

# 基于SCIEX高灵敏度液质系统直接进样法快速测定水中数百种新污染物

## Determination of Emerging Contaminants in Ambient Water on SCIEX Triple Quad™ 7500 System

李广宁, 孙小杰, 刘冰洁, 郭立海  
Li Guangning, Sun Xiaojie, Liu Bingjie, Guo Lihai  
SCIEX 中国

**Key Words:** Emerging Contaminants, Ambient Water, SCIEX Triple Quad™ 7500 System, QTRAP® Ready, 快速, 高通量高, 高灵敏度

### 引言

新污染物 (Emerging Contaminants, 简称ECs) 是指那些具有生物毒性、环境持久性、生物累积性等特征, 但目前尚未被纳入管理或已有管理措施不足的有毒有害化学物质。新污染物主要来源于工农业生产, 以及日常生活排放等, 这类排放物往往具有种类繁多, 隐蔽性强, 不易降解, 且在环境样本中浓度较低却具有生物累积等特点。我国对新污染物治理高度重视, 2022年12月29日, 由生态环境部牵头更新了2023年新版《重点管控新污染物清单》(下指清单), 并已于今年3月1日正式施行。清单主要将新污染物分为四大类, 14种主要的新型污染物如全氟化合物, 抗生素类, 内分泌干扰物及常见不易降解农药残留作为重点监控物质纳入监管或直接禁用。

由于新污染物主要分布在环境样本中, 其检测难点在于种类多, 含量低, 基质复杂等特点, 所以往往需要针对不同类型污染物采用不同检测方法, 且需要进行复杂的前处理流程将目标污染物进行浓缩处理后才能达到灵敏度要求等特点。由于前处理通量不高, 难以一个前处理方法兼顾所有化合物。且操作复杂, 故在不同实验室和实验人员之间方法转移困难, 不利于结果的平行比对。

我们依托SCIEX新一代TripleQuad™ 7500系统, 利用其优异的耐基质, 高灵敏度等特性, 针对以上分析难点, 采用直接进样法建立了环境水样中429种新型污染物的分析方案。

### 该方案的特点和优势:

1. 与传统的离线富集方法相比, 直接进样法操作简单, 整个过程对目标物损失最小, 且通量较高, 可大量节约前处理带来的试剂消耗和人力时间浪费。
2. SCIEX TripleQuad™ 7500系统可提供优异的灵敏度和出色的抗基质干扰能力, 可在22分钟内快速对429种新型污染物进行定性和定量分析;
3. 与ONLINE-SPE法相比, 依托SCIEX TripleQuad™ 7500系统优异的灵敏度, 采用直接进样法分析, 操作更简单, 无需在样品分析时针对进样阀和Online SPE萃取柱进行复杂的方法设置和验证, 具有更优异的方法重现性。从而有利于不同仪器, 不同实验室之间进行快速方法移植。
4. 方案覆盖面全, 基本囊括常见的日常生产生活中排放的PPCPs类, 抗生素类, 常见农药残留及部分工业生产排放的有机污染物。
5. 灵敏度高, 准确度好: 大部分新污染物化合物定量灵敏度可达到pg级别, 且定量线性关系良好, 定量准确可靠。



SCIEX Triple Quad™ 7500 LC-MS/MS 系统 - QTRAP® Ready

## 1 实验方法

### 1.1 液相色谱条件

色谱柱: C18 1.7  $\mu\text{m}$  100  $\times$  3.0 mm

流速: 0.4 mL/min

流动相: 正模式: A相H<sub>2</sub>O 含0.1%甲酸, B相MeOH/ACN  
85:15;

时间 (min)	A (%)	B (%)
0	95	5
1	95	5
8	60	40
12.5	30	70
17	5	95
20	5	95
20	5	95
20.1	95	5

负模式: A相 H<sub>2</sub>O含5 mmol/L甲酸铵, B相MeOH含5 mmol/L  
甲酸铵;

时间 (min)	A (%)	B (%)
0	95	5
1	95	5
12	5	95
17.5	5	95
20.1	95	5

### 1.2 质谱条件

采集离子对: MRM离子对见附表1

离子源: 电喷雾电离源;

离子源参数:

### 离子源参数

气帘气 (Curtain Gas, CUR)	40 psi
碰撞气 (Collision Gas, CAD)	10 psi
电离电压 (IonSpray Voltage, IS)	2000 v/-2500v
辅助气温度 (Temperature, TEM)	400°C
雾化气 (Ion Source Gas, GS1)	35 psi
辅助加热气 (Ion Source Gas, GS2)	65 psi

