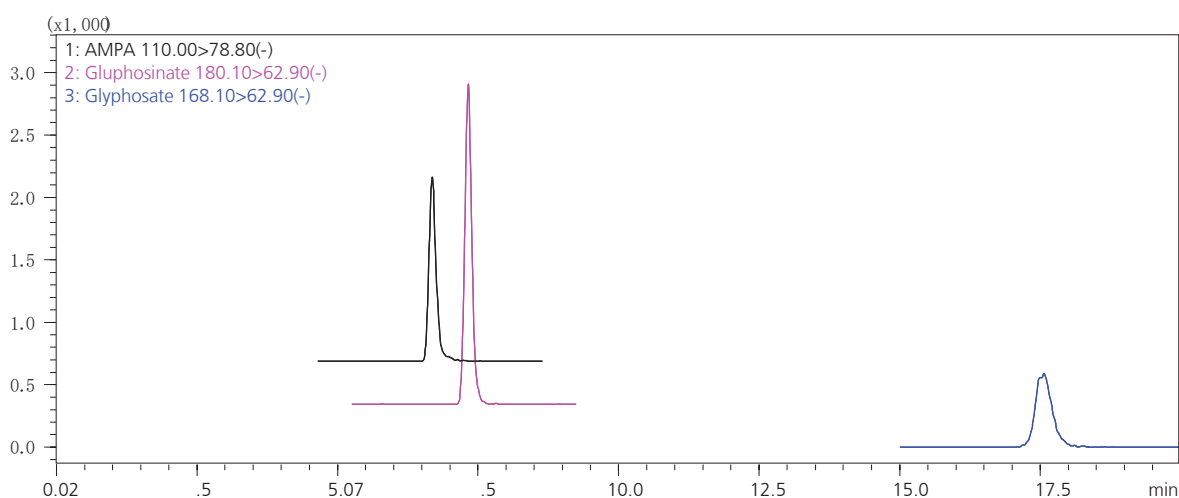


图 1 5 μg/L 下的草甘膦、草铵膦、AMPA 的 MRM 色谱

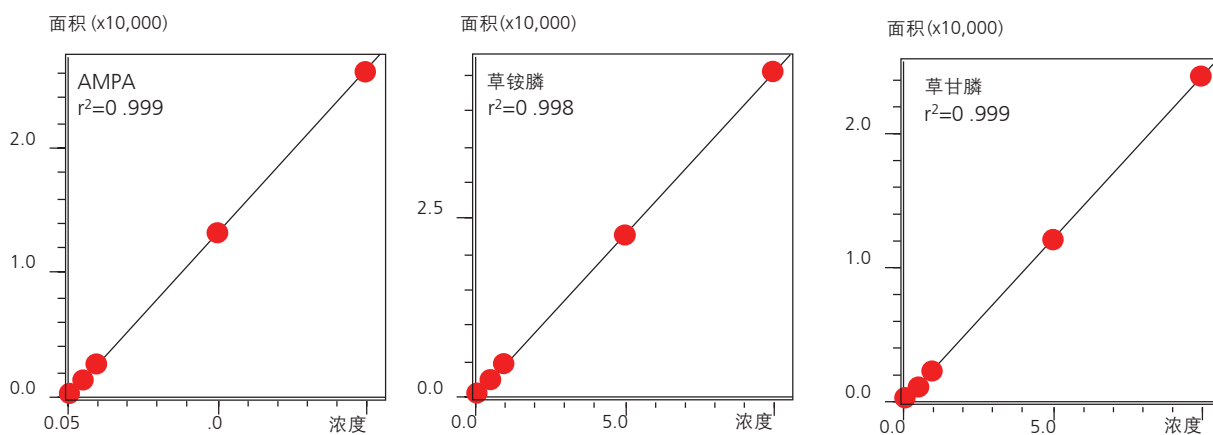


图2 草甘膦、草铵膦、AMPA 的标准曲线

表2 各校准点的准确性 (%) 及面积值重复性 (%RSD, n=3)

