

使用三重四极杆 GC-MS 系统分析水中的合成麝香化合物

09-ssk-020-cn

 Hoonju Kim, Jin Jang, Hangji Ok
 Shimadzu Scientific Korea

特点描述

- ◆ 采用 GC-MS/MS 技术，可在高灵敏度下准确地定量水体中的合成麝香化合物。
- ◆ 利用 GC-MS/MS 技术助力水环境监测与风险评估的高效实施。

■ 引言

合成麝香化合物 (SMCs) 是作为天然麝香替代品而设计的人工合成有机物质，广泛应用于各类家居用品中。在日常活动（如淋浴和洗涤）中，这些化合物会随废水排出。但是，现有的污水处理工艺无法完全去除 SMCs，会让其进入水生生态系统。作为高生物蓄积性有机化合物，SMCs 会对水生生物造成急性和慢性毒性。已知它们还会在人体内蓄积，导致内分泌紊乱¹⁻³。鉴于这些潜在风险，持续监测水体中的 SMCs 至关重要。

检测分析水中的 SMCs 的主要方法包括液液萃取 (LLE)、固相萃取 (SPE) 和固相微萃取 (SPME)。液-液萃取法需要使用大量的溶剂且制备时间较长，但其优势在于能同时萃取多种有机化合物⁴。

在本应用报告中，采用气相色谱法结合液液萃取法对水体中的 15 种 SMCs 进行了分析。



图 1 GCMS-TQ™ 8050 NX

■ 分析条件

在本期简报中，采用岛津的 GCMS-TQ8050 NX 分析了水体中的 SMCs (图 1)。仪器的详细分析条件及各化合物的 MRM 条件分别见表 1 和表 2。

表 1 分析条件

GC 系统	Nexis™ GC-2030
载气	: 氦气 (99.999%)
载气控制模式	: 线速度
线速度	: 36.5 cm/s
进样器温度	: 280°C
进样模式	: 不分流
线速度	: 36.5 cm/s
分析柱	: SH-Rxi-5MS (30 m x 0.25 mm I.D., 0.25 µm)
柱温	: 60°C (2 min) → 10°C/min → 200°C (10 min) → 10°C/min → 280°C (12 min)
MS/MS 系统	TQ8050 NX
电离方法	: EI 模式
离子源温度	: 250°C
接口温度	: 300°C
采集模式	: MRM 模式 (表 2)

表 2 MRM 条件

峰号	名称	目标离子	参考离子 *1	参考离子 2
1	DPMI	135.0>119.0	107.0>91.0	135.0>91.0
2	ONTE (Iso-E-super)	191.0>121.2	119.0>91.1	191.0>109.2
3	ADBI	229.0>173.1	244.0>229.2	229.0>57.1
4	AHMI	229.0>187.2	229.0>57.1	229.0>145.1
5	环十五内酯	215.0>173.0	258.0>215.0	-
6	麝香酮	85.0>67.0	238.0>98.0	-
7	ATII	110.0>81.0	110.0>67.0	124.0>67.0
8	HHCB	243.0>213.2	258.0>243.3	243.0>171.2
9	二甲苯麝香	282.0>265.0	282.0>77.0	282.0>91.0
10	AHTN	258.0>243.2	243.0>187.2	243.0>57.1
11	伞花麝香	263.0>221.1	263.0>128.1	263.0>201.1
12	黄葵内酯	81.0>79.1	109.0>67.1	81.0>53.1
13	西藏麝香	266.0>251.2	251.0>160.1	251.0>146.2
14	酮麝香	279.0>191.1	279.0>117.1	279.0>147.1
15	巴西酸乙二醇酯	98.0>83.1	98.0>70.1	98.0>55.0
ISTD	菲-d ₁₀	188.0>160.0	188.0>158.0	-

