

不同极性GS-Tek气相色谱柱对N-亚硝胺类化合物的分离

作者:

Zoe Wang Zhenghua Ji

General Separation Technologies, Inc.

625 Dawson Drive, Suite A

Newark, DE 19713 USA

N-亚硝胺类化合物是国际上公认的一类强致癌物，在食品、饮用水、日常消费品以及受污染的空气中广泛存在，因此对N-亚硝胺类化合物的控制和监测尤为重要。

本文根据美国环保局的方法(EPA 521&607)，检测了方法要求的8种N-亚硝胺类化合物，主要包括:N-二甲基亚硝胺(NDMA)、N-甲基乙基亚硝胺(NMEA)、N-二乙基亚硝胺(NDEA)、N-二丙基亚硝胺(NDPA)、N-二丁基亚硝胺(NDBA)、N-亚硝基哌啶(NPIP)、N-亚硝基吡咯烷(NPYR)、N-二苯基亚硝胺(NDPhA)。由于胺类化合物的活性基团，很可能会吸附在流路中的任何活性位点上，造成峰型拖尾、检出限高。本文优化了不同极性气相色谱柱(GsBP-Wax-AQ、GsBP-5MS、GsBP-35MS和GsBP-624)对N-亚硝胺类化合物的分离，列出了对称因子，K值，分离度等详细的参数，满足您的不同分析需求。

实验一

色谱条件:

色谱柱: GsBP-Wax-AQ, 30m x 0.25mm x 0.25um (PN: 2625-3002)

