

水质 4 种硝基酚类化合物的测定

SGLC-LC/MS-063

摘要： 本文建立了 4 种硝基酚类化合物的 LC-MSMS 测定方法。参考 HJ 1049-2019 中色谱条件并进行优化，采用色谱柱 Shim-pack Scepter C18-120 色谱柱进行分离，岛津液相色谱-质谱联用仪 LCMS-8060NX 进行检测。结果表明，4 种硝基酚类化合物峰形对称，重现性好。此方法可为 4 种硝基酚类化合物的测定提供参考。

关键词： 水质 硝基酚类 Shim-pack Scepter C18-120 LC-MSMS

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu LC-40B X3 与 LCMS-8060NX 联用系统；

色谱柱：Shim-pack Scepter C18-120 (1.9 μm , 2.1 \times 100 mm; P/N: 227-31012-05, S/N: 117HB00090)；

纯水机：PR-FP-0120 α -MT1 (+ 60L 水箱 + 取水器)；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05)；

LC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34001-01)；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02)；

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04)；

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06)。

1.2 混合标准品使用液的制备

移取适量的硝基酚类化合物混合标准品溶液，用甲醇稀释至 5 mg/L，作为混合标准中间液；

移取适量的硝基酚类化合物混合标准中间溶液，用水稀释至 2.0 $\mu\text{g/L}$ ，作为混合标准使用液。

1.3 分析条件

UHPLC 条件

色谱柱：Shim-pack Scepter C18-120 (1.9 μm , 2.1 \times 100 mm; P/N: 227-31012-05, S/N: 117HB00090)

流速：0.2 mL/min；

进样量：10 μL

柱温：30 $^{\circ}\text{C}$

流动相：A：甲酸铵-甲酸缓冲液（准确称取 0.315 g 甲酸铵溶于适量水中，溶解后转移至 500 mL 容量瓶中，用水稀释定容至标线，混匀，再加约 70 μ L 的甲酸调节其 pH 至 4）

B：甲醇

梯度洗脱程序如下：

时间(Min)	0	8	11	13	13.1	18
A (%)	60	40	10	10	60	60
B (%)	40	60	90	90	40	40

质谱条件

离子化模式：ESI，负离子扫描

扫描模式：多反应监测（MRM）

碰撞气：氩气

加热气：干燥空气 10 L/min

雾化气：氮气 3 L/min

干燥气：氮气 10 L/min

接口温度：300 $^{\circ}$ C

DL 温度：250 $^{\circ}$ C

加热模块温度：400 $^{\circ}$ C

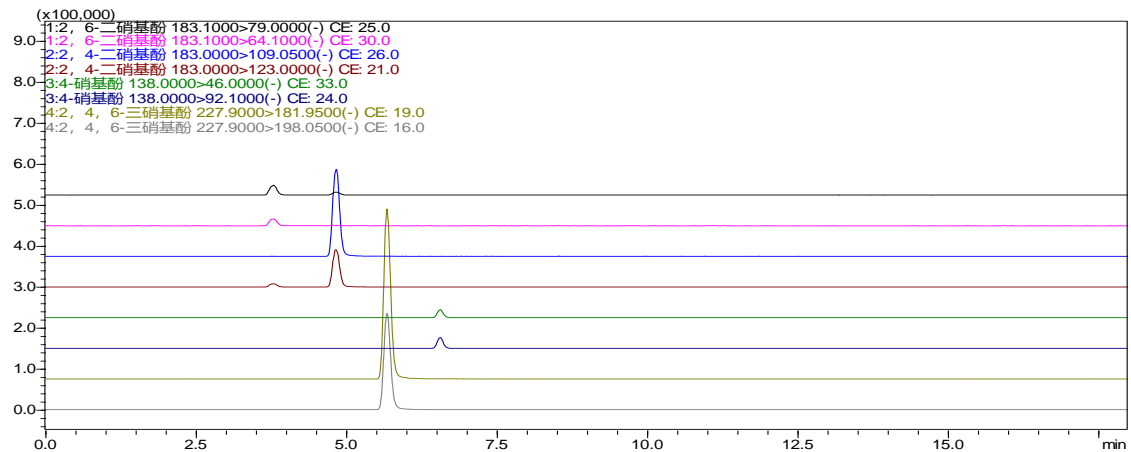
各化合物 MRM 参数见下表

No.	中文名	前体离子	定量离子	Q1 Pre (V)	CE	Q3 Pre (V)	定性离子	Q1 Pre (V)	CE	Q3 Pre (V)
1	2, 6-二硝基酚	183.10	79.00	14	25	14	64.10	14	30	14
2	2, 4-二硝基酚	183.00	109.00	13	26	17	123.00	14	21	21
3	2, 4, 6-三硝基酚	227.90	181.90	16	19	16	198.00	11	16	10
4	4-硝基酚	138.00	46.00	13	33	12	92.10	14	24	30

2. 实验结果

按照上述色谱条件（1.3）进行采集，混合标准使用液的 MRM 色谱图如下：

混合标准使用液



重现性

目标物	保留时间 (min, n=3)				峰面积 (Area, n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
2, 6-二硝基酚	3.791	3.795	3.749	0.06	213665	208730	208539	2.50
2, 4-二硝基酚	4.832	4.840	4.838	0.08	1761065	1733414	1721595	1.16
2, 4, 6-三硝基酚	5.674	5.683	5.680	0.08	3310122	3373152	3181592	2.96
4-硝基酚	6.568	6.567	6.569	0.01	175839	180476	184291	2.34

3. 结论

本文建立了 4 种硝基酚类化合物的测定方法。参考 HJ 1049-2019 的色谱条件并进行优化，采用色谱柱 Shim-pack Scepter C18-120 色谱柱进行分离，岛津液相色谱-质谱联用仪 LCMS-8060NX 进行检测。结果表明，4 种硝基酚类化合物峰形对称，重现性好。此方法可为 4 种硝基酚类化合物的测定提供参考。