## 2 结果与讨论

2.1 针对本文涉及到的429种新污染物, 化合物种类见图1, 部分色谱图见图2。

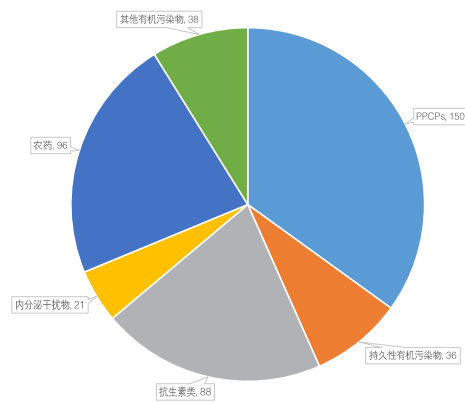


图1. 429种新型有机污染物涉及类型

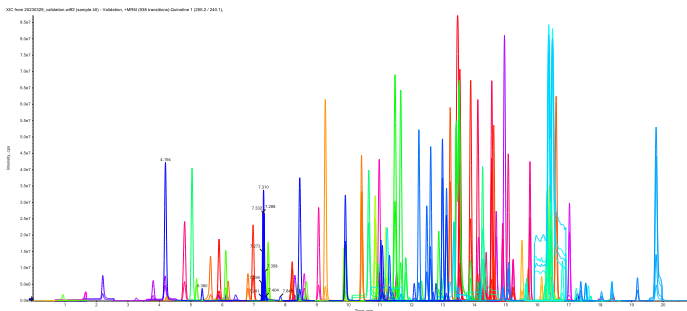


图2. 新污染物提取离子流色谱图

## 2.2 方法的灵敏度及线性

采用空白环境基质水样加标，配置一定浓度标准样本进行测试，线性关系良好，线性相关系数 $R > 0.995$ 。

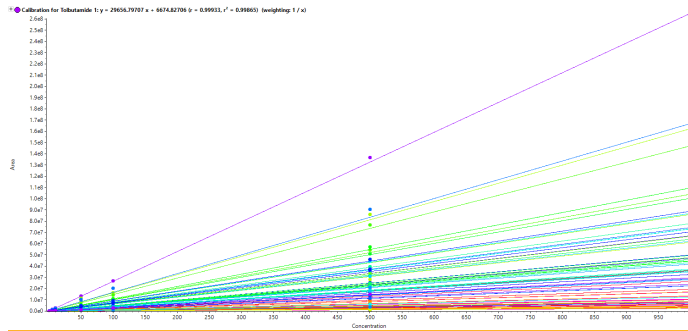


图3. 部分新污染物的线性关系 (0.1 - 1000 pg/mL)

## 2.3 稳定性考察

配置6份浓度为1pg/mL的基质加标样品进样分析，考察重现性，绝大多数化合物的RSD%分布在1.6%-5.2%之间。如下图所示，磺胺嘧啶，氧氟沙星，阿奇霉素，阿苯达唑等不同类别的抗生素在添加浓度1 pg/mL下，6份基质添加样品分别进样，其RSD%分别为2.96%、3.11%、2.34%、4.50%，说明仪器在复杂基质采集中具有较好的稳定性和耐受性。

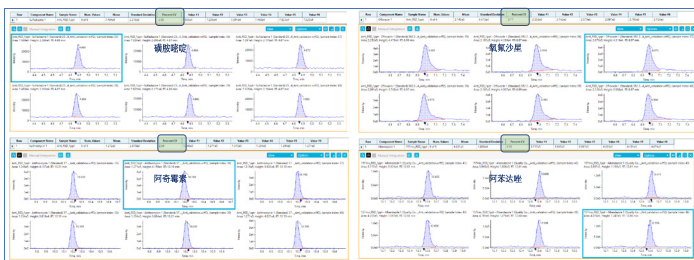


图4. 不同类型抗生素在低浓度基质添加下的稳定性 (部分)

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. 或在美利坚/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-15639-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](http://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)

## 2.4 利用QTRAP®同时定量定性分析

利用SCIEX Triple Quad™ 7500系统的复合线性离子阱功能，采用MRM-IDA-EPI模式，一针进样得到MRM定量数据的同时，可得到丰富的二级碎片谱，与标准谱库进行比较，有效排除假阳性和假阴性，使得定性结果更准确。

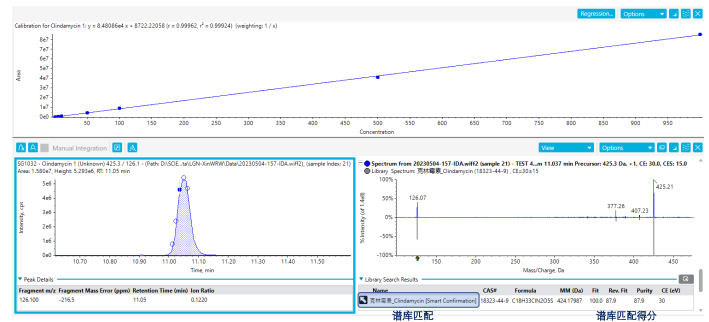


图5. 采用MRM-IDA-EPI模式对环境水样同时定量及定性分析

## 3 小结

本实验基于SCIEX Triple Quad™ 7500系统优异的灵敏度，建立了429种新污染物的定量检测方法，实验显示，大部分化合物在SCIEX Triple Quad™ 7500系统下具有优异的灵敏度，可达到pg级别的检出浓度，同时具有良好的线性，提供准确的定量结果，可对环境中污染物进行快速定性和定量分析。与离线富集和在线富集两种分析模式相比，直接进样法分析环境水样具有优异的高通量优势，为分析节省大量的人力和时间成本，另外由于其操作简便，故具有更好的稳定性且利于不同实验室之间进行方法的移植和比对，尤其适配大量环境样本中新污染物的分析和筛查工作。