

Application News

No. C129A

LC/MS
Liquid Chromatography Mass Spectrometry

使用三重四极杆 LC/MS/MS 分析自来水中的双胍辛胺、百草枯和敌草快

Analysis of Iminoctadine, Paraquat, and Diquat in Tap Water Using Triple Quadrupole LC/MS/MS [LCMS-8050]

双胍辛胺是一种保护性杀菌剂；百草枯和敌草快是非选择性触杀型除草剂。

在 2015 年 3 月日本厚生劳动省健康局水道课长通知（健水发 0325 第 3 号～6 号）中，颁布了对自来水中这三种农药进行检测的方法，即固相萃取-液相色谱-质谱联用的同时分析法（附录方法 21）。

本文向您介绍使用附录方法 21，对双胍辛胺、百草枯和敌草快进行同时分析的示例。另外，还介绍省略了部分操作的简化预处理方法。

■ 样品的预处理

Sample Pretreatment

附录方法 21 规定在自来水样品的预处理中，使用硫代硫酸钠进行脱氯处理，再使用导入了羧基的二乙烯苯-N-乙烯基吡咯烷酮共聚物的固相色谱柱进行固相萃取。用氮气吹扫浓缩该洗脱液后，使用乙腈和甲酸混合液进行定容，然后使用 LC/MS/MS 进行分析。

图 1 为预处理的流程图。

预处理操作时为了防止样品吸附在容器上，需要对所有与样品接触的容器及器具采用经过精制水充分清洗的聚四氟乙烯（PTFE）材质或聚丙烯（PP）材质的制品。

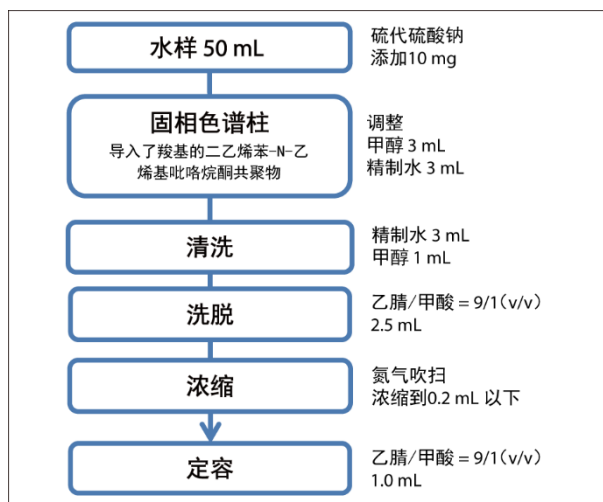


图 1 预处理操作
Pretreatment Process

■ 双胍辛胺、百草枯和敌草快标准混合溶液的分析

Analysis of Iminoctadine, Paraquat, and Diquat Standard Mixture

图 2 为对双胍辛胺、百草枯和敌草快的混合标准溶液（各 0.25 $\mu\text{g/L}$ ）进行测定后得到的 MRM 色谱图。由图可知，1.5 min 处检测到双胍辛胺，4.9 min 处检测到敌草快，5.7 min 处检测到百草枯。表 3 为分析条件。

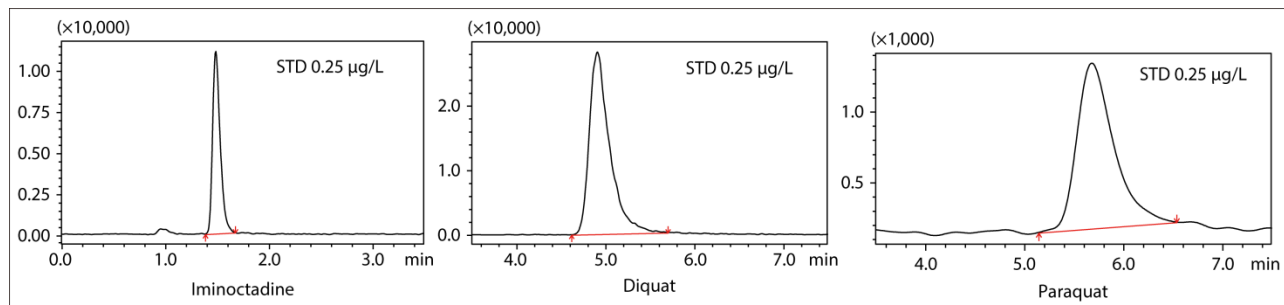


图 2 双胍辛胺、百草枯和敌草快标准混合溶液的质谱图
MRM Chromatograms of Iminoctadine, Paraquat, and Diquat Standard Mixture

■ 使用自来水的加样回收试验

Spike and Recovery Test Using Tap Water

使用自来水样品进行加样回收试验。图 3 为自来水空白样品及分别添加了 0.05 µg/L（相当于限量浓度的约 1/100）化合物、0.25 µg/L（相当于限量浓度的 1/20）化合物得到的质谱图；表 1 为得到的回收率。由此可知，并未发现自来水中的杂质对两种化合物造成明显的干扰，且满足水质检查方法的有效性评估指导原则的准确度目标（70~120 %）。

