

应用LC-MS/MS快速检测10种硝基酚类化合物

Rapid Detection of 10 Nitrophenol Compounds by SCIEX LC-MS/MS

刘蓉, 孙小杰, 刘冰洁, 郭立海

Liu Rong, Sun Xiaojie, Liu Bingjie, Guo Lihai

SCIEX Application Support Center, China

Keywords: 硝基酚, Triple Quad™, 环境污染物

引言

硝基酚 (Nitrophenols) 是一类有机化工原料, 一般呈现为黄色的晶体状, 用于杀虫剂、染料、炸药、防腐剂和塑料的生产, 在工业、医学、材料领域发挥着不可或缺的作用。由于硝基的存在赋予芳香化合物很强的化学稳定性, 所以硝基酚类化合物在环境中分解需要很长时间, 并且可以通过呼吸道、消化道和皮肤黏膜等方式进入人体内, 对人和生物有极强的毒害作用, 影响人类的生存和发展。美国环境保护局 (USEPA) 和美国公共卫生服务局视硝基酚类化合物为危险物质和优先有毒污染物, 我国从20世纪90年代开始将部分酚类化合物作为主要监测对象。此外, HJ 1049-2019《水质 4种硝基酚类化合物的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法》和HJ 1150-2020《水质 硝基酚类化合物的测定 气相色谱-质谱法》中也明确规定了水质中硝基酚类化合物的检测和限量标准。

SCIEX基于Triple Quad™系统建立10种硝基酚类化合物的快速检测方法, 为硝基酚类化合物的监测提供快速高效的技术支持。

本方法具有以下特点:

1. 本方法灵敏度高, 10种化合物的检测灵敏度均达到ng/L级别。
2. 本方法分析时间仅为7分钟, 大大提高检测效率。
3. 本方法定量准确, 拥有出色的重现性和稳定性, 线性各浓度点准确度均在90-110%之间, 且 r^2 均大于0.998, 线性相关性良好。

实验方法

1. 液相条件

液相: SCIEX Exion LC™系统

色谱柱: C18 (2.0 × 100 mm, 1.8 μm)

流动相: A相为水, B相为乙腈

流速: 0.3mL/min

柱温: 40 °C

梯度洗脱条件见表1

表1. 流动相洗脱程序

时间 (min)	A %	B %
0	50	50
1	50	50
3	5	95
5	5	95
5.1	50	50
7	50	50

2. 质谱条件

离子源: ESI源

离子源参数:

IS电压: -4500 V

气帘气: 30psi

雾化气GS1: 50 psi

辅助加热气GS2: 50 psi

源温度TEM: 550 °C

碰撞气CAD: 8

表2. 10种硝基酚类化合物的质谱参数

化合物名称	母离子	子离子	去簇电压 DP, V	碰撞能量 CE, v
4-硝基苯酚	138	46	-40	-40
	138	107.9	-40	-25
3-甲基-4-硝基苯酚	152	122	-40	-25
	152	106.9	-40	-28
4-硝基邻甲酚	152	122	-40	-25
	152	46	-40	-70
3-硝基水杨酸	182	138	-50	-25
	182	108	-50	-35
5-硝基水杨酸	182	138	-50	-25
	182	108	-50	-35
4-甲基-5-硝基邻苯二酚	168	152.8	-60	-15
	168	122.9	-60	-35
4-硝基-1-萘酚	188	157.8	-60	-25
	188	142	-60	-30
2,6-二甲基-4-硝基苯酚	165.8	135.8	-60	-30
	165.8	106.9	-60	-35
4-硝基儿茶酚	154	124	-50	-25
	154	46	-50	-35
4-硝基愈创木酚	168	137.9	-60	-15
	168	108.8	-60	-35

3. 实验结果

3.1 10种硝基酚类化合物的典型色谱图 (见图1)

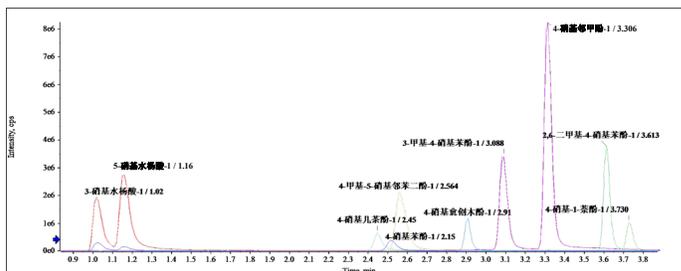


图1. 10种硝基酚类化合物的典型色谱图

对于3-硝基水杨酸、5-硝基水杨酸和3-甲基-4-硝基苯酚、4-硝基邻甲酚这两组同分异构体，二级碎片十分相似，因此在色谱上将其分离尤为重要，通过对液相条件进行优化后，两组同分异构体基本实现基线分离，帮助更好的定量。

