

DPiMS-8060 快速检测土壤中 4 种爆炸物 残留

DPiMS-006

摘要： 本文使用岛津 DPiMS-8060 建立了快速测定土壤中爆炸物残留的分析方法和基于 MRM 模式的多产物离子质谱数据库，可用于爆炸物的快速定性分析。土壤样品经过丙酮提取浓缩，利用 DPiMS-8060 可在 1 min 完成四种爆炸物的定性检测。本实验分别针对标准溶液和基质匹配溶液进行重复性测试，标准溶液中各浓度水平峰面积的重复性在 3.23-9.84% 之间，基质匹配溶液中各浓度水平峰面积的重复性在 3.33-12.40% 之间，表明该方法重复性好。在 LabSolutions Insight 软件中使用 MSⁿ 谱库搜索功能，对爆炸残留物中 4 种爆炸物进行定性筛查，结果显示目标物匹配度良好。

关键词： DPiMS-8060 爆炸物 数据库

在犯罪现场司法调查、环境治理和国家安全领域中，爆炸残留物的鉴定对国家和地方都是重大意义。由于大部分有机炸药对人体有致癌性，因此也需要及时监测受污染环境中爆炸残留物的浓度。无论出于对政治、社会安全因素的考虑还是监测在生产或使用炸药过程中对环境产生的污染程度，能够快速准确地检测出现场样品中含有的炸药成分并确定其浓度，都具有十分重要的意义。

岛津 DPiMS-8060 使用超细针头在样品表面取极

少量样品，并在针上施加电压，形成纳米液滴和泰勒锥的射流，样品电离过程于 ESI 模式。DPiMS-8060 具有样品前处理简单、取样量少、分析速度快、准确度高特点，是非常有应用前景的分析技术。

本方法针对土壤中爆炸物残留使用岛津 DPiMS-8060 建立全新、快速、高效的分析方法，利用基于 MRM 模式的多产物离子数据数据库，完成目标物快速定性检测。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验使用岛津原位探针离子化质谱仪 DPiMS-8060。具体配置为：

质谱仪：LCMS-8060

离子源：探针电喷雾离子源 (PESI)

色谱工作站：LabSolutions Version 5.97

1.2 仪器分析条件

离子源条件

取样时间：50 msec

放电电压：2.3 kV(+)/-3.0 kV(-)

取样位置：46.0 mm

探针清洗：0.05 min(+)/0.05 min(-)

离子化时间：160 msec

探针频率：2.78 Hz

质谱条件

离子源：PESI

加热块温度：30 °C

DL 温度：250 °C

MRM 参数：见表 1

表 1 MRM 优化参数

序号	名称	CAS	前体离子	产物离子	Q1 Pre Bias(V)	CE(V)	Q3 Pre Bias(V)
1	梯恩梯 (TNT)	118-96-7	225.8	195.9	26	13	20
				46.0	26	31	18
				76.0	26	23	14
				165.9	16	17	36
				104.0	16	15	20
2	黑索金 (RDX)	121-82-4	257.0	46.0	12	8	18
				81.8	12	47	18
				182.9	16	11	12
				108.9	24	13	18
3	奥克托金 (HMX)	2691-41-0	331.0	147.0	16	11	10
				46.0	38	21	16
				174.1	12	12	18
				61.9	26	5	10
4	太安 (PENT)	78-11-5	350.8	46.1	24	28	18

1.3 标准溶液配制

取爆炸物标准溶液，用 0.05 mM 氯化铵水溶液：异丙醇（50/50，V/V）溶液稀释，配制混合工作液，放置于 4 °C 冰箱中保存。

1.4 样品前处理

称取 10 g 过筛后的固体于 50 mL 离心管中，加入 10 mL 丙酮浸泡提取。密封振荡 10 min，6000 rpm 离心 5 min 取上清液，40 °C 氮气吹干，再加入 0.5 mL 异丙醇复溶，用 0.05 mM 氯化铵水溶液定容至 1 mL，制成样品溶液上机分析。

