

# 三重四极杆液质联用法检测血液中氟乙酸根含量

LCMSMS-766

**摘要：** 本文建立了使用三重四极杆液质联用法测定血液中氟乙酸根含量的方法。该方法检出限低于 5.3 ng/mL，优于标准《GA/T 1916-2021》中 35 ng/mL 的检出限要求；35 ng/mL 基质加标样品连续 6 次进样重复性分析，保留时间和峰面积的 RSD 分别为 0.37 % 和 4.04 %；可满足血液中氟乙酸根离子含量的检测。

**关键词：** 三重四极杆液质联用仪 血液 氟乙酸根

## 技术特点：

- ❖ 相较《GA/T 1916-2021》，本方法检测氟乙酸根的灵敏度优于标准。
- ❖ 进样时使用更小的进样体积，可减少样品基质对仪器的污染。

氟乙酸及其盐毒性极强，主要用于杀灭老鼠等啮齿类动物。相关研究表明，大鼠经口半数致死量为 0.22mg/kg，其对人类也有剧毒，一旦进入人体后会严重损害神经细胞和心脏等组织，造成心脏骤停或呼吸衰竭而死亡。为安全计，1982 年起我国开始禁止生产、销售和使用该类物质。

2021 法庭科学 生物检材中氟乙酸根离子检测 液相色谱 - 质谱法》规定了使用液相色谱 - 高分辨质谱或液相色谱 - 三重四极杆质谱法检测氟乙酸根含量的方法。本文参照该标准，使用岛津 LCMS-8045 建立了血液中氟乙酸根的检测方法。该方法快速、简单、灵敏，可实现对血液中氟乙酸根含量的有效检测。

中华人民共和国公共安全行业标准《GA/T 1916-

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

本实验采用三重四极杆液质联用仪。具体配置为：

系统控制器：	SCL-40	自动进样器：	SIL-40C X3
输液泵：	LC-40B X3	质谱仪：	LCMS-8045
柱温箱：	CTO-40S	色谱工作站：	LabSolutions Ver. 5.114
在线脱气机：	DGU-405		

### 1.2 分析条件

液相条件

色谱柱： Shim-pack Velox PFPP (100 mm × 2.1 mm I.D, 2.7 μm)  
岛津 (上海) 实验器材有限公司, P/N: 227-32021-03

流动相： A 相 -10 mM 乙酸铵水溶液 (pH 8), B 相 - 乙腈

柱温： 40°C 流速： 0.3 mL/min

洗脱方式： 梯度洗脱, 初始浓度为 B 相 98%, 进样体积： 2 μL  
时间程序见表 1

表 1 梯度洗脱程序

Time	Module	Command	Value
2.00	Pumps	Pump B Conc.	98
2.10	Pumps	Pump B Conc.	95

6.00	Pumps	Pump B Conc.	95
6.10	Pumps	Pump B Conc.	50
8.00	Pumps	Pump B Conc.	10
8.10	Pumps	Pump B Conc.	98
11.00	Controller	Stop	

离子源：ESI, 负离子模式	DL管温度：150°C
接口电压：-3 kV	加热模块温度：400°C
雾化气：氮气 3.0 L/min	接口温度：300°C
干燥气：氮气 10 L/min	扫描模式：多反应监测 (MRM)
加热气：空气 10 L/min	MRM参数：见表 2
碰撞气：氩气 (230 kPa)	

表 2 MRM 参数

化合物	化学分子式	CAS No.	前体离子	产物离子	Q1 Pre Bias(V)	CE(V)	Q3 Pre Bias(V)
氟乙酸	C <sub>2</sub> H <sub>3</sub> FO <sub>2</sub>	144-49-0	76.90	57.00*	30.0	15.0	10.0
				33.00	27.0	16.0	13.0

\* 表示定量离子

## ■ 样品前处理

参考《GA/T 1916-2021 法庭科学 生物检材中氟乙酸根离子检测 液相色谱 - 质谱法》中“7.1.1 样品前处理”部分对血液样品进行蛋白沉淀。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 专属性

