

# LCMS-8045 测定血液中的草甘膦

## LCMSMS-481

**摘要：** 本文参照《GA/T 法庭科学 生物检材中草甘膦的液相色谱 - 质谱检验方法（征求意见稿）》，使用岛津 LCMS-8045 三重四极杆液质联用仪，建立了血液中草甘膦的分析方法。结果表明：空白血液中添加 0.5 μg/mL（标准规定的检出限）草甘膦的加标样品，前处理后进样得到的色谱图中，目标峰的 S/N 为 49.59，满足检测要求；在 0.5-100 μg/mL 的线性范围内，血液加标样品各标点浓度准确度在 88.7-110.0% 之间，线性相关系数 R 为 0.9996；Carryover 考察结果表明血液高浓度加标样品进样后无明显系统残留；不同浓度加标样品各重复进样 6 次，计算得到的保留时间和峰面积 RSD 分别不高于 0.31% 和 4.21%。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。

**关键词：** LCMS-8045 血液 草甘膦

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 法庭科学 生物检材中草甘膦的

液相色谱 - 质谱检验方法（征求意见稿）》，使用岛津 LCMS-8045 三重四极杆液质联用仪，建立了血液中草甘膦的分析方法。相较于通常采用 RPLC-MS/MS 检测草甘膦的方法，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

岛津三重四极杆液质联用仪 LCMS-8045, 具体配置为 LC-40B X3（输液泵），SIL-40C X3（自动进样器），CTO-40S（柱温箱），CBM-40（系统控制器），LCMS-8045（三重四极杆质谱仪），LabSolutions Ver. 5.97（色谱工作站）。

### 1.2 分析条件

液相色谱条件：

色谱柱：Shodex Asahipak NH2P-50 2D, 150 mm×2.0 mm I.D., 5μm

流动相：A-0.5 mM 乙酸铵水溶液（氨水调 pH 10.5）；B- 乙腈

流速：0.25 mL/min

柱温：35 °C

进样量：2 μL

清洗模式：Rinse Pump->Rinse Port（R3 清洗液为异丙醇 / 水 / 乙酸 =50/50/1）

洗脱方式：梯度洗脱，B 相初始浓度为 40%，时间程序见表 1。

表 1 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
1.50	Pumps	Pump B Conc.	40
4.00	Pumps	Pump B Conc.	0
7.90	Pumps	Pump B Conc.	0
8.00	Pumps	Pump B Conc.	40
12.00	Controller	Stop	

质谱条件:

分析仪器: LCMS-8045

离子源: ESI-

雾化气流速: 3.0 L/min

加热气流速: 10.0 L/min

干燥气流速: 10.0 L/min

加热模块温度: 300°C

DL 温度: 250°C

离子源温度: 400°C

扫描模式: 多反应监测 (MRM)

MRM 参数: 见表 2

表 2 MRM 参数

序号	化合物名称	CAS	前体离子	产物离子	Q1 Pre Bias (V)	CE	Q3 Pre Bias (V)
1	草甘膦	1071-83-6	168.00	63.00*	10.0	23.0	22.0
				81.00	17.0	16.0	16.0

\* 定量离子对

### 1.3 样品前处理

(1) 实际样品: 参照《GA/T 法庭科学 生物检材中草甘膦的液相色谱-质谱检验方法(征求意见稿)》中“7.1.1.1 沉淀蛋白法”部分, 准确移取 100  $\mu\text{L}$  血液或尿液样品(双平行样)于 1.5 mL 离心管中, 加入 900  $\mu\text{L}$  乙腈, 涡旋 5 min, 10000 r/min 离心 5 min, 取上清液以 0.22  $\mu\text{m}$  滤膜过滤后待测。

(2) 空白样品和空白基质加标样品: 取等量相似基质的空白样品于离心管中, 其中一份作为空白样品, 其他添加草甘膦标准物质作为添加样品(添加样品的浓度分别为 0.5、1.0、5.0、10、50、100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ , 其中 0.5  $\mu\text{g}/\text{mL}$  为标准规定的检出限), 与实际样品平行操作, 得到空白样品提取液和添加样品提取液供仪器分析。

## 结果讨论

### 2.1 专属性和检出限

空白样品和空白基质加标样品(0.5  $\mu\text{g}/\text{mL}$ , 标准规定的 LOD) 处理后进样, 得到的 MRM 色谱图如图 1 所示, 空白样品无干扰。

空白基质加标样品色谱图中目标峰的 S/N 为 49.59, 满足标准中关于检出限为 0.5  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的要求。

