

基于SCIEX三重四极杆质谱系统对生活饮用水中丙烯酰胺残留量的测定

Determination of the Migration Content of Acrylamide in Drinking Water by SCIEX LC-MS/MS System

程龙, 郇宇, 刘冰洁, 郭立海

Cheng Long, Huan Yu, Liu Bingjie, Guo Lihai

SCIEX中国

SCIEX China

Keywords: Acrylamide, LC-MS/MS

引言

丙烯酰胺 (Acrylamide) 是聚丙烯酰胺的单体。聚丙烯酰胺用作絮凝剂, 在饮用水的处理中有助于水的澄清。丙烯酰胺是一种无色、无臭、透明片状晶体。可溶于水、醇、丙酮、醚和三氯甲烷, 微溶于甲苯, 不溶于苯和庚烷。相对分子质量为71.08, 结构式如图(1)所示。它是一种公认的神经毒素和准致癌物, 动物实验和体外细胞实验都证明丙烯酰胺还可导致遗传物质发生改变, 早在2005年国际癌症研究机构就已将其列为2A级致癌物质。急性毒性实验证明丙烯酰胺有神经毒性、生育、发育毒性, 可导致遗传物质的改变和癌症的发生。世界卫生组织和我国《生活饮用水卫生标准》(GB 5749-2022) 都规定饮用水中的丙烯酰胺最高限量不得超过0.5 µg/L。自然水源受到丙烯酰胺的污染问题已是一个很突出的问题。这些饮用水及其水源水中存在的丙烯酰胺可能会通过饮用水摄入被人体吸收, 给健康带来极大的危害。为了评价丙烯酰胺对水生态环境和饮用水源的影响, 建立一种快速、有效且高灵敏度的方法进行定量分析饮用水及其水源样品中丙烯酰胺残留是必然要求。

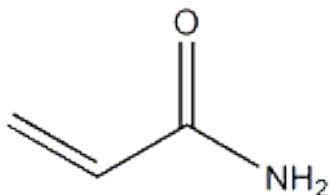


图1. 丙烯酰胺的结构式

本文运用SCIEX Triple Quad™系统对生活饮用水中丙烯酰胺残留量进行测定。参照GB/T 5750.8建立生活饮用水中丙烯酰胺残留量的检测方法。

实验方法特点:

1. 建立LC-MS/MS方法, 5 min内完成生活饮用水中丙烯酰胺残留量的测定, 快速高效;
2. 灵敏度高、准确度高, 重复性好, 可自动富集大体积水样, 线性范围2 µg/L-50 µg/L, 各浓度点的准确度均在90-110%之间, 且r均大于0.999, 线性相关性良好;
3. 方法的定量限高于GB/T 5750.8中对生活饮用水中丙烯酰胺残留量的限量要求。

实验方法

1. 色谱条件

a) 色谱柱: Luna Omega Polar C18 (3 × 100 mm, 2.1 µm, 100 Å), 或性能相当者;

b) 流动相: A为 0.1%甲酸水溶液, B为甲醇, 梯度洗脱程序(表1);

c) 流速: 350 µL/min;

d) 柱温: 40°C;

e) 进样量: 10 μ L。

表1. 梯度洗脱程序表

梯度时间/min	流动相A/%	流动相B/%
0	90	10
2.0	20	80
3.5	20	80
3.6	90	10
5.0	90	10

洗脱: 用10 mL甲醇洗脱;

浓缩: 洗脱液在40 $^{\circ}$ C用氮气吹至近干;

定容: 再用水定容至1 mL, 过0.22 μ m水系滤膜, 待上机。

2. 质谱方法

扫描方式: MRM

离子源: ESI+源

离子源参数:

电压 IS: 5500 V (+) 源温度 TEM: 450 $^{\circ}$ C

气帘气 CUR: 25 psi 碰撞气CAD: Medium

雾化气 GS1: 50 psi 辅助气GS2: 50 psi

表2. 丙烯酸胺以及内标的MRM参数信息

化合物	Q1	Q3	ID	DP	CE
Acrylamide	72	55	Acrylamide-1	38	15
	72	44	Acrylamide-2	38	26
13 C ₃ Acrylamide	75	58	13 C ₃ Acrylamide-1	38	15
	75	45	13 C ₃ Acrylamide-2	38	26

