

血液和尿液中8种强极性农药及其代谢物的非衍生化测定方法

Determination of 8 Polar Pesticides and metabolites in Plasma and Urine Without Derivatization

张景然, 刘冰洁, 李立军, 郭立海

Zhang Jingran, Liu Bingjie, Li Lijun, Guo Lihai

SCIEX应用支持中心, 上海

SCIEX China, Shanghai

Key words: Polar pesticides and metabolites; Plasma and urine; Without derivatization; LC-MS/MS;

引言

草甘膦和草铵膦都属于广谱性除草剂, 在现在农业生产中应用广泛。虽然它们的毒性较低, 但是由于误服、投毒、自杀等原因的中毒案件也时有发生。因此建立血液和尿液中此类除草剂的检测方法对于案件的定性和侦破具有比较重要的意义。

草甘膦和草铵膦的极性较大, 因此多采用衍生化的方法进行检测。因为衍生化操作过程不易控制, 方法重现性差, 加大了草甘膦和草铵膦的检测难度。本方法基于SCIEX Triple Quad™系统, 采用非衍生化操作, 建立了血液和尿液中8种强极性农药及其代谢物的检测方法。

实验方法特点

1. 前处理方法简单快速, 样品经提取净化后直接进样分析, 无需衍生化操作;
2. 8种化合物一针进样仅需10 min, 峰形良好, 快速准确。

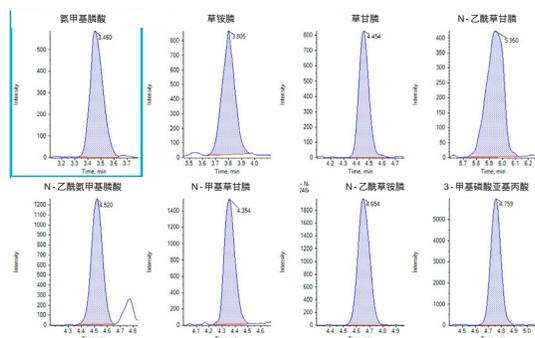


图1. 8种农药及其代谢物MRM提取离子色谱图。

仪器设备

液质系统: SCIEX ExionLC™系统 + Triple Quad™系统



实验方法

前处理方法:



质谱方法:

扫描方式: 多反应监测 (MRM);

离子源: ESI-源

IS电压: -4500 V 源温度 TEM: 600 °C
 气帘气 CUR: 35 psi 碰撞气 CAD: High
 雾化气 GS1: 55 psi 辅助气 GS2: 45 psi

结果与讨论

线性关系

8种化合物在线性范围0.5-50 ng/ml内，相关系数r均大于0.995，线性关系良好。

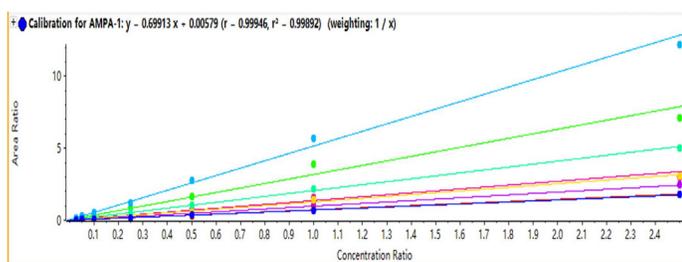


图2. 8种农药及其代谢物线性关系。

方法检出限与重现性

使用空白血液配制成10 ng/mL的加标样品，按照前处理方法处理后连续进样6针，8种化合物的RSD值在0.6%-2.8%之间；以信噪比S/N=10的样品浓度为方法检出限，结果详见表2。

表2. 方法检出限 (S/N=10) 和重现性 (n=6) 结果。

化合物名称	检出限 ng/mL	重现性 %
氨基磷酸	0.25	1.8
草铵膦	0.5	2.8
草甘膦	1	1.2
N-乙酰草甘膦	0.5	2.4
N-乙酰氨基磷酸	0.5	2.6
N-甲基草甘膦	0.5	0.6
N-乙酰草铵膦	0.25	1.3
3-甲基磷酸亚基丙酸	0.25	0.6

回收率与精密度

使用空白血液和空白尿液样品，加标浓度为20 ng/mL，每种样品6个平行实验，8种化合物的平均回收率和RSD结果详见表3。

表3. 8种化合物平均回收率和RSD结果 (n=6)。

化合物名称	血液		尿液	
	平均回收率%	RSD %	平均回收率 %	RSD %
氨基磷酸	106.2	2.7	100.1	1.5
草铵膦	94.1	4.9	81.5	4.7
草甘膦	95.1	2.8	99.5	2.3
N-乙酰草甘膦	91.8	1.1	87.9	2.7
N-乙酰氨基磷酸	104.4	3.3	111.9	3.8
N-甲基草甘膦	85.8	5	93	1.3
N-乙酰草铵膦	91.2	4.9	113.5	1.3
3-甲基磷酸亚基丙酸	87.1	4.7	97.5	4.9

总结

1. 本文应用SCIEX Triple Quad™系统，建立了血液和尿液中8种强极性农药及其代谢物的检测方法。无需衍生化处理，样品经提取净化后，直接进样分析，省时省力。
2. SCIEX专利技术的Turbo V™离子源，专利的离子源温度设计和主动排空功能带来高离子化效率和极强的抗污染能力。在日常大批量样本检测过程中仍保证的稳定的高灵敏度和重现性。
3. 该方法能快速准确的对血液和尿液中8种强极性农药及其代谢物进行定量分析，灵敏度可以满足实际工作需求。

附录 8种强极性农药及其代谢物和4种同位素内标的MRM列表

化合物名称	Q1	Q3	DP	CE
氨甲基膦酸	109.8	63	-49	-23
	109.8	79	-49	-37
草铵膦	179.9	62.9	-45	-59
	179.9	84.9	-45	-26
草甘膦	167.9	62.9	-30	-33
	167.9	78.9	-30	-53
N-乙酰草甘膦	210	63	-35	-40
	210	150	-35	-17
N-乙酰氨甲基膦酸	152	63	-35	-40
	152	110	-35	-20
N-甲基草甘膦	182	79	-35	-33
	182	63	-35	-35
N-乙酰草铵膦	222	63	-35	-61
	222	136	-35	-29
3-甲基磷酸亚基丙酸	151	63	-35	-47
	151	133	-35	-17
草甘膦内标	170	63	-40	-25
氨甲基膦酸内标	112	79	-40	-36
N-乙酰草甘膦内标	213	79	-40	-52
3-甲基磷酸亚基丙酸内标	154	136	-40	-17

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。AB SCIEX™ 商标经许可使用。© 2020 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

RUO-MKT-02-11679-ZH-A



SCIEX中国

北京分公司
北京市朝阳区酒仙桥中路24号院
1号楼5层
电话：010-5808-1388
传真：010-5808-1390
全国咨询电话：800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心
上海市长宁区福泉北路518号
1座502室
电话：021-2419-7200
传真：021-2419-7333
官网：sciex.com.cn

广州分公司
广州市天河区珠江西路15号
珠江城1907室
电话：020-8510-0200
传真：020-3876-0835
官方微信：[ABSciex-China](https://www.absciex.com.cn)