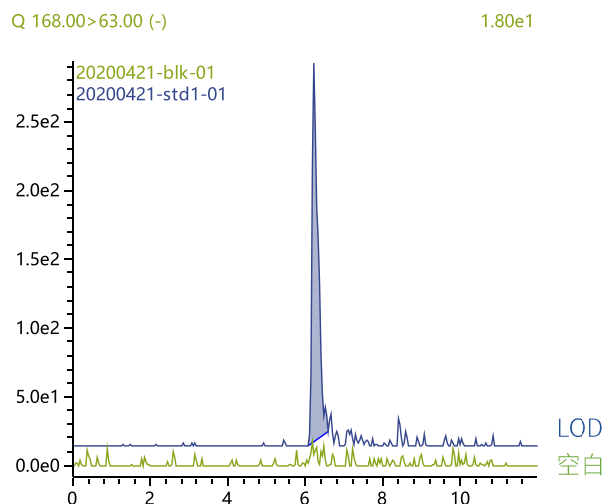


图 1 空白样品和空白基质加标样品 MRM 色谱图

## 2.2 校准曲线

空白血液中分别添加 0.5、1、5、10、50、100  $\mu\text{g}/\text{mL}$  标样，前处理后进样分析，外标法建立校准曲线如图 2 所示，线性方程、相关系数及准确度如表 3 所示。

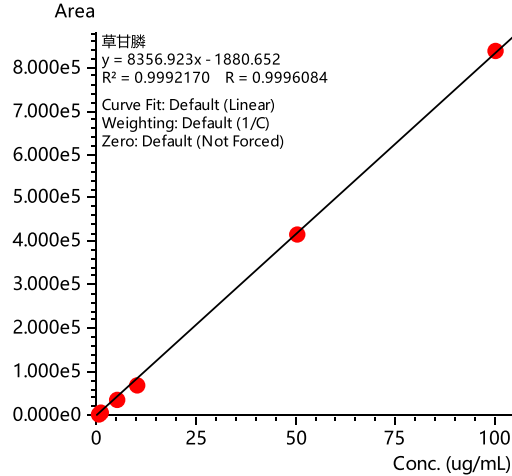


图 2 校准曲线

表 3 校准曲线参数

No.	样品	线性范围 (ng/mL)	线性方程	相关系数 r	准确度 (%)
1	草甘膦	0.5-100	$Y = (8356.923)X - (1880.652)$	0.9996	88.7-110.0

## 2.3 Carryover 考察

空白血液中添加 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$  草甘膦样品进样后，以空白样品进样得色谱图如图 3 所示，草甘膦保留时间处无明显色谱峰。

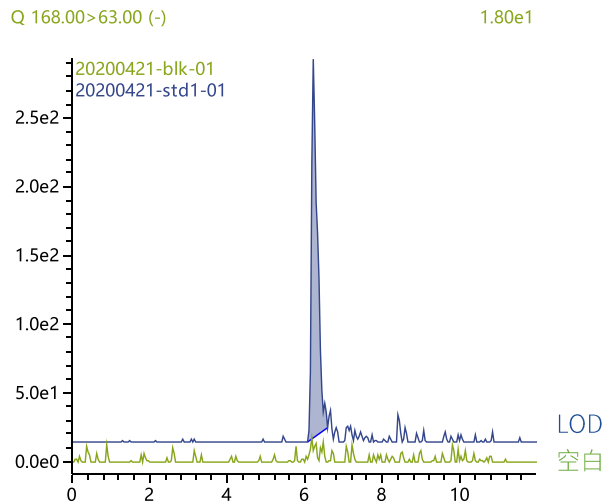


图 3 Carryover 考察

## 2.4 重复性考察

对不同浓度的基质加标样品分别连续分析 6 次，计算保留时间和峰面积的 RSD. 结果见表 4，保留时间 RSD 均不高于 0.31%，峰面积 RSD 均不高于 4.21%。

表 4 保留时间和面积 RSD

No.	目标物	浓度 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	保留时间 RSD(%)	峰面积 RSD (%)
1	草甘膦	0.5	0.31	4.21
		5	0.11	3.55
		50	0.08	1.41

## ■ 结论

本文参照《GA/T 法庭科学 生物检材中草甘膦的液相色谱 - 质谱检验方法（征求意见稿）》，使用岛津 LCMS-8045 三重四极杆液质联用仪，建立了血液中毒草甘膦的分析方法。结果表明：空白加标（LOD）样品 S/N 为 49.59，灵敏度可以满足检测要求；在 0.5-100  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的线性范围内，血液加标样品各标点浓度准确度在 88.7-110.0% 之间，线性相关系数 R 为 0.9996；Carryover 考察结果表明血液高浓度加标样品进样后无明显系统残留；不同浓度加标样品各重复进样 6 次，计算得到的保留时间和峰面积 RSD 分别不高于 0.31% 和 4.21%。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。

岛津应用云