载气@12.2psi

柱温:40°C -10°C /min- 240°C

分流流速: 60ml/min

进样量:0.1ul

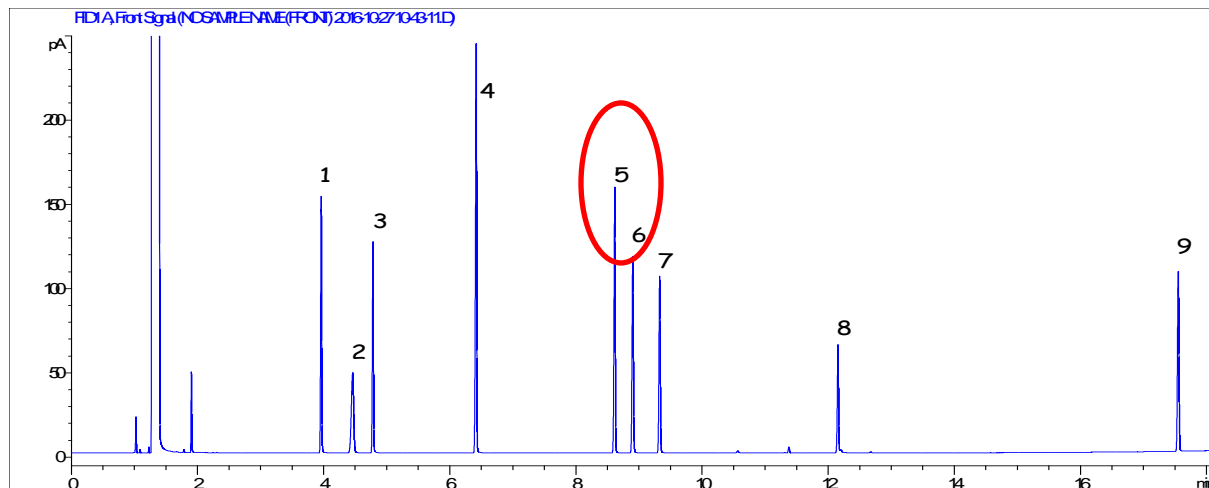


图1, 气相色谱柱GsBP-Wax-AQ, 30m x 0.25mm x 0.25um的分离结果

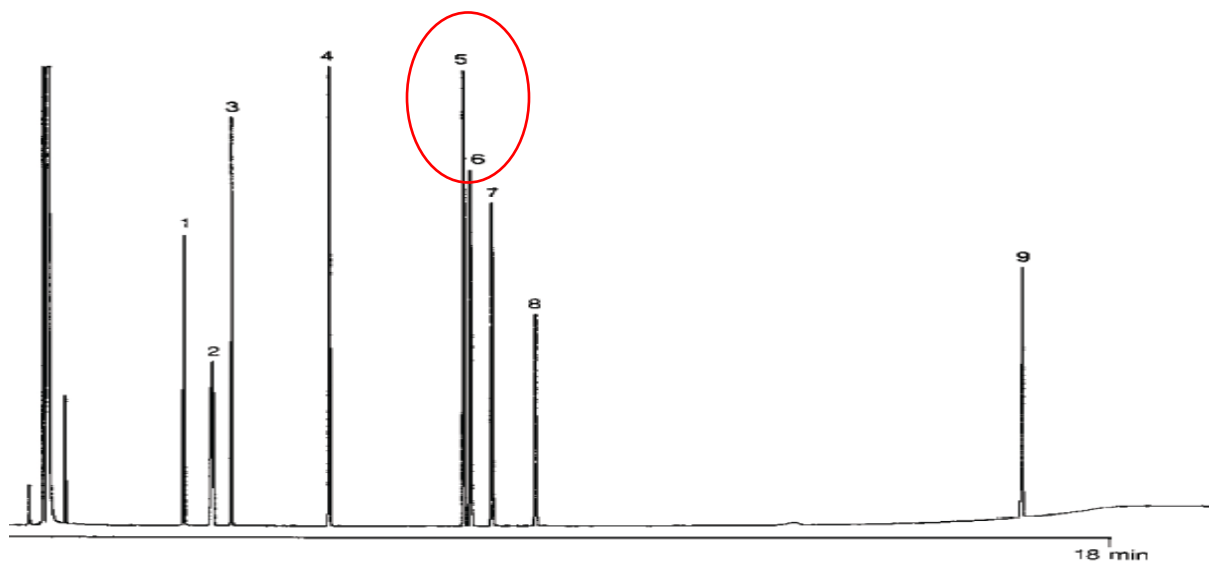


图2, Agilent CP-Wax 51 for Amines, 0.25 mm x 25 mx0.2um的分离结果

表1, 出峰顺序及对称因子等参数

出峰顺序	英文名称	中文名称	保留时间 (min)	Symmetry (对称因子)	K(分配系数)	Resolution (分离度)
1	N-nitrosodimethylamine	N-二甲基亚硝酸胺 (NDMA)	3.96	1.17	2.88	
2	N-nitrosomethylethylamine	N-甲基乙基亚硝酸胺 (NMEA)	4.46	1.20	3.37	
3	N-nitrosodiethylamine	N-二乙基亚硝酸胺 (NDEA)	4.78	1.09	3.68	
4	N-nitrosodi-n-propylamine	N-二丙基亚硝酸胺 (NDPA)	6.42	1.19	5.29	10.59

5	N-nitrosodi-n-butylamine	N-二丁基亚硝胺 (NDBA)	8.61	1.12	7.44	
6	N-nitrosopiperidine	N-亚硝基哌啶 (NPIP)	8.90	1.09	7.72	
7	N-nitrosopyrrolidine	N-亚硝基吡咯烷 (NPYR)	9.33	1.09	8.14	12.62
8	Impuritiy	杂质	12.15	1.16	10.91	
9	N-nitrosodiphenylamine	N-二苯基亚硝胺 (NDPhA)	17.55	1.13	16.19	

图 1 和图 2 对比的谱图可以看出气相色谱柱 GsBP-Wax-AQ 对 N-二丁基亚硝胺(NDBA)和 N-亚硝基哌啶(NPIP)的分离优于 CP-Wax 51 for Amines。其中 GsBP-Wax-AQ 是一款耐水的适合分析水样的聚乙二醇柱。

实验二

色谱条件:

色谱柱: GsBP-5MS, 30m x 0.25mm x 0.25um (PN: 1525-3002)

载气@12.2psi

柱温:60°C -10°C /min- 240°C (2min)

