

Triple Quad™ 3500质谱快速测定水中污染物丁基黄原酸

Quick Determination Potassium Butyl Xanthate in water by Triple Quad™ 3500 Mass Spectrometry

李志远, 刘冰洁, 李立军, 郭立海

Li Zhiyuan, Liu Bingjie, Li Lijun, Guo Lihai

杨总¹, 李苇², 李立军¹, 郭立海¹

Yang Zong¹, Li Wei², Li Lijun¹, Guo Lihai¹

¹ SCIEX中国应用支持中心, 上海; ² 湖北省环境科学研究院

¹ SCIEX China Application Support Center, Shanghai, China; ² Hubei Institute of Environment Sciences, Hubei Province, China;

关键词 : 丁基黄原酸; 3500质谱; 水

Keywords : potassium butyl xanthate; 3500 mass spectrometry; water

引言

丁基黄原酸 (PBX, 分子式 $C_5H_{10}OS_2$) 是一种无色或带浅黄色的油状液体, 俗称黄药, 化学性质不稳定, 在酸性条件下容易分解。通常情况下, 丁基黄原酸作为一种捕集能力较强的浮选药剂、橡胶硫化促进剂, 广泛应用于各种有色金属硫化矿的混合浮选。据有相关文献报道丁基黄原酸对人畜的危害主要表现在伤及神经系统和肝功能, 甚至对生殖系统有不良影响, 因此选矿废水的不完全处理以及排放会严重污染周围的饮用水源, 破坏附近水域生态平衡, 危害人体健康, 于是丁基黄原酸成为环境水质监测的重点研究对象。在中华人民共和国环境保护最新标准HJ 1002-2018中, 对饮用水及饮用水源地水质标准检出限为 $0.2 \mu\text{g/L}$, 以往的分光光度法、色谱法等很难满足检测的要求, 本实验针对水中丁基黄原酸, 建立了一种高灵敏、快速的液相色谱串联质谱的分析方法, 方法完全满足最新标准HJ 1002-2018D 分析检测要求。该方法对于环境中污染物丁基黄原酸的分析检测有着重要的参考意义。

该方法的特点和优势

1. 方法检出限为 $0.1 \mu\text{g/L}$, 完全满足标准的要求 (HJ 1002-2018的检出限为 $0.2 \mu\text{g/L}$);



SCIEX ExionLC™液相和Triple Quad™ 3500质谱系统

2. 丁基黄原酸极性较强, 该方法详细优化了色谱条件之后有较好的保留, 避免基质干扰;

1 实验方法

1.1 液相色谱条件

色谱柱: ZORBAX Extend-C18 Rapid Resolution HD 2.1 X 100mm 1.8-Micron

流动相: 水相 (水中含有20 mM乙酸铵, 用氨水调节pH=9.5), 有机相为乙腈

1.2 质谱条件

扫描模式: 多反应监测 (MRM), 负离子扫描, MRM离子对见表1

离子源：ESI源；离子源参数：喷雾电压（IS）：-4500 V（-）；离子源温度：600 °C；气帘气（CUR）：35 psi；碰撞气（CAD）：7 psi；雾化气（GS1）：55 psi；辅助雾化气（GS2）：60 psi

表1. 丁基黄原酸MRM离子对。

Q1	Q3	DP	CE
148.9	71	-38	-23
148.9	73	-38	-14.5

2 实验结果

2.1 丁基黄原酸典型的提取离子色谱图

该方法一针进样5 min，由图1可知，丁基黄原酸出峰时间为2.538 min，表明该化合物有较好的色谱保留行为。在基质浓度为0.1 μg/L，信噪比（Peak-to-Peak S/N）为13，足够满足最新标准HJ 1002-2018检出限的要求（该标准检出限为0.2 μg/L）。