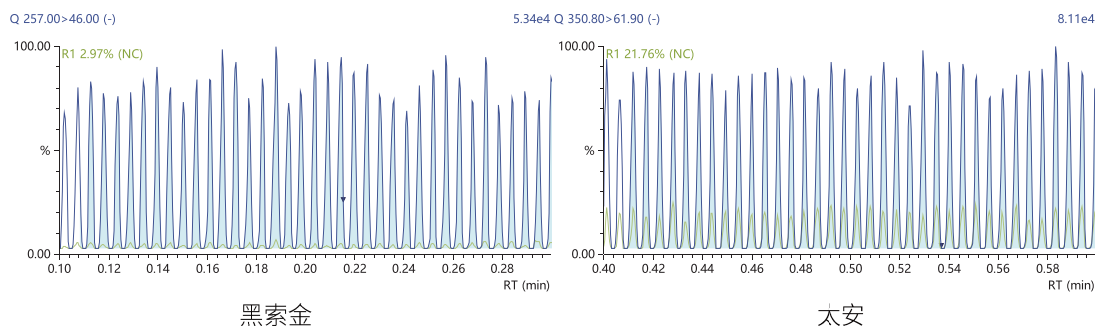
1.5 质谱数据库建立

利用产物离子扫描寻找并确认 4 种爆炸物的特征产物离子，其中黑索金和太安各有 2 个产物离子，奥克托金和梯恩梯各有 5 个产物离子，再利用 Labsolutions 软件自动优化对应的 MRM 参数。最终方法用于数据采集，采集的质谱图利用 LabSolutions Insight 软件建立爆炸物筛查质谱数据库。

■ 结果与讨论

2.1 四种爆炸物典型色谱图

移取 10 μL 100 ng/mL 爆炸物溶液至液体样品板，进样分析得到 4 种目标物的 MRM 色谱图，见图 1。



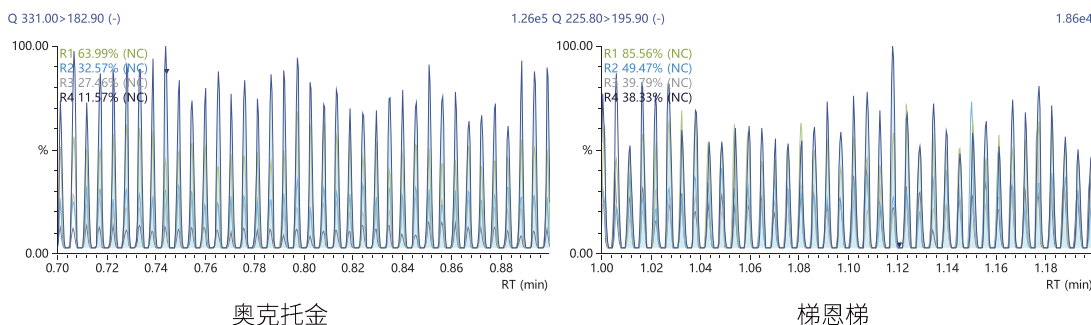


图 1 4 种目标分析物的 MRM 色谱图 (100 ng/mL)

2.2 方法精密度

分别移取浓度为 25 ng/mL、100 ng/mL、250 ng/mL 的混合工作溶液于液体样品板中，连续测量 5 次，计算峰面积的相对标准偏差 (RSD)。结果表明，各浓度水平峰面积的重复性在 3.23-9.84% 之间，说明本方法精密度良好。

表 2 精密度 (n=5)

化合物	峰面积重复性 (RSD%)		
	25 ng/mL	100 ng/mL	250 ng/mL
黑索金	4.39	5.51	6.94
太安	3.23	6.64	7.55
奥克托金	8.00	5.99	5.97
梯恩梯	5.26	8.57	9.84

按照 1.4 步骤处理空白样品，添加混合标准溶液至空白基质溶液中配制成 50 ng/mL、100 ng/mL、250 ng/mL 的基质匹配溶液，连续测量 5 次，计算峰面积的相对标准偏差 (RSD)。结果表明，各浓度水平峰面积的重复性在 3.33-12.40% 之间。

