

LC-MS/MS法快速测定土壤中8种有机炸药

LC-MS/MS Method for Rapid Determination of 8 Organic Explosives in soil

张崇, 刘冰洁, 李立军, 郭立海

Zhang Chong, Liu Bingjie, Li Lijun, Guo Lihai

SCIEX应用技术中心

Keywords: SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS System, Organic Explosives, Soil

前言

随着炸药生产技术的不断发展, 有机炸药已经被越来越广泛地应用于军事、爆破等行业中, 但同时由于其快速、简便、破坏作用大的特点也常被不法分子所利用。由于犯罪手段日趋隐秘, 作案手段呈多样化, 在爆炸现场残留的痕量炸药成分, 已成为侦破案件的重要线索。而且由于大部分有机炸药对人体有致癌性, 在生产和使用炸药的过程中不可避免地会对环境产生污染, 因此也需及时监测受污染环境中炸药成分的浓度。无论出于对政治、社会安全因素的考虑还是监测在生产或使用炸药过程中对环境产生的污染程度, 能及时准确地检测出现场样品中含有的炸药成分并确定其浓度, 都具有十分重要的意义。

由于在炸药分子中普遍存在大量的吸电子含氮基团, 且大多数炸药均具有热不稳定性, 因此非常适合采用LC-MS/MS技术进行分析测定。本实验采用SCIEX Triple Quad™ 3500系统, 建立了8种有机炸药的快速测定方法, 为土壤中痕量爆炸物成分的检测提供了简单快速的解决方案。

本方法具有以下特点:

- 1、快速高通量, 一针进样只需8分钟, 即可快速完成8种炸药的定性、定量分析。
- 2、前处理方法简单高效, 无需复杂、繁琐的固相萃取、吹干、复溶等步骤, 可极大的减少样品准备时间。
- 3、高灵敏度, 8种炸药均为负离子采集模式, 在土壤基质中的定量限可达pg级, 体现了仪器极好的负离子灵敏度。

试验方法

1. 样品前处理

样品溶于甲醇: 乙腈 (50:50 v/v), 涡旋混匀30 s, 超声提取5 min, 10000 r·min⁻¹离心10 min, 上清液进样分析。

2. 液相条件

液相: SCIEX ExionLC™ AD系统

色谱柱: Phenomenex Kinetex Biphenyl
3.0 × 50 mm, 2.6 μm

流速: 0.4 mL/min

柱温: 40 °C

进样量: 2 μL

洗脱程序: 梯度洗脱

3. 质谱条件

SCIEX Triple Quad™ 3500系统

离子源: ESI源, 负离子模式

离子源参数:

IS电压: -4500 V

气帘气: 35 psi

雾化气GS1: 55 psi

辅助气GS2: 60 psi

源温度TEM: 400 °C

碰撞气CAD: Medium

表1. 8种有机炸药类化合物质谱参数。

中文名	英文简写	母离子形式	Q1	Q3	DP	CE
特屈儿	CE	源内裂解	288.0	194.0	-52	-17
			288.0	212.0	-52	-14
奥克托今	HMX	[M+Cl] ⁻¹	331.0	109.0	-45	-20
			331.0	183.0	-45	-14
太恩	PETN	[M+Cl] ⁻¹	351.0	62.0	-25	-31
			351.0	46.0	-25	-37
黑索金	RDX	[M+FA] ⁻¹	267.0	46.0	-20	-35
			267.0	92.0	-20	-9
2,4-二硝基甲苯	2,4-DNT	[M-H] ⁻¹	181.1	135.0	-30	-29
			181.1	46.0	-30	-45
吉纳	Jina	[M-H] ⁻¹	285.1	62.0	-30	-20
			285.1	45.0	-30	-30
三硝基甲苯	TNT	[M-H] ⁻¹	226.0	196.0	-66	-17
			226.0	46.0	-66	-60
硝化甘油	NG	[M-H] ⁻¹	262.1	62.0	-15	-20
			262.1	46.0	-15	-21

实验结果

1. 8种有机炸药化合物的典型色谱图（见图1）

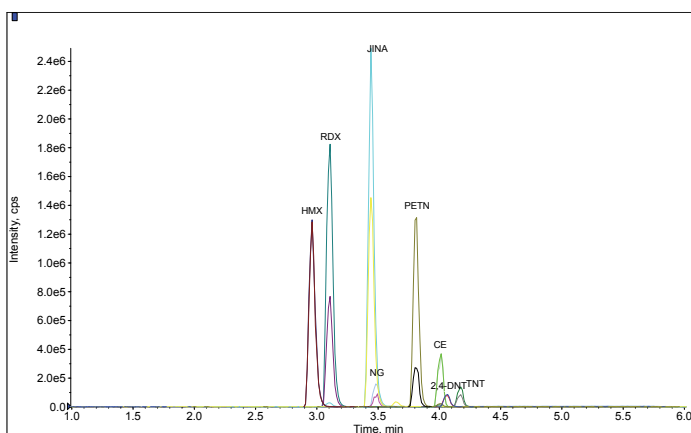


图1. 土壤中8种有机炸药的色谱图。

2. 线性范围：

8种有机炸药在各自线性范围内线性良好 ($r > 0.995$)，线性范围宽，保证不同浓度水平样品的准确定量（见表2，图2）。

表2. 土壤中8种有机炸药类化合物线性范围（ng/g）。

序号	中文名	英文名	线性范围	相关系数r
1	特屈儿	CE	0.05-200	0.9998
2	奥克托今	HMX	0.05-200	0.9987
3	太恩	PETN	0.5-1000	0.9997
4	黑索金	RDX	0.05-200	0.9995
5	2,4-二硝基甲苯	2,4-DNT	1-1000	0.9999
6	吉纳	JINA	0.2-1000	0.9993
7	三硝基甲苯	TNT	1-1000	0.9997
8	硝化甘油	NG	1-1000	0.9981

