

全新一代三重四极杆液质联用仪TSQ Fortis测定水中丁基黄原酸污染物

潘峰云 郭藤 徐牛生, 赛默飞世尔科技(中国)有限公司, 北京 100000

关键词:

TSQ Fortis 丁基黄原酸盐污染物 水质 国家环境保护标准

摘要

赛默飞全新液相色谱串联三重四极杆质谱TSQ Fortis平台针对生态环境部标准HJ1002-2018, 建立了水中丁基黄原酸化合物分析的三重四极杆质谱测定方法。TSQ Fortis采用ESI离子源负离子模式SRM扫描方式检测。色谱条件: Acclaim™ AMG C18 (3μ, 150 x 2.1mm 色谱柱), 流动相为乙腈和氨水溶液, 流速0.3 mL/min, 柱温45℃。本方法满足环境标准的检测要求, 重现性和线性关系良好, 专属性强, 适用于水质中丁基黄原酸盐污染物的检测。

1. 引言

丁基黄原酸盐, 俗称“丁基黄药”, 是一种重要的金属硫化矿捕集药剂、橡胶硫化促进剂, 广泛应用于各种重金属硫化矿(如PbS、ZnS、NiS、CuS等)和部分贵金属硫化矿(如Au₂S₃、Ag₂S等)的浮选捕收。黄药因呈黄色故而得名。丁基黄原酸盐在常温下为浅黄色至黄色粉状或棒粒状固体, 有毒, 易燃, 易吸潮, 易溶于水、丙酮和部分醇中, 性质不稳定, 在酸性介质中加速分解。丁基黄原酸盐对人体和畜禽的危害主要表现在伤及神经系统和肝脏器官, 对造血系统也有不良影响。

2018年12月, 生态环境部发布《水质 丁基黄原酸的测定 液相色谱-三重四极杆串联质谱法》, 本文基于全新一代Thermo Scientific™ TSQ Fortis™三重四极杆串联质谱仪, 建立了水质中丁基黄原酸污染物的检测方法。本方法专属性强、稳定性好, 可以满足生态环境部的检测要求, 为水质中分析此化合物提供有效的检测方法。

2. 实验部分

2.1 仪器与试剂

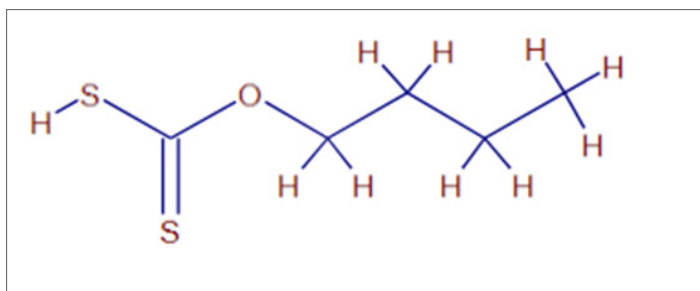
2.1.1 2.1.1 Thermo Scientific™ Vanquish™超高效液相色谱仪

Thermo Scientific™ TSQ Fortis™三重四极杆质谱仪

2.1.2 乙腈(质谱纯, 美国Thermo Fisher公司); 水(质谱纯, 美国Thermo Fisher公司); 氨水(HPLC纯, 美国Thermo Fisher公司)

2.2 化合物信息及溶液配制

2.2.1 丁基黄原酸化合物



分子式: C₅H₁₀OS₂

分子量: 150

2.2.2 标准品

丁基黄原酸钾水溶液 100 μg/mL (AccuStandard®)

2.2.3 标准曲线各溶液: 以pH9.5氨水溶液作为溶剂, 稀释成各浓度的标准品溶液。

2.3 色谱条件:

色谱柱: Acclaim™ AMG C18 (3μ, 150 x 2.1mm);

柱温: 45℃;

进样量: 10 μL;

流动相: A为pH9.5水溶液(氨水调节), B为乙腈, 梯度洗脱程序见下面表1

表1 梯度洗脱程序

时间	A%	B%	流速mL/min
0.0	86	14	0.3
0.8	5	95	0.3
3.5	5	95	0.3
3.6	86	14	0.3
7	86	14	0.3