* 参考离子

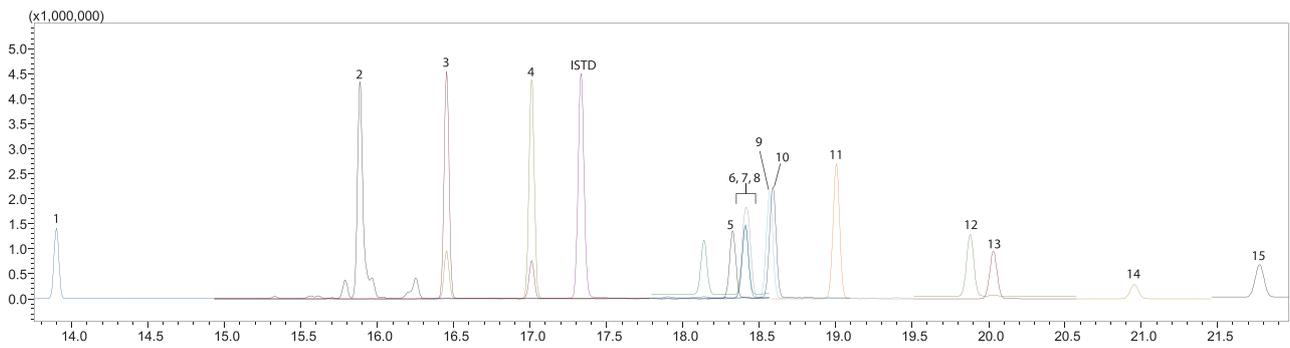


图3 15种SMCs和1种ISTD的完整色谱图

■ 材料与方法

溶剂 A

溶剂 A 由正己烷和二氯甲烷按 1:1 比例混合配制而成。

储备液

15 种 SMCs 的储备液均使用溶剂 A 配制而成，浓度为 1,000 $\mu\text{g/mL}$ 。将每种 0.1 mL 储备液移入 100 mL 容量瓶，再用溶剂 A 定容，得到 15 种 SMCs 的 1,000 ng/mL 混合溶液。

工作溶液

取 1000 ng/mL 混合标准品溶液，添加蒸馏水定容至 100 mL，配得到终浓度分别为 0.1、0.2、0.5、1.0、2.0 和 5.0 ng/mL 的标准品溶液。工作标准品溶液采用与样品相同的前处理步骤制备而成。

内标 (ISTD) 溶液

以溶剂 A 稀释配制 1,000 ng/mL 的菲-d10 溶液，作为内标。

工作溶液与样品制备

所有工作溶液和水样均按照液-液萃取 (LLE) 方法 (图 2) 制备，用于 GC-MS/MS 分析。对于每份样品，向 100 mL 工作溶液或水样加入 10 mL 溶剂 A。随后将混合液振荡 10 分钟，收集上层有机溶剂。为提高萃取效率，重复该过程，并使用氮气吹干收集的有机溶剂。用 1 mL 溶剂 A 复溶，并在 GC-MS/MS 上机测试前加入 0.1 mL ISTD 溶液。

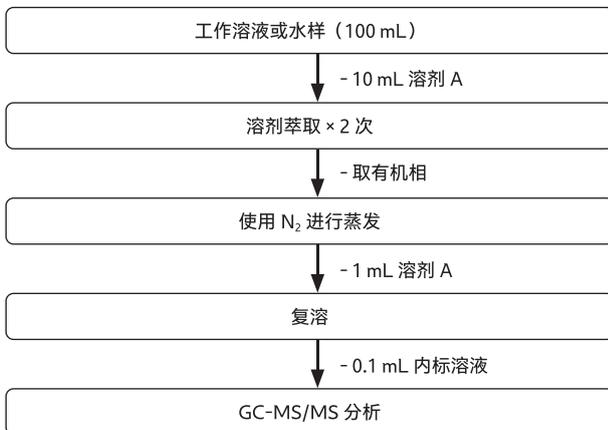


图 2 制备方案

■ 结果

图 3 所示为 15 种 SMCs 在 5 ng/mL 浓度下及内标物 (ISTD) 在 1 ng/mL 浓度下的完整色谱图。色谱图上的峰通过表 2 中所列的化合物编号进行标识。

标准曲线

标准曲线中，各 SMCs 的线性相关系数 (R^2) 在 0.1 ng/mL 至 5 ng/mL 的校准范围内均高于 0.996，如表 3 所示。代表性化合物的色谱图和标准曲线如图 4 所示。

LOQ 与 LOD

为测定 15 种 SMCs 的检出限 (LOD) 和定量限 (LOQ)，对以 0.2 ng/mL 加标的样品进行了 7 次重复分析。LOD 和 LOQ 分别通过给标准偏差乘以 3.14 和 10 计算得出。计算得到的 MDLs 介于 0.003 ng/mL 至 0.020 ng/mL 之间，LOQs 介于 0.01 ng/mL 至 0.07 ng/mL 之间。计算结果汇总于表 3。

准确度与精密度

使用以 0.2 ng/mL 加标的四份复样进行回收率试验，从而评估方法的准确度和精密度。回收率范围为 86.3% 至 106.4%，相对标准偏差 (RSD) 为 0.7% 至 4.2%。回收率试验的汇总结果如表 3 所示。

