

环境

UHPLC/SQ MS测定
氨基甲酸酯

氨基甲酸酯是一类由氨基甲酸 (NH_2COOH) 衍生而成的有机化合物, 在高浓度摄取时, 有剧毒。该类化合物本身不会致癌, 但是有研究表明, 当其在胃中与其它元素混合时, 可能会形成致癌的化学物质。

自1960年以来, 氨基甲酸酯类杀虫剂已被广泛用于农业防治病虫。

在本应用简报中, 我们描述了不同基质的样品, 经过适当的样品制备后, 利用UHPLC/SQ MS测定其中氨基甲酸酯和基于氨基甲酸酯的杀虫剂的方法。

实验条件

目标化合物: 涕灭威砒, 亚砒涕灭威, 杀线威, 灭多威, 3 - 羟基呋喃丹, 涕灭威, 残杀威, 克百威, 1 - 萘基-N-甲基氨基甲酸叔丁酯, 甲氧酰草胺 (甲硫威)

标准浓度

100 $\mu\text{g/mL}$ 氨基甲酸酯标准品的甲醇溶液从Sigma购买, 用乙腈稀释到1 $\mu\text{g/mL}$ (1ppm)。制备氨基甲酸酯校准曲线的浓度范围为: 0.05ppb至19.53ppm。

液相色谱条件

泵型号: PerkinElmer®Flexar™ FX-15

色谱柱: Restek Ultra II®
(2.1 mm x 100 mm, 3 μm)

流动相: A:10mM醋酸胺的水溶液
B:10mM醋酸胺的甲醇溶液

流速: 0.5mL/min

冷却温度: 35°C

进样体积: 2 μL

梯度:	时间 (min)	%A	%B
	6	90	10
	9	10	90
	1	90	10

质谱条件

离子化模式: Ultraspray™ ESI正离子模式

扫描范围: 50-300m/z

扫描速率: 2500u/s

选择离子监测 选择离子参数见图1所示,
模式 (SIM): 驻留时间150ms/个

毛细管出口 45V扫描数据; SIM采集数据的
电压: 电压见图1所示

图1 SIM模式扫描每个氨基甲酸酯的[M+H]⁺

Peak	Pesticide	SIM Ion	Time Period	Capillary Exit Voltage
1	Aldicarb sulfone	223.1	0-4.5 min	80 V
2	Aldicarb sulfoxide	207.1	0-4.5 min	60 V
3	Oxamyl	237.1	0-4.5 min	35 V
4	Methomyl	163	0-4.5 min	40 V
5	Carbofuran-3-hydroxy	238.1	4.5-5.1 min	70 V
6	Aldicarb	208.1	4.5-5.1 min	30 V
7	Propoxur	210.1	5.1-5.8 min	40 V
8	Carbofuran	222.1	5.8-6.8 min	65 V
9	1-Naphthyl-n-methyl-carbamate	202.1	5.8-6.8 min	40 V
10	Mercaptodimethur (methiocarb)	226.1	6.8-11.0 min	75 V

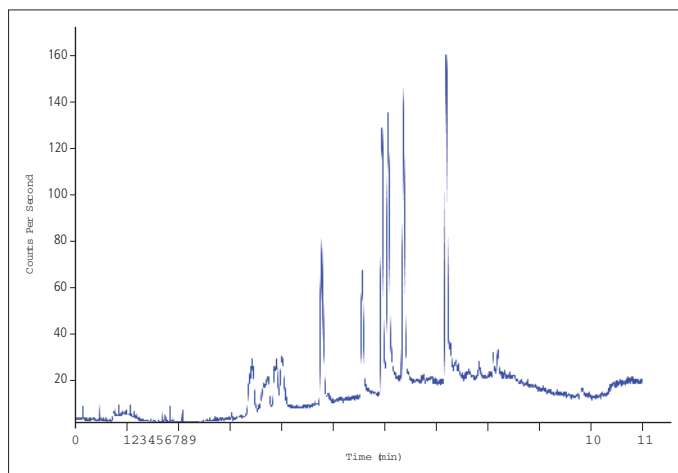


图2 Sppm氨基甲酸酯混合物全扫描模式的分离谱图

结果

每个目标化合物的质谱图由UHPLC/SQ MS的在初次全扫描中进行了测定(图2)。选择离子监测(SIM)是用于进一步达到最佳的分离及灵敏度(图3和4)。在每个化合物分析过程中,分子离子是唯一被用于定量的离子,因为在每个氨基甲酸酯的质谱图中,分子离子峰均具有很强的响应。

