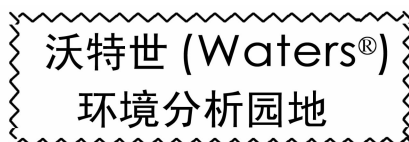


Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™



一种全自动测定水中亚硝胺的方法

黄 春

(Waters China)

亚硝胺广泛存在于香烟、粮食、蔬菜、水果、水体、土壤等自然界中,并且相互迁移.亚硝胺具有致癌作用,很多人对自然界中亚硝胺的形成、迁移及致癌机理进行了大量的研究,从而引起了开发分析、监测水体中亚硝胺方法的需求.

目前,研究分析亚硝胺方法很多,主要集中在对烟草特有的4种亚硝胺.不同的样品基质,对分析工作有不同的要求.例如:分析烟草,就要着重考虑基质干扰的问题;分析水体,既要考虑基质干扰的问题,更要考虑目标物富集的效果.现在分析方法主要有液质及气质方法,困难点都是集中在样品前处理上.

本文介绍一种能够直接进样,全自动、快速地分析水体中4种痕量亚硝胺的在线固相萃取/超高效液质联用方法.

1 实验部分

1.1 实验材料与仪器

N-亚硝基降烟碱(NNN);N-亚硝基新烟草碱(NAT);N-亚硝基假木贼碱(NAB);4-甲基亚硝基吡啶基丁酮(NNK),由北京卷烟厂提供.

仪器: Waters On-Line SPE UPLC/ TQD. 色谱柱:UPLC HSS T3 2.1 × 50 mm 1.8 μ m

1.2 质谱方法开发

启动 Waters 提供的自动开发质谱方法的功能:将标液放入瓶中,点击图1中 start 键

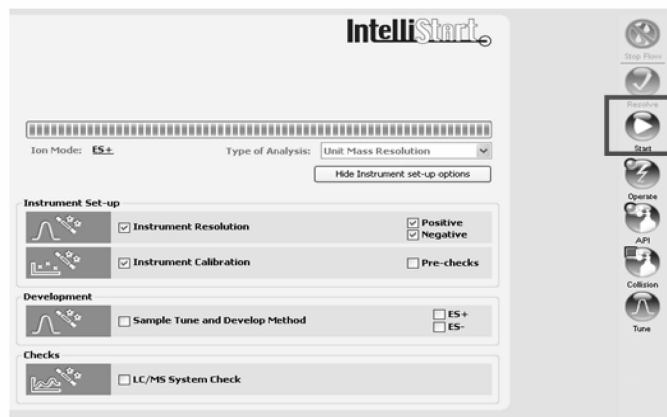


图1 仪器工作界面示意图

1.3 在线固相萃取及超高效液相方法

四元超高压液相色谱 A = Water; B = Water; C = MeOH + 20% ACN; D = 33/33/33 MeOH/Acetone/Hexane

二元超高压液相色谱 A = 0.1% FA in Water; B = ACN

2 结果与讨论

2.1 灵敏度

进样量:15 mL ;该系统做标准溶液的最小灵敏度为:NNK = 14 ppt; NNN = 22 ppt; NAB = 12 ppt; NAT = 6 ppt

2.2 标准曲线

低于 ppb 级的水样 15 mL,直接进样. 标准谱图及标准曲线见图2和图3.

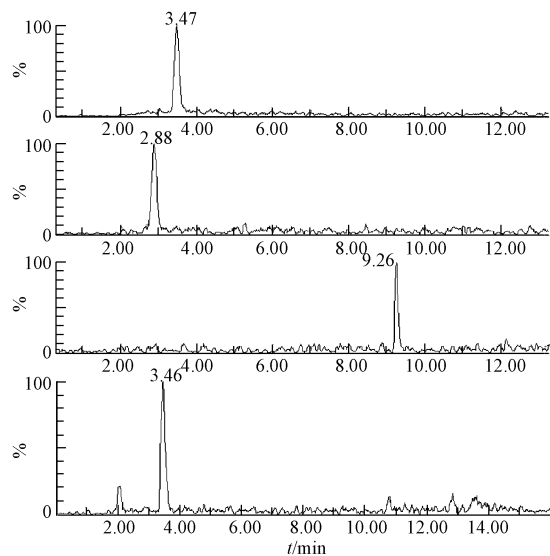


图2 标准谱图

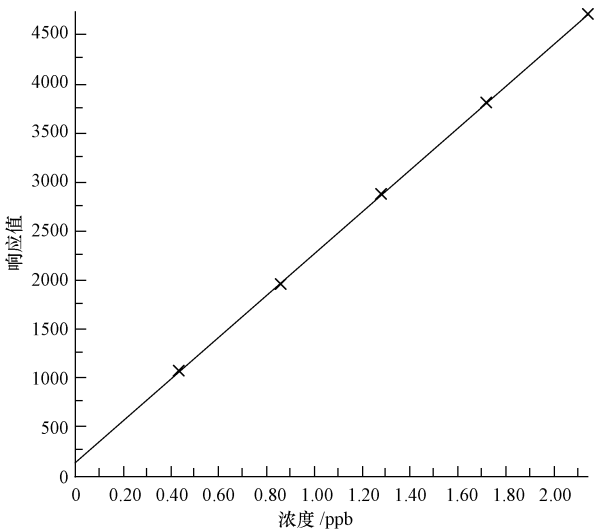


图3 标准曲线图

2.3 自来水基质加标实验

取自来水(加标)15 mL,直接进样,最小灵敏度为:NNK = 50 ppt; NNN = 70 ppt; NAB = 35 ppt; NAT = 40 ppt

2.4 重现性实验

自来水基质水样(ppb级)5 mL,直接进样分析,定量重现性 RSD% 均小于 10% .

3 结论

该系统操作简单,直接进水样,即可灵敏、快速、全自动化地监测水样中的亚硝胺. 对样品的富集作用明显, 纯化效果好,显著地减少了水体离子抑制作用,使得该方法分析实际水样时,灵敏度仍然很高. 在 On-line SPE/UPLC/Synapt 上和 On-line SPE/UPLC/TQD 上检测均可以,后者的灵敏度更高一些,能达到 ppt 级,这是普通的质谱所不能达到的. 使用该系统,无需再做回收率等繁琐的程序,直接做工作曲线、直接进样、直接得到分析结果. 从前处理、分离、分析均一体化、自动化,所以,分析结果的重现性很好. 由于整个分析均在不间断密闭管路中进行,溶剂使用量大大减少,极大地保障了操作人员的健康.