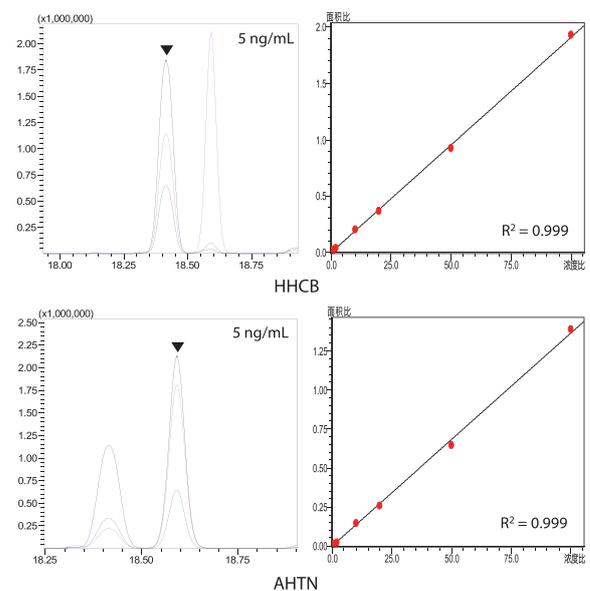


图 4 HHCB 与 AHTN 的标准曲线及色谱图

表 3 保留时间 (RT)、线性相关系数、LOD、LOQ、准确度与精密度

名称	RT	线性相关系数 (R ²)	LOD (ng/mL)	LOQ (ng/mL)	准确度 (%)	精密度 (%RSD)
DPMI	13.900	0.999	0.010	0.03	99.5	1.8
Iso-E-super (ONTE)	15.887	0.999	0.007	0.02	101.0	1.4
ADBI	16.453	0.999	0.006	0.02	88.3	1.3
AHMI	17.010	0.999	0.008	0.02	90.4	0.9
环十五内酯	18.326	0.999	0.008	0.03	94.4	1.7
麝香酮	18.409	0.999	0.010	0.03	106.4	1.2
ATII	18.409	0.999	0.020	0.07	99.8	4.2
HHCB	18.414	0.999	0.007	0.02	92.6	0.9
二甲苯麝香	18.565	0.998	0.003	0.01	95.1	0.8
AHTN	18.592	0.999	0.004	0.01	91.3	0.3
伞花麝香	19.003	0.996	0.009	0.03	86.3	2.1
黄葵内酯	19.879	0.999	0.006	0.02	87.6	1.3
西藏麝香	20.032	0.998	0.006	0.02	88.6	1.0
酮麝香	20.954	0.999	0.006	0.02	90.6	0.7
巴西酸乙二醇酯	21.774	0.998	0.010	0.04	93.1	1.2

■ 结论

采用岛津 GCMS-8050 NX 系统对水中 15 种 SMCs 进行分析。所有 SMCs 标准曲线的线性系数 (R²) 均达到 0.99 以上。LOD 和 LOQ 分别为介于 0.003 ng/mL ~ 0.020 ng/mL 和 0.01 ng/mL ~ 0.07 ng/mL 之间。回收率试验结果介于 86.3% 至 106.4% 之间, 相对标准偏差 (RSD) 为 0.7% 至 4.2%。该分析方法采用 GC-MS/MS 系统, 为水样中的 15 种合成麝香化合物提供了可靠的定量结果, 并展现出高灵敏度和效率。

■ 参考文献

- 1) 臭氧处理对水中合成麝香化合物的去除特性《KSEE 期刊》第 34 卷第 2 期, 2012 年 2 月
- 2) 使用搅拌子吸附萃取 (SBSE) 和 GC-MS/MS 分析水体中的合成香料 (SF)《韩国环境工程师学会期刊》第 36 卷第 6 期, 2014 年 6 月
- 3) 合成麝香香料在淡水中的行为特征: 存在情况、与环境参数的关系及初步风险评估:《环境科学与污染研究》第 30 卷, 2023 年 9 月
- 4) 国立环境研究院洛东江环境研究所:《KSEE 期刊》第 33 卷第 11 期, 2011 年 11 月

岛津应用云



Nexis 和 GCMS-TQ 是岛津制作所或其附属公司在日本和 / 或其他国家 / 地区的商标。



岛津企业管理 (中国) 有限公司
岛津 (香港) 有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2025 年 4 月

› 请填写调查问卷

相关产品 某些产品可能更新为更新的型号。



› GCMS-TQ™ 8050 NX

三重四极杆气相色谱质谱联用仪...

相关解决方案

› 环境

› 水

› 价格咨询

› 产品咨询

› 技术服务/支持咨询

› 其他咨询