3.2 标准曲线

采用空白溶剂加标，在0.002 ng/mL-2 ng/mL范围内配制系列标准曲线，10种化合物线性关系良好，线性相关系数R2均在0.998以上，见图2。

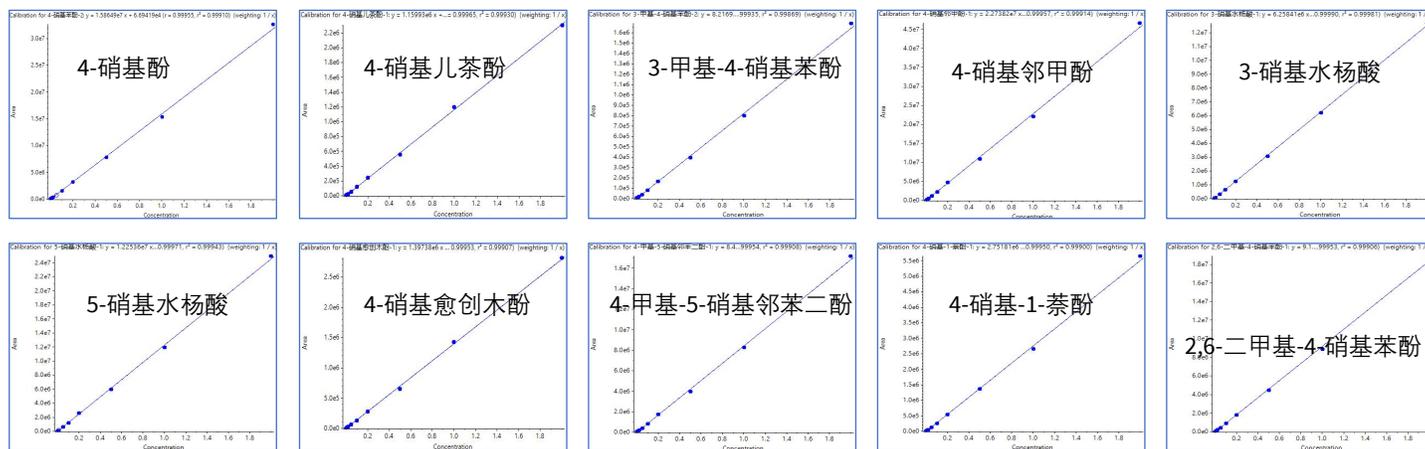


图2. 10种硝基酚类化合物的线性关系曲线

3.3 重复性结果

使用空白溶剂考察实验的重现性，添加浓度为0.05 ng/mL，连续进样六针，所有化合物RSD值均小于1.1%，方法及仪器的稳定性良好，见表3。

表3. 10种硝基酚类化合物的重现性

化合物	RSD% (n=6)	化合物	RSD% (n=6)
4-硝基苯酚	0.89	4-甲基-5-硝基邻苯二酚	0.55
3-甲基-4-硝基苯酚	0.98	4-硝基-1-萘酚	1.05
4-硝基邻甲酚	0.90	2,6-二甲基-4-硝基苯酚	0.87
3-硝基水杨酸	0.94	4-硝基儿茶酚	0.55
5-硝基水杨酸	0.96	4-硝基愈创木酚	0.64

总结

本文采用高效液相色谱串联三重四极杆质谱建立了10种硝基酚类化合物的LC-MS/MS定量方法。该方法的灵敏度高，满足日常检测限量需求；各化合物均具有良好线性关系；方法重现性好。

参考文献

- [1] 王建军.液相色谱-三重四级杆质谱法测定水中硝基酚类化合物[J].甘肃科技, 2023, 39(8):53-57.
- [2] 乔淞汾,秦冲,刘爱琴,等.超声萃取-高效液相色谱-串联质谱法测定土壤中三种硝基酚类化合物[J].岩矿测试, 2023.
- [3] Pillai,Indu,M,et al.Batch and continuous flow anodic oxidation of 2,4-dinitrophenol: Modeling, degradation pathway and toxicity[J].Journal of Electroanalytical Chemistry: An International Journal Devoted to All Aspects of Electrode Kinetics, Interfacial Structure, Properties of Electrolytes, Colloid and Biological Electrochemistry, 2015, 756:108-117.

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。

© 2024 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-15963-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: 021-2419-7201
传真: 021-2419-7333
官网: sciex.com.cn

广州办公室
广州国际生物岛星岛环北路1号
B2栋501、502单元
电话: 020-8842-4017

官方微信: [SCIEX-China](https://www.sciex.com.cn)