

LC-MS/MS快速分析生活饮用水中4种双酚A类化合物

Simultaneous Determination of 4 Kinds of Bisphenol A analogs in Drinking water by High Performance Liquid Chromatography-Mass Spectrometry

李广宁, 孙小杰, 刘冰洁, 郭立海

Li Guangning, Sun Xiaojie, Liu Bingjie, Guo Lihai

SCIEX China

Key Words: SCIEX Triple Quad; Drinking water; Bisphenol A; Alkylphenol

引言

双酚A, 也称BPA, 分子式为 $C_{15}H_{16}O_2$, 是一种重要的有机化工原料, 在工业上被用来合成聚碳酸酯、环氧树脂、酚醛树脂等高分子材料, 并广泛应用于制造塑料食品容器, 如保鲜盒、婴儿奶瓶和矿泉水瓶等。研究发现BPA有类似雌激素的作用, 即使很低的剂量也能使动物产生雌性早熟、精子数下降、前列腺增长等作用。

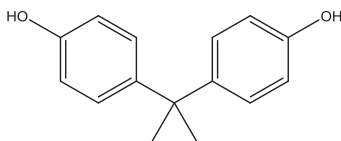


图1. 双酚A分子结构

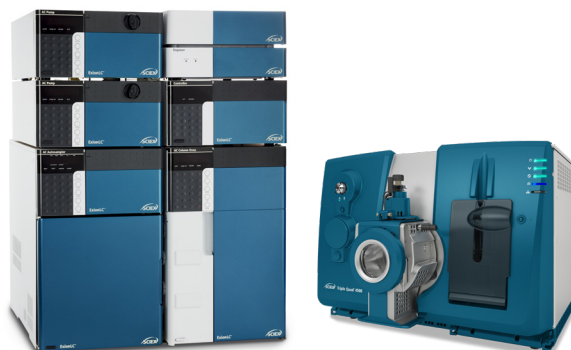
由于双酚A的广泛应用, 近年来不断有地表水、地下水甚至饮用水中检出双酚A报道, 双酚A的水体污染已成为饮用水安全领域的一个重要问题。我国2021年7月发布的《生活饮用水卫生标准》GB 5749征求意见稿, 明确将双酚A作为饮用水安全的参考指标。

我们根据《生活饮用水卫生标准》GB 5749相关要求, 在SCIEX液相色谱质谱联用系统上建立了水体中双酚A类化合物的定量检测方法。该方法具有以下特点:

1. 抗干扰能力强, 结合在线捕集技术, 排除了流动相系统带来的本底干扰。
2. 直接进样分析, 无需富集, 更方便快捷。
3. 灵敏度高, 完全满足GB 5749相关标准的检测要求。

仪器设备

SCIEX ExionLC™ 系统 + SCIEX Triple Quad™ 系统



样品处理:

取适量水样, 置于10mL玻璃离心管中, 4000 r/min离心5 min, 直接转移至进样瓶, 上机分析

色谱方法:

色谱柱:

捕集柱: Phenomenex, Kinetex 5 μ m Evo C18 100 \AA ,
50 \times 2.1 mm (P/N 00B-4633-AN)

分析柱: Phenomenex, Kinetex 2.6 μ m Biphenyl 100 \AA ,
50 \times 2.1mm(P/N 00B-4622-AN)
Kinetex 1.7 μ m C18 2.1 \times 100mm;

流动相: A: 水, 含0.02%氨水
B: 甲醇

流速: 0.4 mL/min;

柱温: 40 $^{\circ}$ C;

进样量: 2 μ L

质谱方法:

扫描方式: 负模式

离子源: ESI

电喷雾电压: -4500 V 离子源温度: 500 $^{\circ}$ C

雾化气压力: 55 psi 辅助加热气压力: 55 psi

气帘气压力: 25 psi 离子对列表见附表

实验结果与讨论

化合物提取离子流色谱图

1. 本底干扰的影响

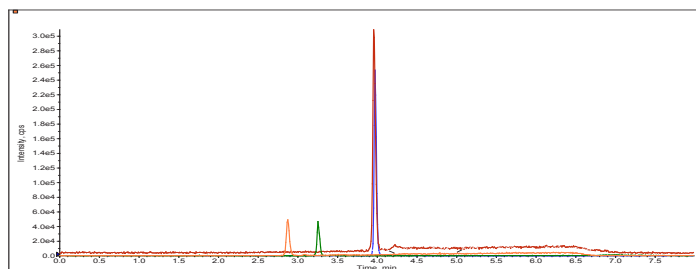


图2. 4种双酚A类化合物提取离子流色谱图

由于来自于流动相和系统管路的干扰, 使用LC-MS/MS方法对双酚A类化合物定量时, 本底有时 would 存在较高的信号干扰。我们采

用在线捕集技术将本底化合物出峰时间延后, 使目标化合物与本底化合物实现色谱分离, 保证了检测结果的准确性。



图3. 采用在线捕集技术的仪器示意图

以壬基酚为例, 图4(a)和图4(b)分别为不接捕集柱时空白进样和壬基酚的标准品溶液的色谱图, 可见壬基酚本底干扰严重。图4(c)和图4(d)分别为接入捕集柱后空白进样和壬基酚的标准品溶液的色谱图。结果显示采用在线捕集技术后, 本底干扰出峰时间延后, 样品中的壬基酚和系统本底化合物能实现较好的分离, 从而成功排除系统本底化合物的干扰。

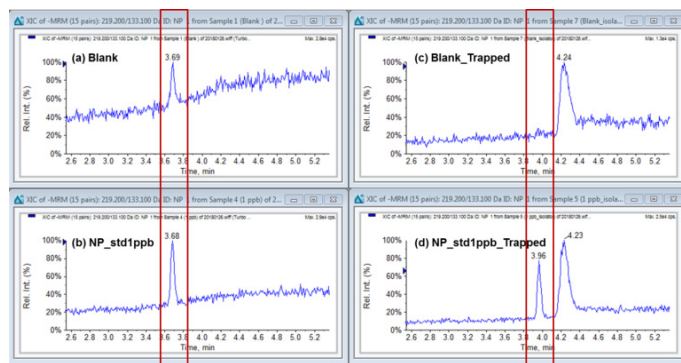
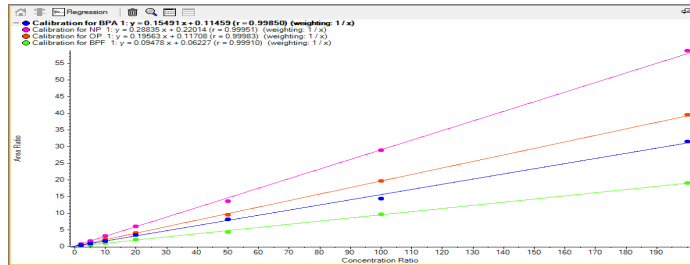


图4. 采用在线捕集技术前后的色谱图对比

2. 线性范围, 回归方程及回归系数

4种双酚A类化合物的灵敏度考察、线性范围及线性关系结果见以下图表, 该方法完全满足实验室对水体中双酚A类化合物的测定要求。

图5. 4种双酚A类化合物的标准曲线图



总结

本实验在SCIEX Triple Quad™ 系统上, 采用在线捕集技术建立了水体中4种双酚A类化合物的LC-MS/MS方法, 该方法快速简便, 可靠性好, 灵敏度远远优于GB 5749中关于饮用水中双酚A的检测要求, 可满足分析实验室相关检测需求。

附录: 4种双酚A类化合物的质谱离子对参数

中文名	英文名	CAS No.	分子式	Q1(Da)	Q3(Da)	ID	DP(V)	EP(V)	CE(eV)	CXP(V)
双酚A	Bisphenol A	80-05-7	C ₁₅ H ₁₆ O ₂	227.1	133	BPA 1	-52	-10	-30	-11
					212.1	BPA 2	-51	-10	-36	-6
壬基酚	Nonylphenol	25154-52-3	C ₁₅ H ₂₄ O	219.2	133.1	NP 1	-58	-10	-36	-8
					147.1	NP 2	-60	-10	-31	-7
					106.1	NP 3	-60	-10	-34	-11
辛基酚	octylphenol	27193-28-8	C ₁₄ H ₂₂ O	205.1	106.1	OP 1	-85	-10	-26	-8
					119.1	OP 2	-61	-10	-51	-8
					133.1	OP 3	-57	-10	-51	-9
双酚F	Bisphenol F	620-92-8	C ₁₃ H ₁₂ O ₂	199.1	93.1	BPF 1	-61	-10	-28	-7
					105.1	BPF 2	-61	-10	-28	-6
					77.1	BPF 3	-61	-10	-32	-7

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。

© 2021 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-13791-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: [SCIEX-China](https://www.sciex.com.cn)