表 3 精密度 (n=5)

化合物	峰面积重复性 (RSD%)		
	50 ng/mL	100 ng/mL	250 ng/mL
黑索金	3.52	5.87	4.40
太安	3.45	8.89	3.33
奥克托金	7.39	5.67	9.13
梯恩梯	6.17	12.40	10.77

2.3 库搜索

在 LabSolutions Insight 软件中使用 MSⁿ 谱库搜索功能，调用已构建的爆炸物筛查质谱数据库，设置相应的搜索参数，对爆炸残留物中 4 种爆炸物进行定性筛查，基质加标样品中 4 种爆炸物均可得到较好的筛查结果。筛查结果如下：

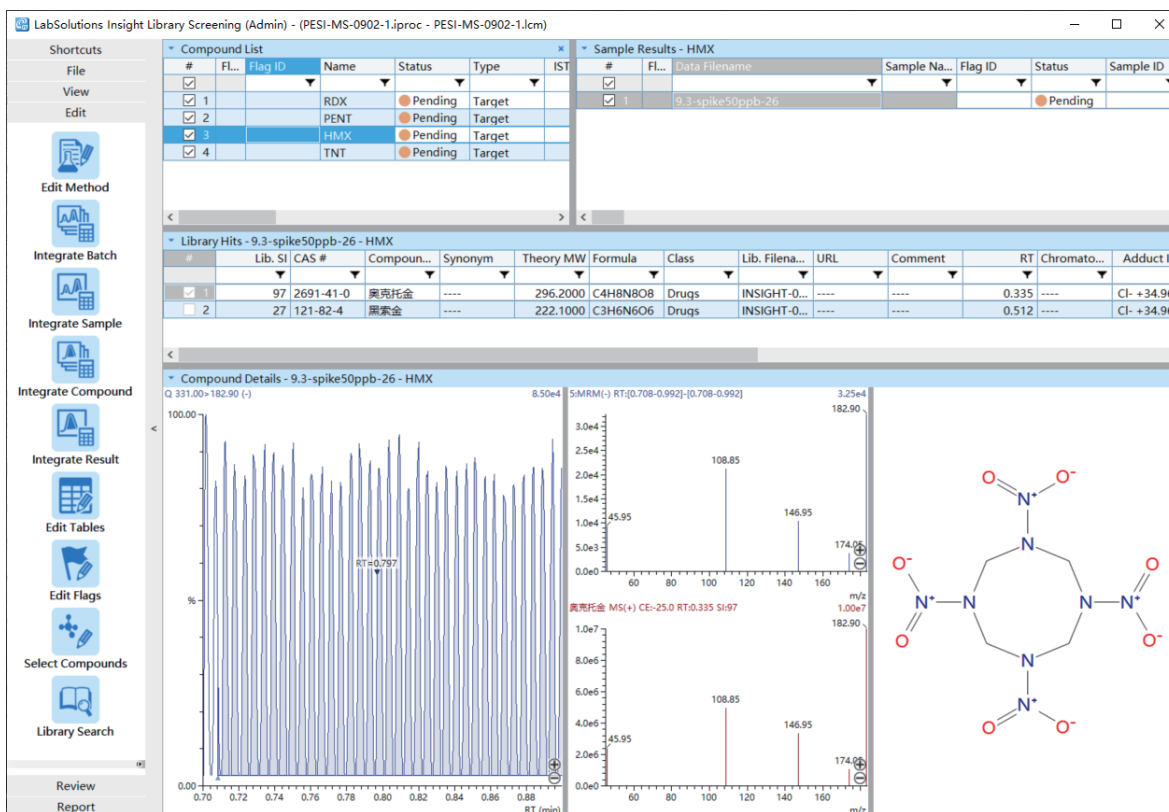


图4 奥克托金搜库筛查结果 (50 ng/mL 基质匹配溶液)

