

使用LC-MS/MS技术分析自来水及实验室纯化水中痕量的激素

Anastasia Domanov¹, Matias Kopperi², Jevgeni Parshintsev², Patrik Appelblad³, and Stephane Mabic¹.

1. 默克, 实验室用水, 法国圣昆廷
2. 芬兰赫尔辛基大学化学系分析化学实验室
3. 默克, 高级分析, 瑞典索尔纳

摘要

用LC-MS/MS分析不同实验室的自来水, 检测到其中都含有三种激素类物质。在经过Milli-Q® 水纯化系统纯化后, 产出的超纯水中没有检测到这些激素。

关键字

超纯水, 激素, 痕量LC-MS分析, 饮用水, 新兴污染物

引言

最近几年, HPLC与质谱相结合的技术已经应用于有机化合物的痕量分析, 以解决环境健康与安全问题。这些方法具有非常低的检测下限这对实验中避免污染的要求更加重要。分析中所使用的HPLC仪器、质谱仪¹、样品处理及操作²、以及试剂和溶剂, 都可能引入污染物质。

在HPLC中, 水是一个重要角色, 其大量用于配制流动相。众所周知, 被分析的物质来自样品, 而非从实验中其他操作过程中(例如样品、标准样品、空白样品和洗脱液的制备, 或者HPLC和MS系统的冲洗液)所使用的水中检测到的。

结果及讨论

激素是新兴污染物(CEC)的一个例子, 已在世界各地的环境水和饮用水中被检出。^{2,3} 即使浓度很低, CEC也可能造成生态毒理效应。³

表1从LC-MS/MS分析的结果可以看出, 对来自三个不同地区的水样进行分析, 在法国和西班牙实验室的自来水中检测到了雌二醇和雄甾酮, 而在来自中国实验室的水样品中检测到了肾上腺酮。图1显示了雌二醇的MRM色谱图。

激素	浓度 (ng/L)	
	自来水	纯化后
雌二醇 (法国、西班牙)	265.40	未检测到
	297.92	未检测到
雄甾酮 (法国、西班牙)	515.33	未检测到
	1635	未检测到
肾上腺酮 (中国)	14.91	未检测到

表1. 实验室中自来水和超纯水中的激素浓度。*

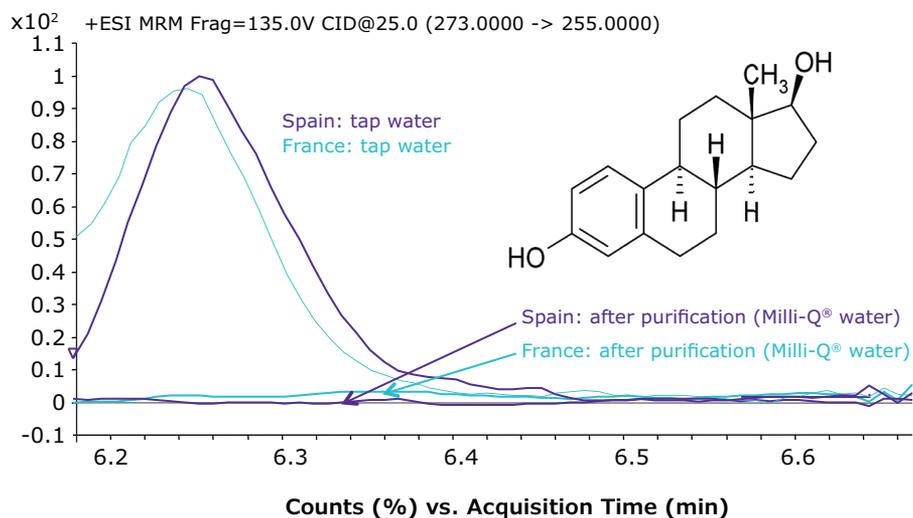


图1. 自来水和用Milli-Q® 系统纯化后的水中的雌二醇MRM色谱图 (ESI+)。*

用相同的方法分析每个实验室所生产的超纯水。在所有这三个实验室中,超纯水中均未检测到激素(表1)。

有机污染物的含量对LC-MS/MS分析产生重要影响。可氧化有机物总量(TOC)是衡量有机物含量的指标。在LC-MS/MS分析实验中,建议使用TOC低于5ppb的超水,这样的水可以通过Milli-Q® 系统来获得。

实验步骤

水纯化系统

中国和西班牙:Elix® + Milli-Q® Advantage A10

法国:Milli-Q® Integral 系统

仪器

Agilent 1290 Infinity® HPLC结合Agilent® 6420三联四极LC-MS系统 (ESI+, MRM)。用Purospher® STAR RP-18封端 (2 μm) Hibar® HR 50-2.1柱 (默克) 进行梯度洗脱。

样品和标准样品

用标准添加方法进行定量分析(雄(甾)烯二酮、雄甾酮、肾上腺酮、可的松、雌二醇、雌激素酮、孕酮、OH孕酮、睾酮)。样品:自来水、产自Milli-Q® 水纯化系统的超纯水在进行LC-MS/MS分析之前,先用SPE将1升样品富集,然后分成三份分析。

*所报告的所有数据均为一次性、一个地点的数据,并不代表采集样品的各个国家的水。

总结

LC-MS/MS可以检测到自来水中痕量的激素,但自来水经过Milli-Q系统纯化处理后,得到的超纯水中并未检测到这些激素。所以说,Milli-Q®生产的超纯水适合LC-MS/MS在环境中痕量分析的研究。

参考资料

1. M. Oehme, U. Berger, S. Brombacher, F. Kuhn, and S. Kolliker, *TrAC Trend Anal Chem*, **21**, 322-331 (2002).
2. M.J. Capdeville, and H. Budzinsk, *TrAC Trend Anal Chem*, **30**, 586-606 (2011).
3. S.A. Snyder, E.C. Wert, H. Lei, P. Westerhoff, and Y. Yoon, *Removal of EDCs and Pharmaceuticals in Drinking and Reuse Treatment Processes*. (AWWA Research Foundation, 2007).

如需订购或获得技术帮助:

在欧洲,请致电客户服务人员:

法国:0825 045 645

德国:069 86798021

意大利:848 845 645

西班牙:901 516 645选1

瑞士:0848 645 645

英国:0870 900 4645

欧洲其他国家,请致电:+44 (0) 115 943 0840

或者浏览:merckmillipore.com/offices

如需技术服务,请浏览:merckmillipore.com/techservice

merckgroup.com/life-science