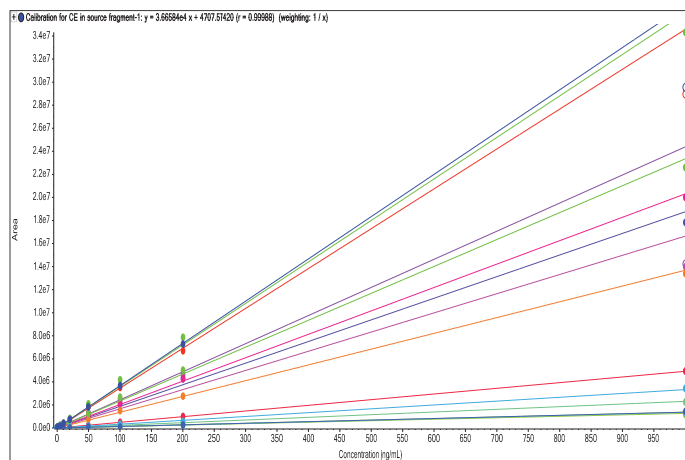


图2. 8种有机炸药的线性曲线。

3. 回收率

在土壤中添加两种浓度的混合标准品，制备得到5, 10 ng/g的基质加标样品，经过与标准样品相同的前处理过程后，经LC-MS/MS检测，回收率为51.7-106.0%（见图3），重现性（n=3）RSD为1.31-4.59%（见图4）。

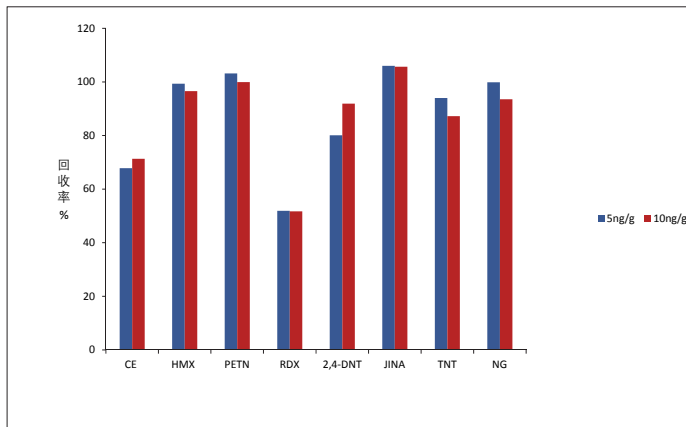


图3. 土壤中8种有机炸药的加标回收率。

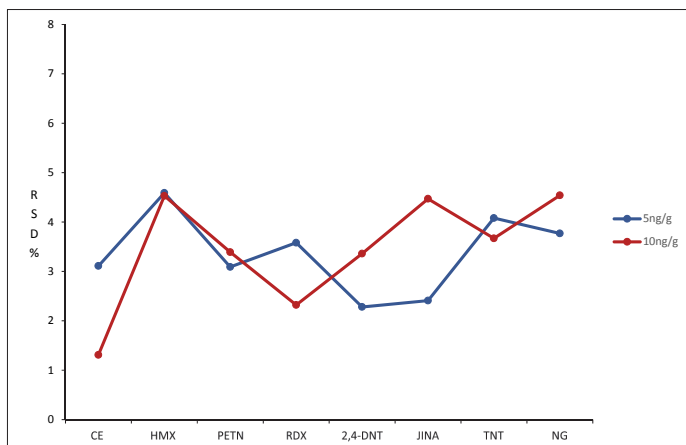


图4. 土壤中8种有机炸药的加标分析重现性。

总结

本文在SCIEX Triple Quad™ 3500系统上，建立了一套测定土壤中8种有机炸药的LC-MS/MS检测方法。该方法分析时间仅为8分钟，且样品无需进行复杂、繁琐的前处理，极大的节约时间和经济成本。该方法灵敏度高，土壤中的定量限可达pg级；土壤中加标回收率高，进样3针的重现性RSD < 5%，可用于快速对土壤中痕量的有机炸药进行定量检测。

参考文献

1. Gilbert-López Bienvenida; Lara-Ortega Felipe J, et al. Detection of multiclass explosives and related compounds in soil and water by liquid chromatography-dielectric barrier discharge ionization-mass spectrometry.[J]. Analytical and Bioanalytical Chemistry, 2019, 2019(2):11-17.
2. S. Ehlert, J. Hölzer, et al. Rapid on-site detection of explosives on surfaces by ambient pressure laser desorption and direct inlet single photon ionization or chemical ionization mass spectrometry.[J]. Indian Journal of Pharmaceutical Sciences, 2013, 405(22):6979-6993.

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，也包括相关的标识、标志的所有权，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。

© 2020 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-9989-ZH-B



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)