2.4 质谱条件:

可加热电喷雾电离源 (HESI), 负离子扫描模式; 扫描方式: SRM; 喷雾电压 (-): 3000V; 离子传输管温度: 300℃; 鞘气压力40arb; 辅助气压力5arb; 离子源温度: 400℃; 碰撞气压力: 2 mTorr; 选择反应监测离子对信息见表2。

表2 丁基黄原酸化合物质谱采集参数

化合物	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	碰撞能量 (ng/mL)	Tube Lens (V)
丁基黄原酸	148.95	71.125*	13.64	66
	148.95	73.125	9.04	66

标* 的子离子为定量离子

3. 实验结果与讨论

3.1 色谱图

采用上述仪器方法, 丁基黄原酸化合物获得了良好的色谱峰型。图1是丁基黄原酸化合物 (10ng/mL) 的色谱图。

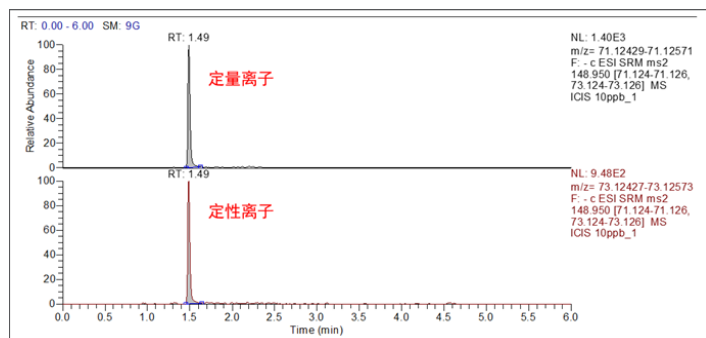


图1 丁基黄原酸化合物的色谱图

3.2 线性范围

采用上述仪器方法, 对丁基黄原酸化合物进行线性范围测试, 线性相关系数 r^2 大于0.99, 线性关系良好。化合物线性范围、线性相关系数、LOQ、LOD结果见表3, 化合物标准曲线见图2。

表3 丁基黄原酸化合物的标曲范围、相关系数、LOQ、LOD

Compound Name	标曲范围 ng/mL	相关系数 (r^2)	LOQ ng/mL	LOD ng/mL
丁基黄原酸	1-100	0.9940	0.8	0.1

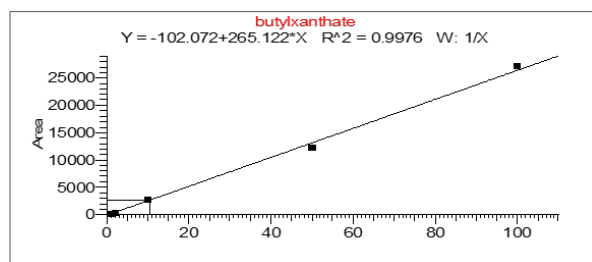


图2 丁基黄原酸化合物标准曲线

3.2 标准品溶液重现性及基质加标重现性结果

测定地表水样品, 地表水中未测到丁基黄原酸。地表水分别加标 2ppb, 10ppb和100ppb, 以及标准品溶液2ppb,10ppb,100ppb浓度, 进行重现性测试, 具体重现性结果如表4所示。

表4 标准溶液和地表水加标的重现性结果

Compound	标准品 ng/mL	RSD% (n=6)	地表水加标 ng/mL	RSD% (n=6)
丁基黄原酸	2	3.86	2	3.30
	10	2.71	10	2.97
	100	2.42	100	2.30

4. 总结

本文建立了三重四极杆液质联用仪 (TSQ Fortis) 分析水中丁基黄原酸盐类化合物的检测方法。由实验结果可以看出, Thermo Scientific™ TSQ Fortis™具备良好的重现性和稳定性, 专属性高, 符合生态环境部标准。本方法可用于水质中丁基黄原酸盐污染物的分析检测。



赛默飞
官方微信

热线 800 810 5118
电话 400 650 5118
www.thermofisher.com

ThermoFisher
SCIENTIFIC