

# IC-MS/MS 法测定血液中的草甘膦

## LCMSMS-830

**摘要：** 本文参照《GA/T 1628-2019 法庭科学 生物检材中草甘膦检验离子色谱 - 质谱法》，使用岛津离子色谱串联三重四极杆质谱建立了血液中草甘膦的检测方法。实验结果表明，在 2-1000 ng/mL 浓度范围内，方法线性良好，校准曲线相关系数大于 0.998，各校准点准确度在 93.7-104.0% 之间。2 ng/mL 标准溶液连续进样 6 次，峰面积的相对标准偏差为 2.18%，方法精密密度良好。2 ng/mL、1000 ng/mL 不同浓度加标回收率在 94.7-103.3% 之间，相对标准偏差 < 2.87%。该方法简单、方便、准确，适用于血液中草甘膦的检测。

**关键词：** IC-MS/MS 血液 草甘膦

### 技术特点：

- ❖ 离子色谱 - 质谱联用测定草甘膦，无需衍生，重复性好。
- ❖ 相较《GA/T 1628-2019》，本方法检测草甘膦的灵敏度高，定量限低至 2 ng/mL。

草甘膦是一种高效、低毒的广谱除草剂，近些年以来，由草甘膦中毒引起的治安案件时有发生。因此，建立血液中草甘膦含量检测的方法对案件的定性和侦破具有重要意义。

本文参照《GA/T 1628-2019 法庭科学 生物检材

中草甘膦检验离子色谱 - 质谱法》，使用岛津用离子色谱仪 HIC-ESP 串联 LCMS-8060NX 三重四极杆液质联用仪，建立了血液中草甘膦的分析方法。相较于传统的液相色谱法，该方法不需要衍生、灵敏度高、重复性好，适合血液中的草甘膦检测。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器硬件连接及仪器配置

仪器硬件连接见图 1。

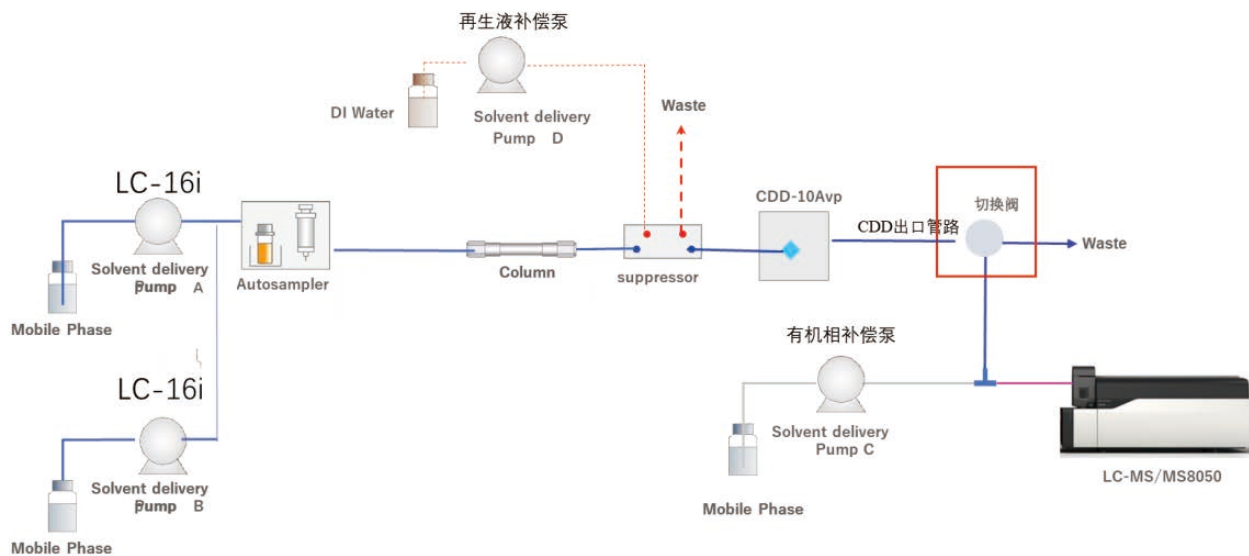


图 1 IC-MS 仪器硬件连接

使用离子色谱仪 HIC-ESP 与三重四极杆质谱仪 LCMS-8060NX 联用系统，具体配置为：

系统控制器：CBM-20A	脱气机：DGU-20A <sub>3</sub>
输液泵：LC-20AD <sub>SP</sub> , LC-30AD	自动进样器：SIL-20AC <sub>XR</sub>
再生液补偿泵：LC-30AD	有机相补偿泵：LC-30AD
检测器：CDD-10A vp	抑制器：盛瀚 SHY-A-6
柱温箱：CTO-20AC	色谱工作站：LabSolutions Ver. 5.118

## 1.2 分析条件

离子色谱条件：

色谱柱：Dionex IonPac™ AS19 (250 mm×2.0 mm I.D.)	
流动相：A: 去离子水 B:100 mmol/L 氢氧化钠 C: 乙腈 D: 再生液 - 去离子水	
抑制电流：100 mA	有机相补偿泵流速 (泵 C)：0.25 mL/min
柱温：40°C	再生液补偿泵流速 (泵 D)：0.25 mL/min
进样量：10 μL	输液泵流速 (泵 A+B)：0.25 mL/min
洗脱方式：梯度洗脱，B 相初始浓度为 10%，时间程序见表 1。	

表 1 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
6.00	泵	B.Conc	60
15.00	泵	B.Conc	60
15.01	泵	B.Conc	10
20.00	控制器	Stop	