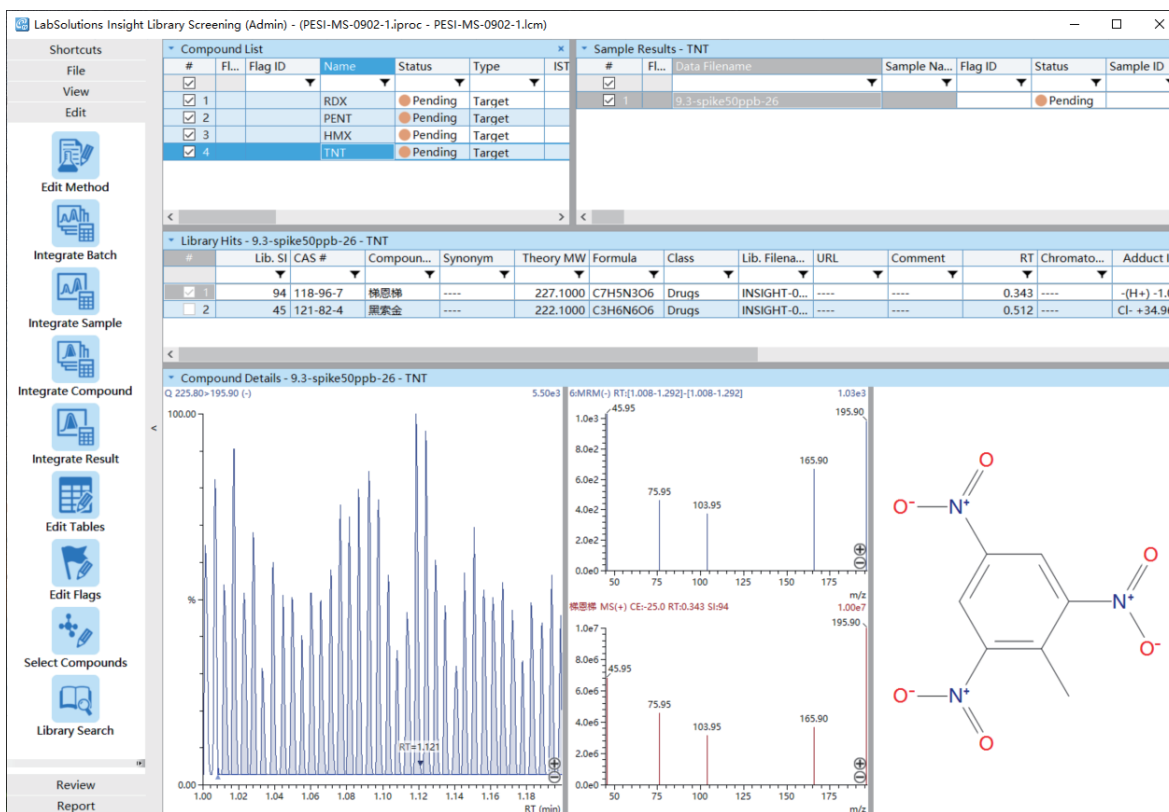


图5 梯恩梯搜库筛查结果 (50 ng/mL 基质匹配溶液)

■ 结论

本实验使用岛津 DPiMS-8060 建立了快速测定土壤中爆炸物残留的分析方法和基于 MRM 模式的多产物离子质谱数据库，可用于爆炸物的快速定性分析。本方法中土壤样品经过丙酮提取浓缩，利用 DPiMS-8060 可在 1 min 完成四种爆炸物的分析检测。本实验分别针对标准溶液和基质匹配溶液进行重复性测试，结果表明该方法重复性良好。在 LabSolutions Insight 软件中使用 MSⁿ 谱库搜索功能，对爆炸残留物中 4 种爆炸物进行定性筛查，结果显示目标物匹配度良好。本方法具有方法简便、分析速度快、重复性好的特点，为土壤中爆炸物的快速筛查打开了一个新的窗口。

岛津应用云