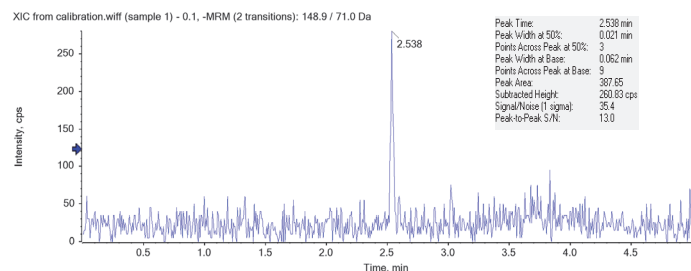


图1. 在基质中丁基黄原酸浓度为0.1 μg/L提取离子色谱图。

2.2 重复性、回归曲线

实验考察了方法的重复性，在基质中添加0.2 μg/L的丁基黄原酸，由图2可知，连续进样6针，峰面积的RSD%值为1.06%。在浓度范围0.1 ~ 100 μg/L，回归曲线相关性良好（图3），相关系数r大于0.999，结果表明足以满足定量分析的要求。

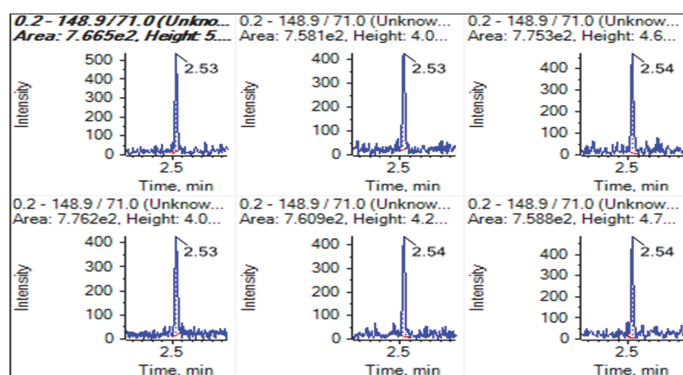


图2. 在基质中丁基黄原酸浓度为0.2 μg/L连续6针的提取离子色谱图。

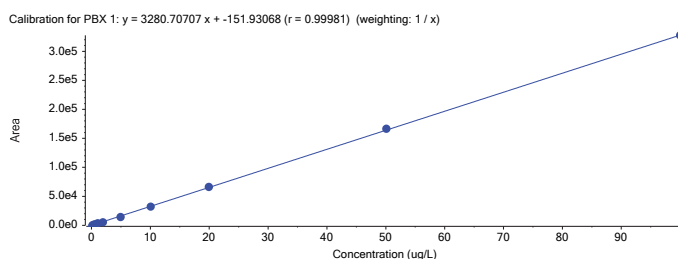


图3. 在浓度范围0.1 ~ 100 μg/L的丁基黄原酸的回归曲线。

3 小结

本文采用Triple Quad™ 3500质谱系统建立了快速分析检测水中污染物丁基黄原酸的液相色谱串联质谱LC-MS/MS方法。该方法详细优化了色谱条件，使得丁基黄原酸保留较好，避免基质干扰。该方法灵敏度高，足以满足最新标准HJ 1002-2018中对饮用水及饮用水源地水质中丁基黄原酸的分析检测要求。该方法对于环境中污染物丁基黄原酸的分析检测有着重要的参考意义。

For Research Use Only. Not for use in Diagnostics Procedures.

AB Sciex is operating as SCIEX.

© 2019. AB Sciex. The trademarks mentioned herein are the property of AB Sciex Pte. Ltd. or their respective owners. AB SCIEX™ is being used under license.

RUO-MKT-02-10004-ZH-A



SCIEX中国公司

北京分公司
地址：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
全国免费垂询电话：800 820 3488, 400 821 3897

上海公司及亚太区应用支持中心
地址：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
网址：www.sciex.com.cn

广州分公司
地址：广州市天河区珠江江西路15号
珠江城1907室
电话：020-8510 0200
传真：020-3876 0835
微博：@SCIEX