

## 安捷伦 (Agilent) 环境科学专栏

# 液相/质谱 (LC/MS) 技术用于有机磷农药分析

Paul Zavitsanos<sup>1)</sup> Paul Yang<sup>2)</sup> Lorna Grey<sup>2)</sup>

(1. Agilent Technologies, Inc. 2850 Centerville Road Wilmington, DE 19808 1610 USA; 2. MOE Ontario Canada)

液质联用技术的飞速发展, 业已成为在各种基质中微量极性农药的常规检测方法. 与现有的分析方法相比, 如气质联用技术和液相紫外检测技术, 液质联用技术简化了样品净化过程, 最终缩短了样品分析和方法开发的时间周期 (Elbert Hogendoorn and Pei van Zoonen, *Journal of Chromatography A*, 2000, 892 35—453). 由于现有的气相分析方法需要汽化而使某些热不稳定性农药在进样过程中产生热分解, 从而降低了分析结果的质量, 然而带有电喷雾离子源的液质联用技术可以直接分析此类化合物, 无需衍生化. 此外, 液质联用技术还具有极强的定性能力, 即便农药化合物没有完全被分离, 也可以通过分子量的不同而得到定性, 而常规的紫外检测却无法对未分离的化合物进行定性.

样品 用于 Agilent 1100 液质联用技术分析的有机磷农药混合物及内标化合物如下:

流出序号	化合物	[M+H] <sup>+</sup>	浓度*	流出序号	化合物	[M+H] <sup>+</sup>	浓度*
1	速灭磷 1	225	0.2	10	乙基对硫磷	292	0.1
2	乐果	230	0.5	11	甲拌磷	261	0.1
3	速灭磷 2	225	0.5	12	甲基毒死蜱	322	0.5
4	敌敌畏	221	0.5	13	芬氯磷	321	0.1
5	益棉磷	318	0.05	14	Terbufos	289	0.2
6	甲基对硫磷	264	0.2	15	毒死蜱	350	0.1
7	马拉硫磷	331	0.5	16	乙硫磷	385	0.2
8	二嗪农	305	0.2	17	双硫磷	467	0.1
9	Triphenyl orthophosphate**	327	1.0				

\* 浓度单位:  $\text{mg}\cdot\text{ml}^{-1}$ ; \*\* 内标

方法 • 色谱柱: 2.1 mm 内径×5 cm 长, 3.5 $\mu\text{m}$  的  $\text{C}_{18}$  柱

• 流动相: 20  $\text{mmol}\cdot\text{l}^{-1}$  的醋酸铵溶液, 乙腈梯度洗脱—5% 到 95% 乙腈, 4min 内—维持 2min

• 流速: 0.4  $\text{ml}\cdot\text{min}^{-1}$

• 进样量: 3 $\mu\text{l}$

• 质谱条件: 全扫描模式, 扫描范围 120—600 amu; 选择离子模式, 住留时间 1.95ms, 分两组

结果 同时采集紫外 (220 nm) 和质谱信号, 如图 1 所示. 质谱图是以每个化合物的萃取离子流图表达, 都选择  $[\text{M}+\text{H}]^+$  离子. 图 2 为每种农药单个萃取离子的离子图. 图 3 和图 4 为表 1 中每种农药的归一化质谱图.

结论 利用电喷雾离子源液质联用技术用于有机磷农药分析的结果总结如下:

- 所有被测试的农药的离子化效率都很好, 而且都得到准分子离子峰  $[\text{M}+\text{H}]^+$
- 灵敏度和选择性均优于二极管阵列紫外检测器
- 总体谱图和分析结果简单, 易于分析
- 可以调用相关软件进行定性和定量分析

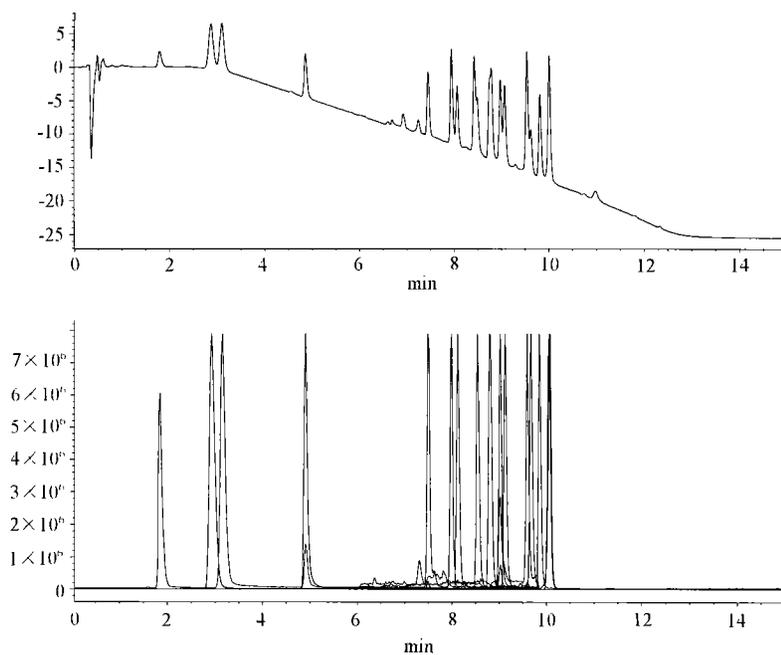


图 1 紫外和质谱图的比较

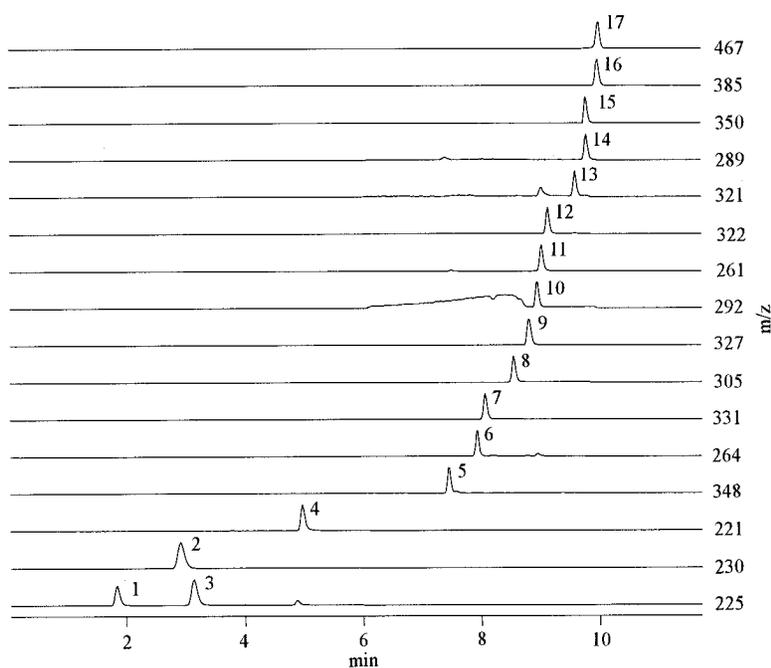


图 2 化合物 1 到 17 的归一化的单个萃取离子流图

