

液相色谱串联质谱法快速测定水中的戊二醛的含量

Rapid Determination of Glutaraldehyde in Water by LC-MS/MS

郭琳琳, 孙小杰, 刘冰洁, 郭立海

Guo Linlin, Sun Xiaojie, Liu Bingjie, Guo Lihai

SCIEX 中国

关键词: 戊二醛; 2,4-二硝基苯肼; 水; 液相色谱串联质谱法

Keywords: Glutaraldehyde; DNPH; Water; LC-MS/MS

戊二醛是带有刺激性气味的无色透明油状液体, 是一种优良的杀菌消毒机, 被广泛应用于医药、卫生、石油化工和科研领域。戊二醛对人体组织有一定毒性, 有报道表示戊二醛具有明显的黏膜毒性和皮肤刺激性, 接触戊二醛的人员出现不同程度的喷嚏、头痛、流泪、皮疹和慢性咳嗽^[1]。戊二醛是英国危险物质安全管理处控管的化学物质之一, 英国健康安全行政部对于必须暴露于戊二醛工作环境中的职业, 制定了0.2 mg/kg的安全接触标准。在欧盟日用消费品中无有害物质的生态标签中, 戊二醛被列为禁止使用的有毒或有害物质。《生活饮用水卫生标准》(GB 5749-2022) 附录a中规定其标准限值为0.07 mg/L。目前, 戊二醛的检测方法主要有滴定法和仪器法。滴定法只适用于高浓度戊二醛溶液的检测, 且滴定终点不容易掌握, 而且需要使用大量的盐酸羟胺和乙醇, 反应过程中副产物对戊二醛浓度的标定存在一定的影响。2022年1月份发布的GB/T 5750.8征求意见稿中, 水中戊二醛的检测液相色谱串联质谱法, 最低检测质量浓度为1.00 µg/L。因此, 本文建立了一种准确、高效、灵敏的检测方法。

本实验采用衍生法, 水中戊二醛与2,4-二硝基苯肼(DNPH)反应生成戊二醛-2,4-二硝基苯腙(戊二醛-DNPH), 滤膜过滤后进样, 经液相色谱仪分离后进入串联质谱仪, 采用多反应监测(MRM)模式, 选取响应高异构体作为定性定量离子, 根据保留时间和特征离子峰定性, 外标法定量。

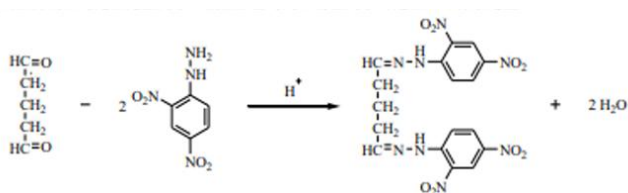


图1. 戊二醛与DNPH的反应示意图

本实验的优势和特点:

- 1、快速高通量, 采用ESI负模式扫描, 一针12 min内完成水中戊二醛的准确定性和定量。
- 2、灵敏度高, 水中戊二醛的线性范围为0.05-100 µg/L, 定量限为0.05 µg/L, r值为0.99946。完全满足GB 5749-2022的限值要求, 并且远低于GB/T 5750.8中的最低检测质量浓度。
- 3、重现性好, 三个不同浓度下的多份质控样本的RSD在0.47%-1.83%范围内。
- 4、前处理方法简单, 水样经过室温衍生后直接上样, 快速易操作。

实验方法

1、样品前处理

取1.00 mL水样, 加入3.50 mL乙腈和0.05 mL 2,4-二硝基苯肼[准确称取0.2378 g 2,4-二硝基苯肼, 用高氯酸溶液(1+4)溶解, 并定容至100 mL, c(C₆H₆N₄O₄)=12 mmol/L], 立即混匀, 室温下反应30 min, 经0.22 µm滤膜过滤后进行测定。

2、液相方法

色谱柱: Phenomenex F5, 2.6 µm, 3.0mm × 100mm

流动相: A: 水 B: 乙腈

进样量: 10 µL

梯度洗脱程序: 如表1所

表1. 液相梯度设置

Time/min	A/%	B/%
0	95	5
0.5	60	40
7	15	60
10	15	98
10.1	95	5
12	95	5

3、质谱方法

扫描方式：MRM采集模式，负离子扫描

离子源：ESI源

离子源参数：

IS电压：-4500 V 源温度 TEM: 550°C

气帘气 CUR: 30 psi 碰撞气 CAD: Medium

雾化气 GS1: 60 psi 辅助气 GS2: 70 psi

离子对参数如表2所示。

表2. 化合物离子对参数

Compound	Q1	Q3	ID	Time(ms)	DP	CE
戊二醛-DNPH	459	163	戊二醛-DNPH 1	200	-50	-30
	459	182	戊二醛-DNPH 2	200	-50	-35

结果与讨论

1、总离子流图如图2所示，戊二醛-DNPH的异构体得到良好的分离。

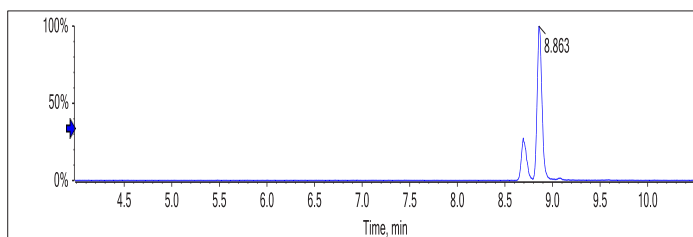


图2. 戊二醛-DNPH的总离子流图

2、样品中戊二醛的线性范围

在自来水样品中，水中戊二醛的浓度范围在0.05-100 µg/L的线性关系良好，r值为0.99946，保证了不同浓度样品的定量准确性。

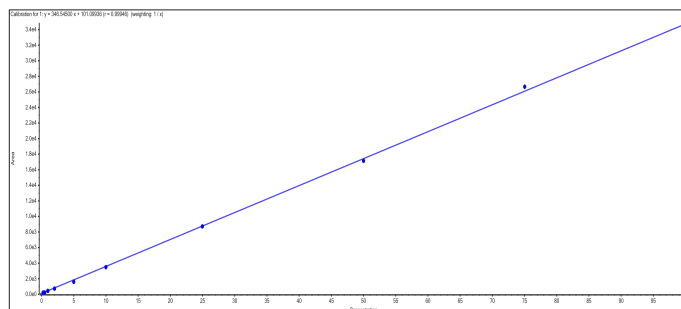


图3. 水中戊二醛的线性范围

3、方法定量下限:

水中戊二醛的定量下限为0.05 µg/L，远低于GB/T 5750.8中的最低检测质量浓度1.00 µg/L。

4、方法重现性:

配置戊二醛浓度为0.05 µg/L、1.00 µg/L和100 µg/L的三个浓度的自来水水质控样本，按照样本前处理进行操作，每个浓度批次重复三次，相对标准偏差RSD为0.47%-1.83%。

实际样本的检测

测试自来水中戊二醛的含量，按照样品前处理过程操作，未检测出戊二醛。

总结

本文建立了快速检测水中的戊二醛方法；SCIEX的Turbo V™离子源，离子源主动排废技术和极强的抗污染能力，保证了日常大批量样本检测的高灵敏度、稳定性和耐用性。SCIEX脉冲技术的检测器技术，不仅具有更好的负离子灵敏度且保证了质控样品和标准曲线在低浓度点的定量准确度和稳定性。

参考文献:

- [1] 高宇,梁淼.柱前衍生-高效液相色谱串联质谱法测定水中戊二醛
[J].环境与发展:2020,11:103-104.

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-02-14763-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](#)