

# SCIEX QTRAP®系统对石油中示踪剂的定性定量分析

郭琳琳, 孙小杰, 刘冰洁, 郭立海

SCIEX China

**关键词:** QTRAP®; 石油; 示踪剂; 氟苯甲酸

## 引言

示踪剂检测技术是指从注入井注入示踪剂, 然后按一定的取样规定在周围产出井取样, 监测其产出情况, 对样品进行分析, 得出示踪剂产出曲线, 然后进行拟合, 反映注水开发过程中油水井的连通情况, 掌握注入水的推进方向、驱替速度、波及面积以及储层非均质性和剩余油饱和度分布等, 从而指导油井开采的设计和油田开发后期的调整。

氟苯甲酸类物质作为一种环境友好型示踪剂在油田被广泛使用, 以监测地下石油流。它们的优势是其钠盐的可溶性、稳定性及对海洋生物的无毒无害性, 而且即使在很高温度下也不会释放毒性物质。

本实验中利用SCIEX QTRAP®系统建立了测定石油中的示踪剂2-氟苯甲酸以及2,3,4,5-氟苯甲酸的检测方法。

## 本实验的优势和特点:

- 快速高通量:** 实际样品采用直接进样的方式, 无需前处理; 采用MRM-IDA-EPI负模式扫描, 一针10分钟可完成对两种氟苯甲酸示踪剂的准确定性和定量;
- 灵敏度高:** 两种氟苯甲酸示踪剂的浓度线性最低点为0.010 ng/mL, 检测灵敏度高;
- 线性范围宽:** 两种氟苯甲酸示踪剂的线性范围为0.010-50 ng/mL,  $r$ 值均大于0.9999。

## 实验方法

### 液相方法

色谱柱: Kinetex® F5 (3.0 × 100mm, 2.6μm)

流动相: A: 水 (0.005%甲酸)

B: 甲醇

流速: 0.5mL/min

洗脱程序: 梯度洗脱, 如表1所示。

表1. 梯度洗脱程序

Time [min]	Flow [mL/min]	B.Conc [%]	B.Curve
0.00	0.500	10.0	0
4.00	0.500	85.0	0
6.00	0.500	95.0	0
8.00	0.500	95.0	0
8.10	0.500	10.0	0
10.00	0.500	10.0	0

## 质谱方法

扫描方式: MRM-IDA-EPI采集模式

离子源: ESI源, 负离子模式

离子源参数:

IS电压: -4500 V

源温度 TEM: 550°C

气帘气 CUR: 25 psi

碰撞气 CAD: Medium

雾化气 GS1: 60 psi

辅助加热气 GS2: 50 psi

离子对参数如表2所示。

## 结果与讨论

### 1、两种氟苯甲酸示踪剂的提取离子流图

2-氟苯甲酸和2,3,4,5-氟苯甲酸在设定的仪器条件下, 保留和峰型均良好。

表2. 化合物离子对参数表

化合物名称	Q1	Q3	Time (min)	ID	DP	CE
2-氟苯甲酸	138.9	75	4.2	2-氟苯甲酸1	-30	-29
	138.9	95	4.2	2-氟苯甲酸2	-30	-15
2,3,4,5-氟苯甲酸	192.9	129	4.8	2,3,4,5-氟苯甲酸1	-25	-35
	192.9	149	4.8	2,3,4,5-氟苯甲酸2	-25	-15