结论

在本应用简报中,氨基甲酸酯通过UHPLC分离,MS进行测定,该方法获得了与传统柱后衍生荧光分析法相类似的灵敏度。

计算每个氨基甲酸酯的检测限为:

残杀威、克百威、1-萘基-N-甲基氨基甲酸叔丁酯、甲氯酰草胺为0.05ppb

亚砷涕灭威、灭多威、3-羟基呋喃丹、涕灭威为1.25ppb

涕灭威砷,杀线威为6.25ppb

当对这些方法进行比较时, Flexar SQ300 MS提供了具有额外的灵活性和适用性的多重应用,从而意味着具有更好的投资回报。

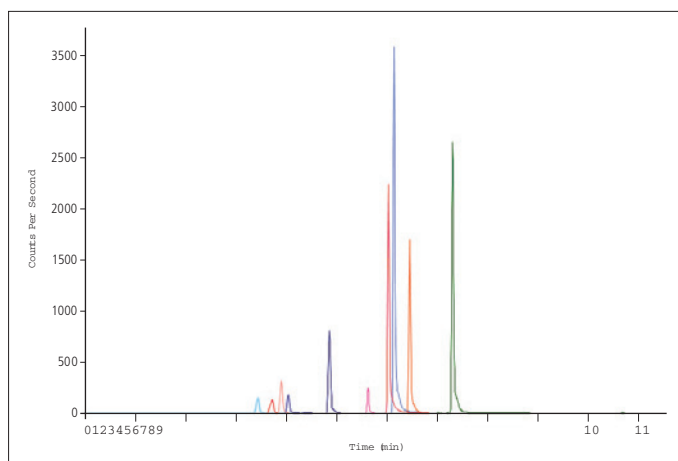


图3 各种氨基甲酸酯SIM模式扫描[M+H]⁺离子的重叠谱图

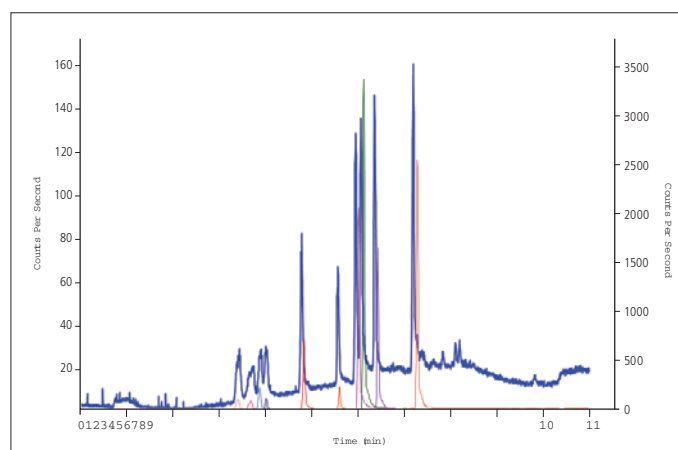


图4 全扫描模式与SIM模式

PerkinElmer, Inc.

珀金埃尔默仪器(上海)有限公司

地址: 上海 张江高科技园区 张衡路1670号

邮编: 201203

电话: 021-60645888

传真: 021-60645999

www.perkinelmer.com.cn



要获取全球办事处的完整列表, 请访问<http://www.perkinelmer.com.cn/AboutUs/ContactUs/ContactUs>

版权所有 ©2013, PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer® 是PerkinElmer, Inc. 的注册商标。其它所有商标均为其各自所有者或所有者的财产。