

尿中呋喃丹及其代谢产物的 GC/MS 定性定量分析*

邹天治 宋 鸣

(辽宁省刑事科学技术研究所 沈阳 110032)

[摘要]本文应用 GC/MS 法对农药呋喃丹及其尿液中的代谢产物进行定性、定量分析,解决了法庭科学中该农药及其代谢产物的检验难题。

关键词:GC/MS 呋喃丹 尿液

呋喃丹(carbofuran)属新型高效低毒的氨基甲酸酯类农药,近年来,随着农业上的广泛应用,中毒事件时有发生。由于其易于分解,体内代谢快,故应用一般方法很难检验,过去曾有一些应用紫外光谱、气相色谱、液相色谱检验此类农药的报道,但由于这些方法不能确定其结构,也就很难得出确切定性结论。本文应用 GC/MS 法对呋喃丹及其尿液中的代谢产物进行定性、定量分析,排除了假阳性干扰,取得满意的效果。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

仪器:FINNIGAN SSQ710 型质谱仪、VAIRAN 3400 型气相色谱仪、DEC5000/125 型工作站。

试剂:乙酸乙酯(分析纯)、乙醇(优级纯)、呋喃丹标准品、呋喃吩标准品。

条件:DB5 毛细管色谱柱、分流比 30:1、进样口温度 250℃、灯电流 200 μ A、传输线温度 250℃、倍增器电压 1200V、程序升温 80℃~250℃、扫描 50~450u。

1.2 检材处理

动物实验:取实验大白兔 3 只,体重 1.5~2.0kg,分别灌服呋喃丹标准品 100mg、40mg、0mg。其中灌服 100mg 实验兔在 20 分钟死亡,其余 2 只处死。解剖后取尿液备检。

尿液提取:取尿液 5mL,用乙酸乙酯 20mL、10mL、5mL 分 3 次提取,合并提取液,过无水硫酸钠柱脱水,挥干后用乙醇定容备检。

1.3 方法与结果

1.3.1 定性分析

1994 年 7 月 20 日收

* 第 6 届全国 F 四极质谱学术会议论文

取兔尿液提取物 0.1 μ L,气相色谱进样,质谱法检测。总离子流图在扫描数 298(5:49)有呋喃吩检出。

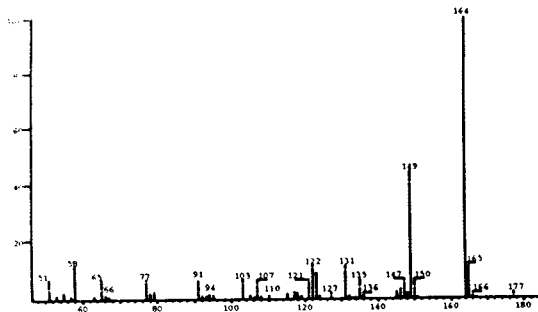


图 1 尿液提取物质谱图

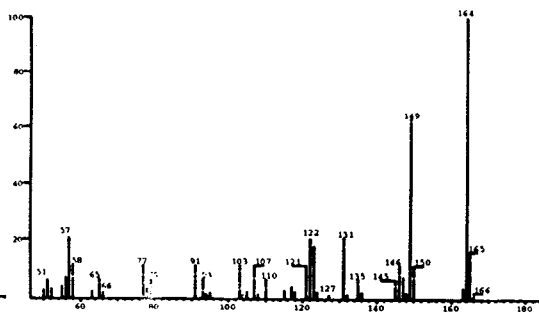
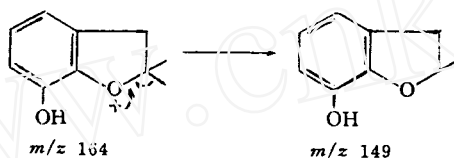


图 2 呋喃吩标准品质谱图(NST 谱库)

呋喃吩的 EI 谱图(图 1、2)中 164、149 质量碎片分别由下列变化产生:



1.3.2 定量分析

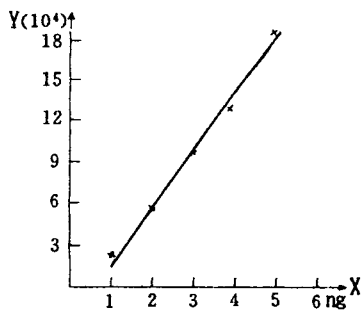


图 3 标准曲线

X(进样量 ng)	1ng	2ng	3ng	4ng	5ng
Y(峰面积 $\times 10^4$)	2.6	5.9	10.6	13.7	18.4

用呋喃吩作标准进行定量分析:精密称取呋喃吩标准品 25mg,置于 25mL 容量瓶中,用乙醇稀释至刻度,配成 1mg/mL 对照贮备液。将对照贮备液稀释成 5、10、15、20、25ng/ μ L 标准溶液,备检。

标准曲线绘制:分别吸取上述标准溶液 0.2 μ L,气相色谱进样。呋喃吩在 1ng~5ng 区间具有良好的线性关系。标准曲线见图 3,相关系数 $R=0.9979$,回归方程:

$$Y = -1.58 + 3.94X$$

2 讨论

2.1 呋喃丹在体内吸收和代谢均很快,一般在 24 小时内 70%~80%经代谢转化后从尿

