

### 饮用水中 *N*-二甲基亚硝胺测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of *N*-dimethylnitrosamine in drinking water—  
Liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS)

2020-03-25 发布

2020-06-01 实施

---

上海市市场监督管理局 发布

目 次

前言 ..... III

1 范围 ..... 1

2 规范性引用文件 ..... 1

3 缩略语 ..... 1

4 方法原理 ..... 1

5 试剂与材料 ..... 1

6 仪器与设备 ..... 2

7 样品 ..... 2

8 测定条件 ..... 3

9 测定步骤 ..... 4

10 结果表述..... 5

11 精密度与准确度..... 5

12 质量保证与控制..... 5

附录 A（资料性附录） NDMA 和 NDMA-D6 总离子流图和多重反应监测色谱图 ..... 7

附录 B（资料性附录） 方法的参数 ..... 8

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由上海市水务局提出并组织实施。

本标准由上海市水务局归口。

本标准起草单位：上海市供水调度监测中心、上海城市水资源开发利用国家工程中心有限公司。

本标准主要起草人：童俊、施俭、朱慧峰、钱静汝、姜蕾、楚文海、潘睿捷、蔡海芸、俞红俭、宋昕、葛云思、夏鑫、张迪。

## 饮用水中 *N*-二甲基亚硝胺测定 液相色谱-串联质谱法

### 1 范围

本标准规定了饮用水中 *N*-二甲基亚硝胺浓度的液相色谱-串联质谱测定方法的缩略语、方法原理、试剂与材料、仪器与设备、样品、测定条件、测定步骤、结果表述、精密度与准确度、质量保证与控制等内容。

本标准适用于饮用水中 *N*-二甲基亚硝胺测定。地表水、水源水、娱乐用水和城市供水处理各工艺段的水质测定可参照执行。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规则和试验方法

### 3 缩略语

下列缩略语适用于本文件。

NDMA :*N*-二甲基亚硝胺,CAS 号:62-75-9。

NDMA-D6 :*N*-二甲基亚硝胺同位素内标,CAS 号:17829-05-9。

### 4 方法原理

样品经过滤膜过滤后,经固相萃取柱富集,洗脱浓缩后,采用液相色谱-串联质谱法测定。根据保留时间、母离子和子离子进行定性,内标法定量。

### 5 试剂与材料

5.1 采用的试剂与材料包括但不限于以下所列。除非另有说明,测定宜使用色谱纯试剂,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

5.2 甲醇:色谱纯。

5.3 甲酸:色谱纯。

5.4 二氯甲烷:色谱纯。

5.5 无水硫代硫酸钠:分析纯。

5.6 NDMA 及 NDMA-D6 标准品:市售标准品或标准溶液,纯度均不小于 95%。

5.7 甲酸甲醇溶液(0.1%,体积分数):量取 1 mL 甲酸(5.3),与 1 L 甲醇(5.2)混合均匀。

5.8 甲酸水溶液(0.1%,体积分数):量取 1 mL 甲酸(5.3),与 1 L 水混合均匀。

5.9 NDMA 标准储备溶液(10  $\mu\text{g/mL}$ ):将 NDMA 标准品(5.6)以甲醇(5.2)溶解,配制成 10  $\mu\text{g/mL}$