

鼠药安妥和敌鼠的 LC-MS/MS 分析

明 红

(美国瓦里安技术中国有限公司上海代表处, 上海 200003)

Analysis of Raticide Drug Naphthylthiourea and Diphacinone by LC-MS/MS

MING Hong

(Varian Technologies China, Ltd., Shanghai Rep. Office, Shanghai 200003, China)

Abstract: At present great varieties of raticide drugs are available in domestic. For example diphacinone or bromadiolone are high poisonous, slow effect raticide, these compounds will cause the viscera haemorrhage unceasing to death. It is often happened mistaken and being used for murder. So it is necessary to develop an effectivet, accurate and confirm method which will provide evidence to solve these cases in the forensic field. MS/MS technique provide not only high sensitivity, strong confirmation but also can make accurate quantity determination. This file reports a MS/MS method for analyzing simultaneously naphthylthiourea and diphacinone by Varian 1 200 L LC-MS/MS and achieved very satisfied result.

Key words: LC-MS/MS; diphacinone; bromadiolone

中图分类号: O657.63 文献标识码: A 文章编号: 1004-2997(2006)增刊-147-02

目前国内杀鼠药种类较多,除了氟乙酰胺、氟乙酸钠及毒鼠强等高效剧毒杀鼠剂(由此而造成的误服、投毒、自杀或二次中毒造成的案件越来越多),其他的鼠药如误服、投毒、自杀等原因也会造成严重后果。因此开发一种高效、准确的分析确证方法是目前征破此类案件的关键。

目前使用的方法为常规的 HPLC 和 GC 方法,方法简单,但确证能力十分有限,而 MS/MS 方法灵敏度高(可监测到 ppb 级水平),定性功能强(可给出分子量信息及碎片结构信息),可做到精确的定量分析和准确地定性判断。是公安司法领域征破案件的强大武器。下面介绍采用 1 200 L LC-MS/MS 方法同时分析含硫杀鼠剂(安妥)和茚二酮类杀鼠剂(敌鼠),取得了令人满意的结果。

1 试验部分

1.1 试验仪器

Varian 1 200 L LC-MS/MS, Varian Prostar 210 泵, Varian ProStar 410 自动进样器;

1.2 试验试剂

敌鼠标准品: SIGMA, 配成 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的储备液; 安妥标准品: CHEM SERVICE, 配成 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的储备液; 甲醇、乙腈、水均为色谱纯, 甲酸为分析纯。

1.3 试验条件

(1) 液相条件: 色谱柱 Inertsil ODS-3 150 mm \times 3 mm, 3 μm , 流动相 A 为 0.1% (V/V) 甲酸水溶液, 流动相 B 为 甲醇, 以 A : B (25 : 75) 的比例等度洗脱, 流速 0.25 mL/min。

(2) 质谱条件: 离子化方式采用 ESI (电喷雾电离) 方式, 雾化气 52 psi, 干燥气 20 psi, 干燥

气温度 300 ℃,碰撞气 2.0 mTorr 氩气。

2 结果与讨论:

2.1 试验结果

图 1 是 安妥的子离子扫描图,安妥经 MS/MS 碰撞后主要解离成 167 的碎片例子,因此 m/z 167 作为定量离子。图 2 是安妥和敌鼠的 LC-MS/MS 分离的总离子流图。在该方法条件下,敌鼠的最低定量可达 0.2 ppb,仍有较好的信噪比,见图 3。同时考察了安妥和敌鼠的线性,表明两种鼠药在 0.2~50.0 ppb(安妥)及 1.0~125.0 ppb(敌鼠)均有很好的线性(图 4 和图 5),其线性相关系数 R_2 分别为 0.998,0.999。

2.2 结论

结果表明,Varian 1 200 L LC-MS/MS 在测定含硫鼠药(例如:安妥)和茚二酮类鼠药(例如:敌鼠)具有极高的灵敏度和很好的线性响应,可以广泛应用于公安样品中痕量有毒物质的定性和定量检测。

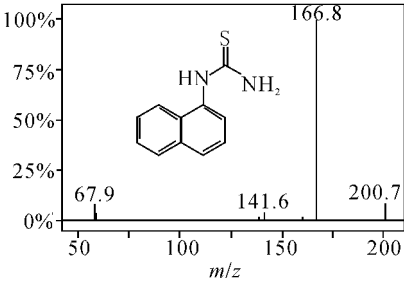


图 1 安妥的子离子扫描图

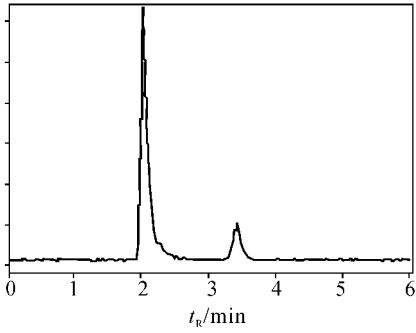


图 2 安妥和敌鼠 LC-MS/MS 总离子流图

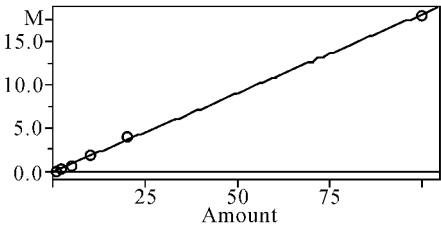


图 3 0.2 ppb 敌鼠的信噪比

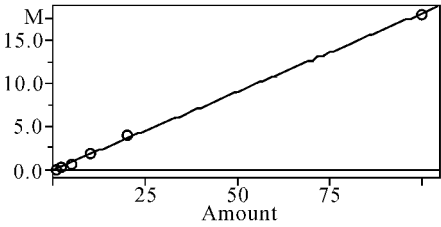


图 4 安妥的校正曲线 1.0~125.0 ppb

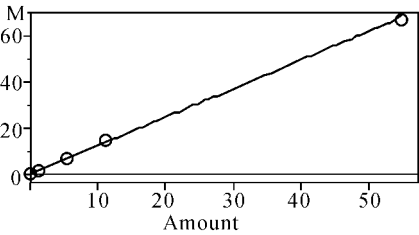


图 5 敌鼠的校正曲线 0.2~50.0 ppb