

DB31

上 海 市 地 方 标 准

DB31/T 1215—2020

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 μg/mL):将 NDMA 标准品(5.6)以甲醇(5.2)溶解,配制成 10 μg/mL