

# 液相色谱串联质谱法快速检测水中的硝酸根离子

郭琳琳<sup>1</sup>, 吕惊晗<sup>2</sup>, 孙小杰<sup>1</sup>, 刘冰洁<sup>1</sup>, 郭立海<sup>1</sup>

<sup>1</sup> SCIEX China; <sup>2</sup> 山东省青岛市公安局

**Keywords:** NO<sub>3</sub><sup>-</sup>; Water; LC-MS/MS

**关键词:** 硝酸根离子、水、液相色谱串联质谱法

硝酸盐广泛存在于自然水体中,尤其在深层地下水汇总含量较高<sup>[1]</sup>。随着工农业生产的迅速发展,硝酸盐水体污染日益严重<sup>[2]</sup>。硝酸盐摄入人体,经肠道中微生物的作用,能转变成亚硝酸盐而出现毒性作用<sup>[1]</sup>,因此,硝酸盐污染已成为饮用水安全所面临的一个重大问题,是环境监测必测项目之一。生活饮用水水源水质标准中规定,生活饮用水水源水质硝酸盐标准限值中的一级水为10 mg/L,二级水为20 mg/L<sup>[3]</sup>。

测定水中的硝酸根离子浓度,可以为后续的硝酸根污染评估,硝酸根离子去除提供准确的数据支持。国内硝酸根的标准测定方法主要有酚二磺酸法、镉柱还原法、麝香草酚分光光度法、气相分子吸收光谱法、紫外分光光度法、离子色谱法等<sup>[1]</sup>。其中离子色谱法和紫外分光光度法操作简单、快速,但灵敏度有待于进一步提高,因此,建立硝酸根离子的液相色谱串联质谱法,可以显著提高硝酸根离子的灵敏度和检测特异性。

## 本实验的优势和特点:

- 快速高通量:** 水样品采用直接进样的方式,无需前处理;采用ESI负模式扫描,一针10分钟可完成对硝酸根离子的准确定性和定量;
- 灵敏度高:** 硝酸根离子的检测浓度线性最低点为10 ng/mL,完全满足现行标准要求;
- 稳定性好:** 三个不同浓度下的多份质控样品的RSD在0.8-1.2%范围内;
- 线性范围宽:** 硝酸根离子的线性范围为10-10000 ng/mL, r 值为0.99843。

## 实验方法

### 1. 液相方法

色谱柱: Premier BEH Z-HILIC (2.1 × 150 mm, 2.5 μm)

流动相: A: 水 (10 mmol/L乙酸铵和1%甲酸)

B: 乙腈

流速: 0.3 mL/min

洗脱程序: 35%B等度洗脱

### 2. 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: 600°C

气帘气 CUR: 35 psi

碰撞气 CAD: Medium

雾化气 GS1: 70 psi

辅助气 GS2: 55 psi

离子对参数如表1所示。

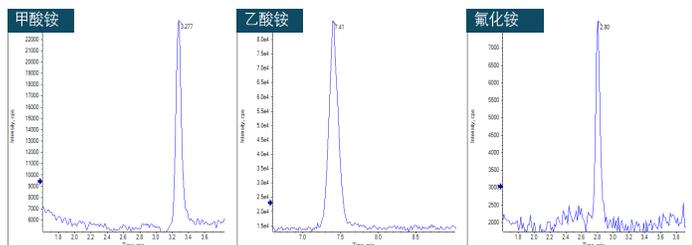
Q1	Q3	Time (ms)	DP	CE
62	45.9	300	-62	-27
62	32	300	-65	-29

## 结果与讨论

### 1. 流动相中添加不同盐的比较

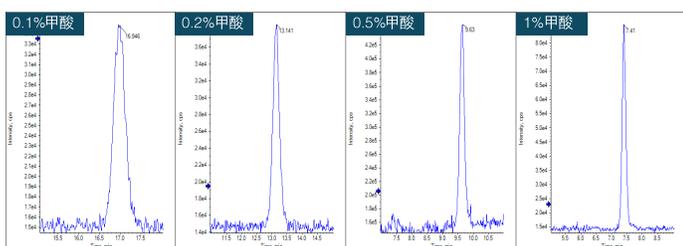
在流动相A中分别添加相同浓度的不同缓冲盐,依次为甲酸铵、乙酸铵和氯化铵,硝酸根的保留时间和强度有明显不同。其

中，添加乙酸铵的测试结果，响应强度明显高于其他缓冲盐，且保留时间也比较靠后。因此，选用乙酸铵为流动相中的缓冲盐。



## 2. 流动相中不同甲酸浓度的比较

在流动相A中添加不同浓度的甲酸，分别为0.1%甲酸、0.2%甲酸、0.5%甲酸和1%甲酸，硝酸根离子对的保留时间、峰型和峰高有明显的不同。在0.1%甲酸、0.2%甲酸、0.5%甲酸和1%甲酸浓度下，硝酸根离子的保留时间分别为16.946 min、13.141 min、9.63 min和7.41 min，峰宽分别为0.66 min、0.46 min、0.34 min和0.26 min，峰高分别为2.095e4、2.423e4、4.749e4和7.170e4。因此，最终选用甲酸浓度为1%。



## 3. 方法准确性和重现性

配置硝酸根浓度为10 ng/mL、100 ng/mL和500 ng/mL的自来水样本，每个浓度批次重复三次，计算相对标准偏差RSD，RSD在0.8-1.2%范围内。

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-02-15748-ZH-A



### SCIEX中国

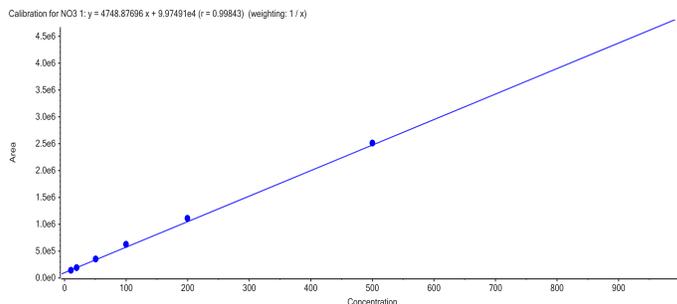
北京分公司  
北京市朝阳区酒仙桥中路24号院  
1号楼5层  
电话: 010-5808-1388  
传真: 010-5808-1390  
全国咨询电话: 800-820-3488, 400-821-3897

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](https://www.sciex.com.cn)

硝酸根离子在浓度为10 ng/mL-1000 ng/mL的线性范围内，线性关系良好，r值为0.99843。



## 4. 方法定量下限

在自来水中硝酸根的定量下限为10 ng/mL。

## 总结

本文采用了SCIEX Triple Quad系统，建立了快速测定水中的硝酸根离子对的检测方法。优化了流动相水中添加不同的缓冲盐 and 不同酸浓度对硝酸根离子测定的影响，最终选用10 mmol/L乙酸铵和1%甲酸为流动相中的水相。该方法快速简便，灵敏度完全满足水中硝酸根离子的限量要求。

## 参考文献:

- [1] 刘建坤,朱家平,郑荣华.水中硝酸根测定标准方法比较[J].中国卫生检验杂志:2009,19(6):1412-1413.
- [2] 王颖,曲久辉,刘慧娟,等. Pd-Cu/水滑石吸附催化氢还原水中的硝酸根[J].科学通报:2006,51(7):786-791.
- [3] 中国市政工程中南设计院.CJ 3020-93 生活饮用水水源水质标准[S].北京:中国建筑工业出版社,1994:1.