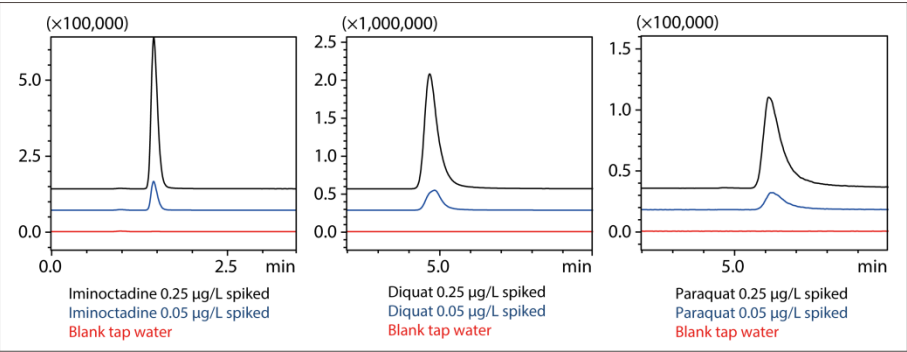


图 3 添加了双胍辛胺、百草枯和敌草快的自来水样品质谱图
MRM Chromatograms of Tap Water Blank and Tap Water Spiked with Iminoctadine, Paraquat, and Diquat

表 1 加样回收试验结果
Spike and Recovery Test Results

化合物	回收率 (%)	
	0.05 µg/L	0.25 µg/L
Iminoctadine	85.1	91.0
Paraquat	92.9	94.2
Diquat	86.8	91.7

n = 3

■ 省略了氮吹的简化预处理方法

Simplified Sample Pretreatment by Omitting N₂ Evaporation

我们对省略了氮吹的简化预处理方法进行了研究。如图 1 所示，进行固相萃取后，使用乙腈甲酸混合液对不浓缩的洗脱液定容至 5 mL，然后使用 LC/MS/MS 进行分析。进行上述加样回收试验后得到的结果如图 4 和表 2 所示。图 4 为自来水的质谱图；表 2 为回收率。由此可知，使用简化预处理方法进行分析，也未发现杂质造成的干扰，且达到水质检查方法的有效性评估指导原则规定的准确度目标。

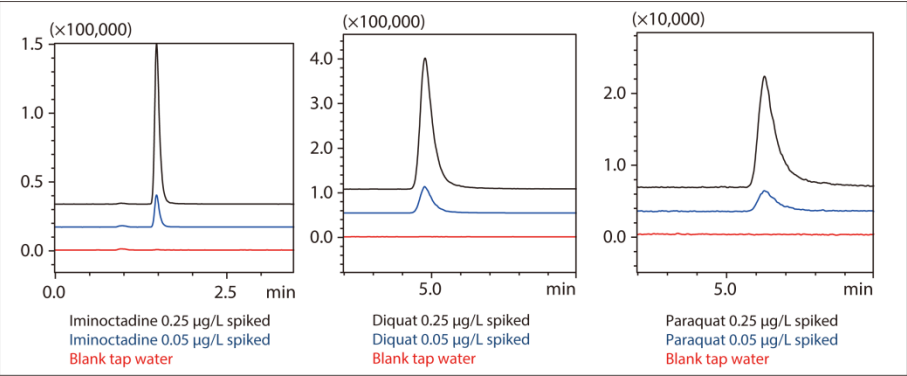


图 4 使用简化预处理方法得到的自来水样品质谱图
MRM Chromatograms of Tap Water Samples Using a Simplified Sample Pretreatment

表 2 使用简化预处理方法的
加样回收试验结果
Spike and Recovery Test Results Using
Simplified Sample Pretreatment

化合物	回收率 (%)	
	0.05 µg/L	0.25 µg/L
Iminoctadine	85.2	85.2
Paraquat	95.5	93.7
Diquat	95.1	90.2

n = 3

表 3 分析条件
Analytical Conditions

色谱柱	: Inertsil WP300 SIL (100 mm L. x 2.1 mm I.D., 3 µm, GL Sciences)
流动相	: 150 mmol/L 甲酸铵-水 / 乙腈 = 40 / 60 (v/v)
流速	: 0.30 mL/min
柱温	: 30 °C
进样体积	: 5 µL
离子源电压	: 1 kV (ESI-正离子)
DL 温度	: 300 °C
加热模块温度	: 500 °C
接口温度	: 400 °C
雾化气流速	: 3 L/min
干燥气流速	: 5 L/min
加热气流速	: 15 L/min
MRM 离子对	: Iminoctadine m/z 179>69 Paraquat m/z 171>77 Diquat m/z 183>157



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: 2016 年 12 月