

氯噻啉 LC-MS/MS 条件的建立

SGLC-LC/MS-009

摘要: 建立了第四类农药氯噻啉的 LC-MS/MS 测定方法。采用 0.1%甲酸水-乙腈为流动相，岛津的 Shim-pack GIST C18、Shim-pack GISS C18、Shim-Pack GIST C18-AQ 色谱柱对氯噻啉进行分析，结果显示，氯噻啉峰型尖锐、对称，这三根色谱柱均适合氯噻啉的测定分析。

关键词: 氯噻啉 LC-MSMS Shim-pack GIST Shim-pack GISS Shim-Pack GIST C18-AQ

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

仪器配置: Shimadzu LC-30A 与 LCMS-8050 联用系统;

色谱柱: Shim-pack GIST C18, 100×2.1 mm, 2 μm (P/N: 227-30001-04);

色谱柱: Shim-pack GISS C18, 100×2.1 mm, 1.9 μm (P/N: 227-30048-02);

色谱柱: Shim-Pack GIST C18-AQ, 100×2.1 mm, 1.9 μm (P/N: 227-30807-02);

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05);

LC/MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34001-01);

SHIMSEN Pipet 移液枪: SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02);

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04);

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06)。

1.2 分析条件

UHPLC 条件

流 速: 0.3 mL/min

进样量: 10 μL

柱 温: 40 °C

流动相: A: 0.1%甲酸水 B: 乙腈

梯度洗脱程序如下:

时间 (min)	0	1	5	8.5	9	10
A (%)	99	99	5	5	99	99
B (%)	1	1	95	95	1	1

质谱条件

离子化模式: ESI, 正离子扫描

扫描模式: 多反应监测(MRM)

碰撞气：氦气

加热气：氮气 10 L/min

雾化气：氮气 3 L/min

干燥气：氮气 10 L/min

接口温度：300℃

DL 温度：250℃

加热模块温度：400℃

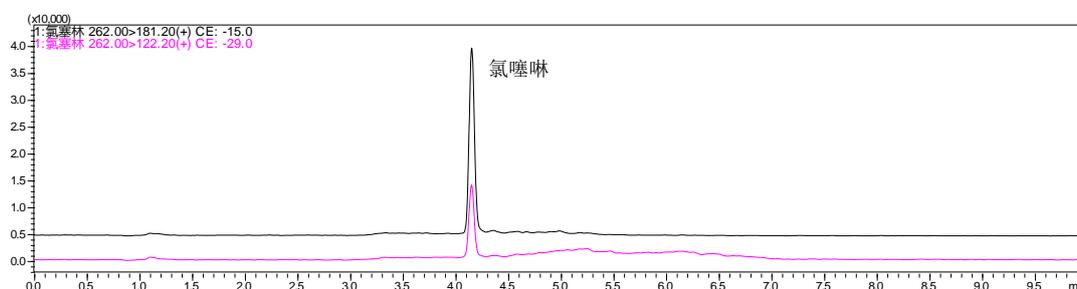
氯噻啉 MRM 参数见下表。

农药名称	前体离子 (m/z)	产物离子 (m/z)	Q1 Pre Bias	CE	Q3 Pre Bias
氯噻啉	262.0	181.2*	-13	-15	-16
	262.0	122.2	-10	-29	-19

*定量离子对

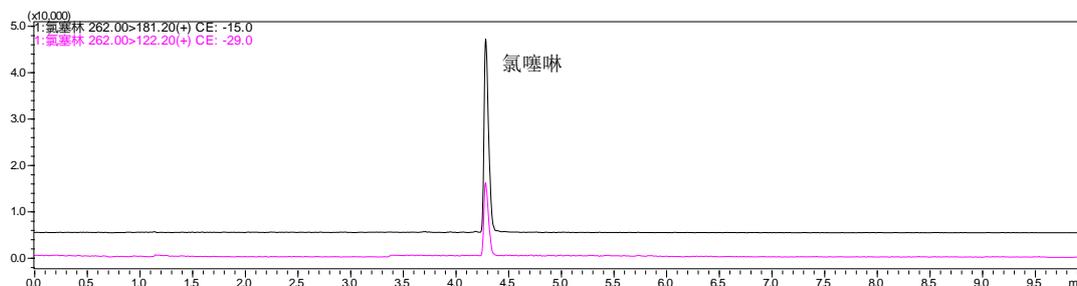
2. 实验结果

2.1 采用色谱柱：Shim-pack GISS C18, 100×2.1 mm, 1.9 μm



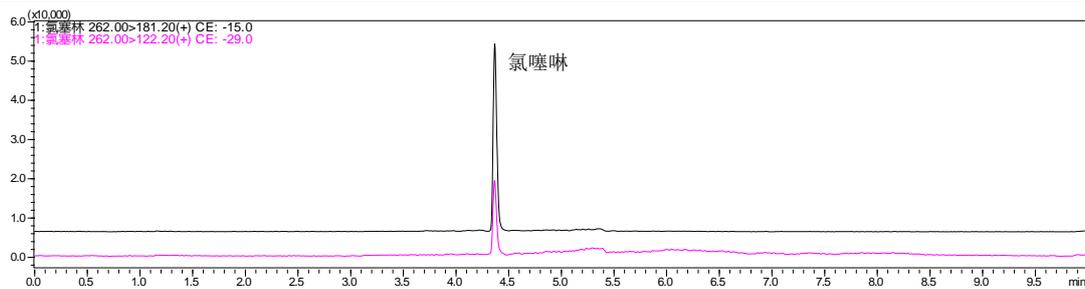
氯噻啉标准溶液的 MRM 色谱图 (1 μg/L)

2.2 采用色谱柱：Shim-pack GIST C18, 100×2.1 mm, 2 μm



氯噻啉标准溶液的 MRM 色谱图 (1 μg/L)

2.3 采用色谱柱：Shim-Pack GIST C18-AQ, 100×2.1 mm, 1.9 μm



氯噻啉标准溶液的 MRM 色谱图 (1 $\mu\text{g/L}$)

3. 结论

采用 0.1%甲酸水-乙腈为流动相，岛津的 Shim-pack GIST、Shim-pack GISS、Shim-Pack GIST C18-AQ 色谱柱对氯噻啉进行分析，结果显示，氯噻啉峰型尖锐、对称，这三根色谱柱均适合氯噻啉的测定分析。