质谱条件：

质谱仪：LCMS-8060NX	脱溶剂管温度：150°C
离子源：ESI, 负离子模式	加热模块温度：400°C
雾化气：氮气 2.0 L/min	接口温度：200°C
干燥气：氮气 12.0 L/min	扫描模式：MRM
加热气：空气 15.0 L/min	MRM 参数：见表 2

表 2 MRM 参数

No.	名称	CAS 号	前体离子	产物离子	Q1 Pre Bias(V)	CE(V)	Q3 Pre Bias(V)
1	草甘膦	1071-83-6	167.80	63.00*	21.0	23.0	22.0
				150.10	14.0	14.0	16.0
				81.00	21.0	15.0	25.0

注：\* 表示定量离子；7.5-19.0 min 进质谱，其余时间切废液

## 1.3 标准品溶液制备

精密称取适量草甘膦标准品，用纯化水溶解并逐级稀释，配制成浓度均为 2 ng/mL、5 ng/mL、20 ng/mL、50 ng/mL、100 ng/mL、500 ng/mL、1000 ng/mL 的标准工作溶液。

## 1.4 样品前处理

见《GA/T 1628-2019 法庭科学 生物检材中草甘膦检验离子色谱 - 质谱法》7.1.1。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 MRM 色谱图

空白样品和 2 ng/mL 的草甘膦标准溶液按“1.2 分析条件”进行测定，MRM 色谱图见图 2。

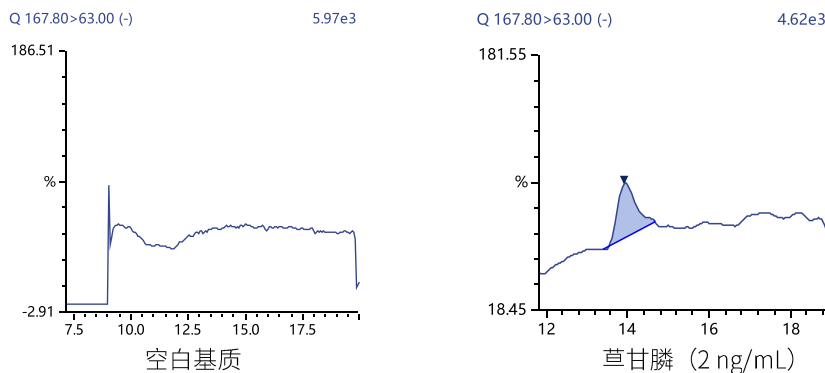


图 2 MRM 色谱图

### 2.2 校准曲线、检出限及定量限

按“1.2 分析条件”进行测定，使用外标法定量。校准曲线如图 3 所示。所得校准曲线相关系数大于 0.998，各校准点准确度在 93.7-104.0% 之间，Labsolutions 软件依据信噪比自动计算检出限 (S/N=3) 及定量限 (S/N=10)。线性方程、检出限及定量限结果见表 3。

表 3 线性方程、检出限及定量限

目标物	校准曲线	相关系数 R	准确度 %	检出限 (ng/mL)	定量限 (ng/mL)
草甘膦	$Y = (29654.8)X + (-6841.21)$	0.9989	93.7-104.0	0.64	1.93

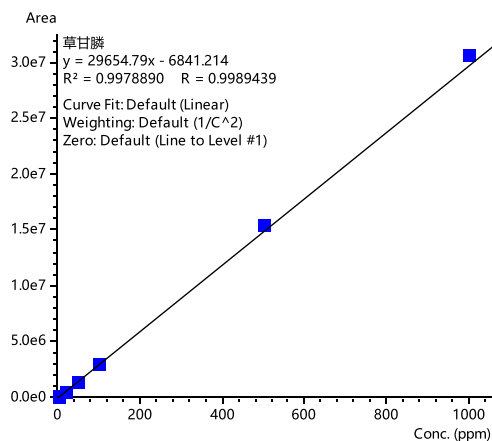


图 3 草甘膦校准曲线信息

### 2.3 重复性考察

2 ng/mL 的标准工作溶液连续测定 6 次，考察仪器的精密度，保留时间 RSD 为 0.48%，峰面积 RSD 2.18%。

## 2.4 实际样品测定及回收率考察

取血液样品 1mL，按照“1.4 样品前处理”方法处理及“1.2 分析条件”进行测定。取样品，加入低、高浓度的草甘膦标准储备液，每个浓度平行三份。按照“1.4 样品前处理”方法处理上机分析，并计算回收率，不同加标浓度下，草甘膦的加标回收率在 94.7-103.3% 之间，相对标准偏差 < 2.87%。

表 4 样品测定结果及加标回收率结果 (n=3)

目标物	样品浓度 (ng/mL)	加标浓度 (ng/mL)	加标回收率 (%)	加标回收率 RSD (%)
草甘膦	N.D.	2	94.7	1.49
		1000	103.3	2.87

注：N.D. 表示未检出

## ■ 结论

本文采用离子色谱仪 HIC-ESP 串联 LCMS-8060NX 系统建立了血液中草甘膦含量测定的方法，实验结果表明，在 2-1000 ng/mL 浓度范围内，方法线性良好，校准曲线相关系数大于 0.998，各校准点准确度在 93.7-104.0% 之间。2 ng/mL 标准溶液连续进样 6 次，峰面积的相对标准偏差小于 2.74%，方法精密度良好。2 ng/mL、1000 ng/mL 不同浓度加标回收率在 94.7~103.3% 之间，相对标准偏差 < 2.87%。该方法简捷，灵敏，准确，可为血液中草甘膦的测定提供参考。

岛津应用云