化合物名称	0.1 μg/L		0.5 μg/L		1 μg/L		5 μg/L		10 μg/L	
	准确性	重复性	准确性	重复性	准确性	重复性	准确性	重复性	准确性	重复性
AMPA	100.8	9.61	95.3	3.69	101.4	4.60	102.1	4.29	100.4	2.23
草铵膦	98.8	8.43	106.9	5.82	99.3	7.59	96.8	2.65	98.2	1.90
草甘膦	100.2	7.32	100.1	5.76	97.8	1.67	100.7	1.94	101.2	0.96

## 饮料的分析

在使用过滤器过滤后的五种饮料（咖啡、红茶、红葡萄酒、白葡萄酒、苹果果汁）中添加草甘膦、草铵膦、AMPA，使之达到 100 μg/L 的浓度，将其作为加标回收试验用试样。通过对使用超纯水将其稀释 100 倍的试样进行测定，确认了加标回收率。其结果如表 3 所示。

另外，作为加标回收率试验用试样的示例，咖啡的色谱如图 3 所示。

试样的预处理一般通过固相萃取等进行清理，但是，存在操作繁琐、耗费时间长、成本高的难点。在本方法中，只进行过滤器过滤和稀释等简单的预处理，所以实际试样的回收率均达到 72.9~104.9%，取得了良好的结果。

表3 回收率 (%) 及面积值重复性 (%RSD, n=3)

化合物名称	咖啡		红茶		红葡萄酒		白葡萄酒		苹果果汁	
	回收率	重复性	回收率	重复性	回收率	重复性	回收率	重复性	回收率	重复性
AMPA	88.8	6.44	90.5	4.82	76.2	9.67	76.6	10.38	78.5	1.60
草铵膦	82.6	6.16	91.5	4.13	72.9	3.42	77.5	4.76	86.5	5.88
草甘膦	96.1	5.59	93.8	9.88	94.8	7.67	104.9	10.34	86.9	1.99

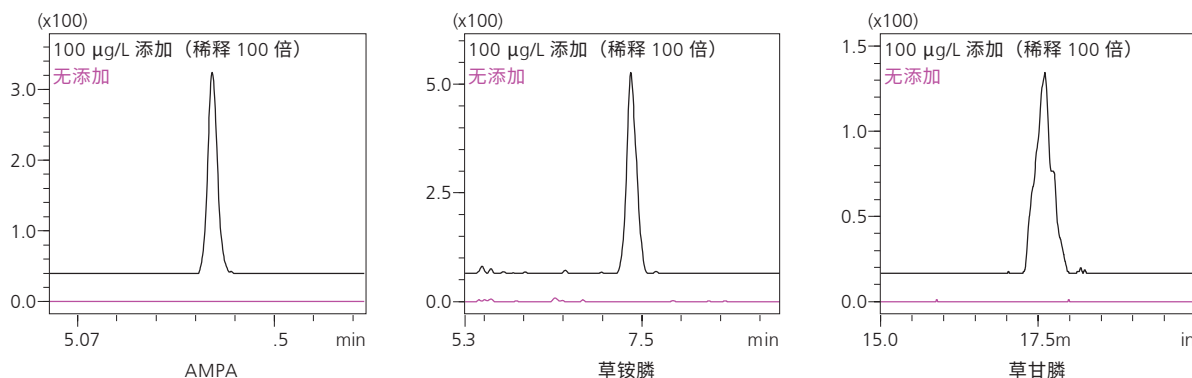


图3 加标回收率试验用试样（咖啡）的MRM 色谱

Nexera 及 LCMS 是岛津制作所株式会社的商标。  
HILICpak 是昭和电工株式会社的注册商标。  
此外，本文中可能对“TM”和“®”进行了省略。



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：2018 年12月