空白样品和质控样品（基质添加浓度 35 ng/mL）的 MRM 色谱图如图 1 所示，色谱峰分离良好，通道无干扰。

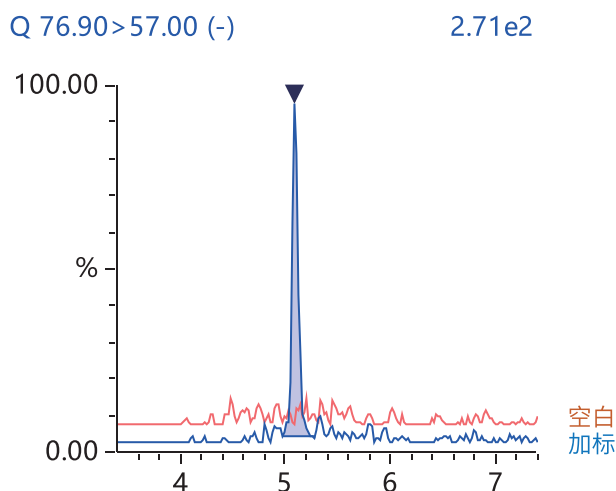


图 1 空白样品和质控样品（基质添加浓度 35 ng/mL）的 MRM 色谱图

### 3.2 检出限

浓度为 8 ng/mL 的基质加标样品，其定量与定性离子色谱峰的 S/N 均大于 4.5，其检出限低于 5.3 ng/mL，满足标准关于 35 ng/mL 的检出限要求。

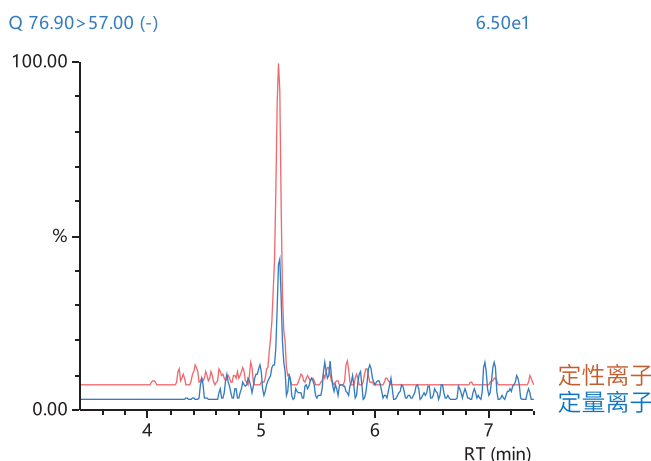


图 2 8 ng/mL 基质加标样品

### 3.3 重复性实验

以 35 ng/mL 基质加标样品，连续进样 6 次，考察仪器的重复性，测定结果见表 3。

表 3 基质加标样品保留时间和峰面积重复性结果 (n=6)

目标物	加标浓度 (ng/mL)	保留时间 RSD (%)	峰面积 RSD (%)
氟乙酸根	35	0.37	4.04

### 3.4 样品测试和回收率考察

平行处理 2 份空白加标样品（空白基质加标 100 ng/mL），依据标准要求，以保留时间（偏差不超过 2.5%）和离子丰度比（相对偏差不超过 20%）作为定性依据，检测样品中氟乙酸根含量，相对相差应不超过 20%，回收率为 91.4~103.8%，结果如表 4 所示。

表 4 样品检测结果

名称	保留时间偏差 (%)	离子丰度比偏差 (%)	检测浓度 (ng/mL)	加标浓度 (ng/mL)	回收率 (%)	平均浓度 (ng/mL)	相对相差 (%)
平行样 1	0.36	12.7	91.4	100	91.4	97.6	6.4
平行样 2	0.29	10.8	103.8	100	103.8	97.6	6.4

## 结论

本文参照中华人民共和国公共安全行业标准《GA/T 1916-2021 法庭科学 生物检材中氟乙酸根离子检测 液相色谱-质谱法》，建立了使用岛津 LCMS-8045 测定血液中氟乙酸根含量的方法，可满足血液中氟乙酸根离子含量的检测。

岛津应用云