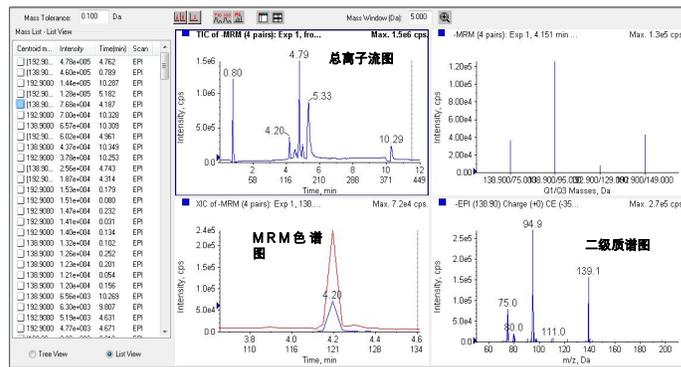


图2. MRM-IDA-EPI图谱, 包含总离子流图、MRM色谱图和二级质谱图

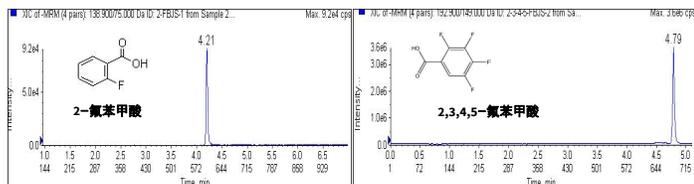


图1. 2-氟苯甲酸和2,3,4,5-氟苯甲酸的提取离子流图

## 2. 定性实验结果

为了达到同时准确定性定量的目的, 本实验采用了MRM-IDA-EPI谱库检索的多重模式。不仅能从MRM模式中获得各个化合物的保留时间、峰面积、离子比率等信息, 还能通过EPI扫描获得二级质谱图, 如图2所示, 并且可以利用已经建立好的谱库进行检索, 如图3所示, 并且包含谱库匹配得分结果, 大大提高鉴定结果的准确性。

## 3. 线性范围

配置浓度为0.010 ng/mL-50 ng/mL的实际样品, 线性关系良好,  $r$  值均大于0.9999, 如图4所示, 保证了不同浓度水平实际样品的准确定量。

## 4. 方法定量下限

在实际样品中的2-氟苯甲酸和2,3,4,5-氟苯甲酸的定量下限为0.010 ng/mL。

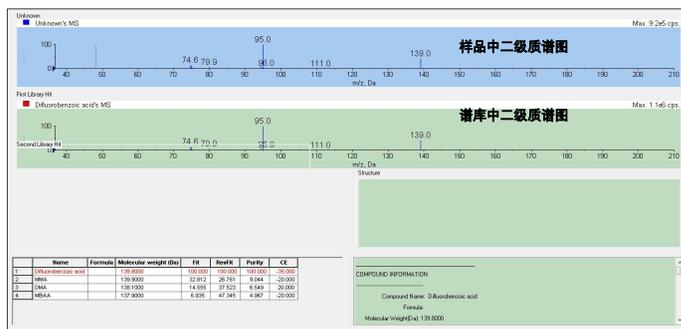


图3. 实际样品的二级质谱图与谱库中二级质谱图的匹配结果

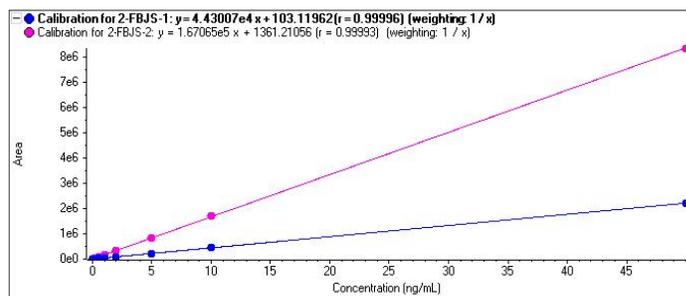


图4. 2-氟苯甲酸和2,3,4,5-氟苯甲酸的线性关系

## 总结

本文采用了SCIEX QTRAP®系统，建立了快速测定石油中的示踪剂2-氟苯甲酸和2,3,4,5-氟苯甲酸的检测方法。实际样品采用直接进样法，扫描模式为MRM-IDA-EPI，不仅得到化合物的保留时间、峰面积等定量信息，还得到了化合物的二级质谱图，方便进行化合物的数据库匹配，得到更加准确的定性定量结果。该方法快速简便，灵敏度高，线性范围宽，满足实际样品中石油示踪剂2-氟苯甲酸和2,3,4,5-氟苯甲酸的检测要求。利用该方法可以准确无误的在第一时间获得示踪剂的含量变化，可以在石油开采工业中，帮助工程师们了解油气井的动态情况，优化井筒设计和生产管理，提高油气井的产能和经济效益。

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. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-15873-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](#)