3. 样品前处理

活化: 活性炭固相萃取柱(Cleanert ACA, 500 mg/6 mL, P/N:ACA5006。)使用前依次用5 mL甲醇、5 mL水活化;

富集: 取备用水样100 mL, 加入50 μ L浓度为100 μ g/L 13 C₃-丙烯酸胺内标工作液, 混匀, 内标物在水中浓度为0.050 μ g/L, 搭配MULTI-SPE M08固相萃取装置大体积上样, 水样以约5 mL/min速度通过固相萃取柱。

干燥: 用氮气吹2 min, 使固相萃取柱干燥;

实验结果

1. 丙烯酸胺的提取离子色谱图:

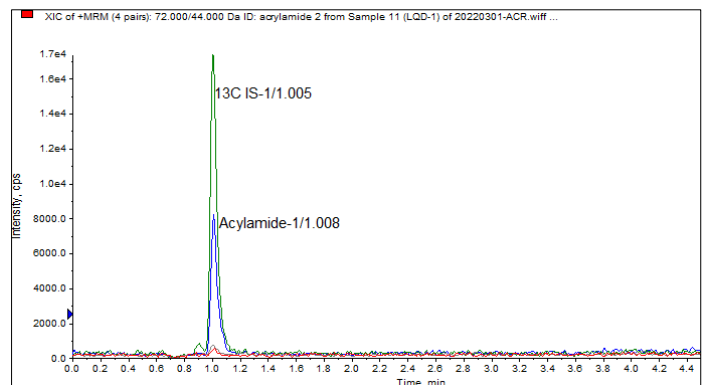


图2. 样品加标0.02 μ g/L丙烯酸胺的提取离子流图

2. 线性范围、回归方程、回归系数以及检出限:

丙烯酸胺在2~50 μ g/L均具有良好的线性, 其回归系数 $r > 0.999$, 详见表2。

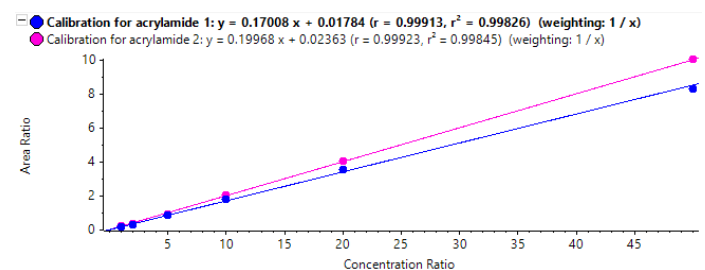


图3. 丙烯酸胺的标准曲线

3. 方法精密度与准确度:

根据《生活饮用水卫生标准》(GB 5749-2022)中对丙烯酸胺的限量要求不得超过0.0005 mg/L, 本实验分别选择为0.02 μ g/L、0.1 μ g/L、0.5 μ g/L三个梯度进行加标测定, 每组添加浓度平行测定

6次，计算回收率与精密度结果，由表3可得，丙烯酰胺添加浓度的回收率均在90%~108%之内，相对标准偏差RSD小于3%；表明样品在Turbo V™离子源作用下，具有良好的重现性。

表3. 加标回收实验结果

化合物	理论加标浓度(μg/L)	平均检测结果(μg/L)	回收率%	RSD%
Acylamide	0.02	0.0206	103.2	2.3
	0.1	0.1068	106.8	1.9
	0.5	0.4643	92.9	2.5

总结

1. 本文基于SCIEX Triple Quad™系统，建立生活饮用水中丙烯酰胺残留量的测定的LC-MS/MS方法。一针进样，5 min完成检测，简便快速；
2. 该方法灵敏度高、准确度高，重复性好，可自动富集大体积水样，线性范围2 μg/L-50 μg/L，各浓度点的准确度均在90-110%之间，且r均大于0.999，线性相关性良好；
3. 方法的定量限高于GB/T 5750.8中对生活饮用水中丙烯酰胺残留量的限量要求。

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。

© 2022 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-14758-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：021-2419-7200
传真：021-2419-7333
官网：sciex.com.cn

广州分公司
广州市天河区珠江西路15号
珠江城1907室
电话：020-8510-0200
传真：020-3876-0835
官方微信：SCIEX-China