分流流速: 60ml/min

进样量:0.1ul

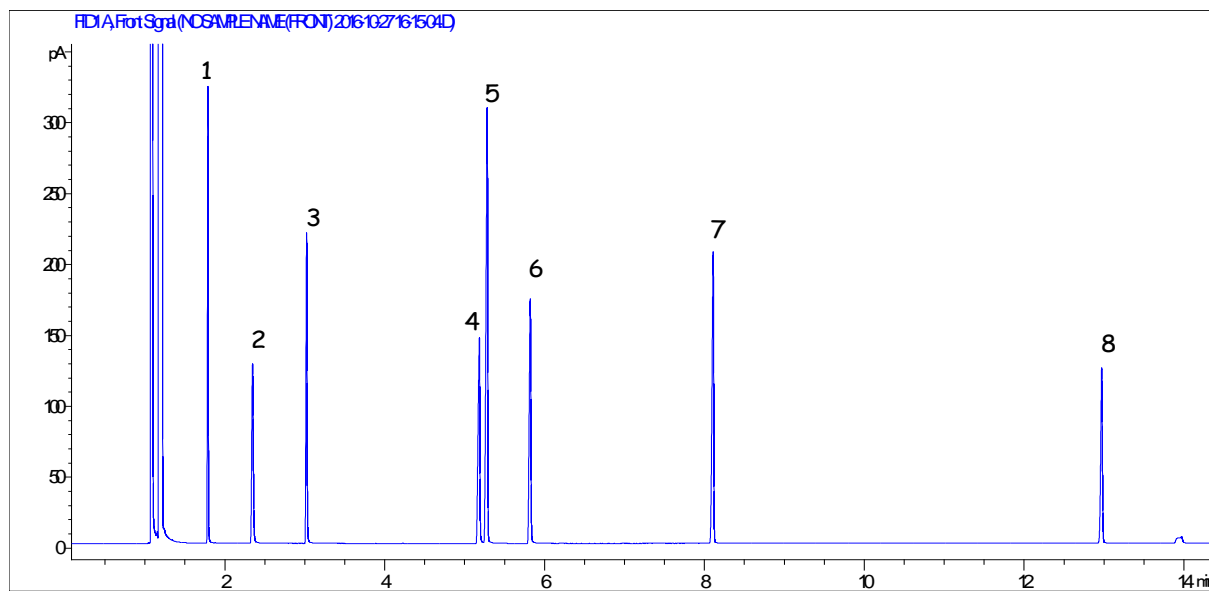


图3,气相色谱柱GsBP-5MS, 30m x 0.25mm x 0.25um的分离结果

表2,出峰顺序及对称因子等参数

出峰顺序	英文名称	中文名称	保留时间 (min)	Symmetry (对称因子)	K (分配系数)	Resolution (分离度)
1	N-Nitrosodimethylamine	N-二甲基亚硝酸胺 (NDMA)	1.79	1.16	0.71	
2	N-Nitrosomethylethylamine	N-甲基乙基亚硝酸胺 (NMEA)	2.34	0.99	1.25	
3	N-Nitrosodiethylamine	N-二乙基亚硝酸胺 (NDEA)	3.02	1.09	1.89	
4	N-Nitrosodi-n-propylamine	N-二丙基亚硝酸胺 (NDPA)	5.18	1.82	3.96	
5	N-Nitrosopyrrolidine	N-亚硝基吡咯烷 (NPYR)	5.28	2.11	4.06	4.15
6	N-Nitrosopiperidine	N-亚硝基哌啶 (NPIP)	5.82	1.55	4.57	
7	N-Nitrosodi-n-butylamine	N-二丁基亚硝酸胺 (NDBA)	8.11	1.76	6.77	
8	N-Nitrosodiphenylamine	N-二苯基亚硝酸胺 (NDPhA)	12.97	1.30	11.43	

实验三

色谱条件:

色谱柱: GsBP-35MS, 30m x 0.25mm x 0.25um (PN: 3525-3002)

载气@12.2psi

柱温:60°C -10°C /min- 240°C

分流流速: 60ml/min

进样量:0.1ul

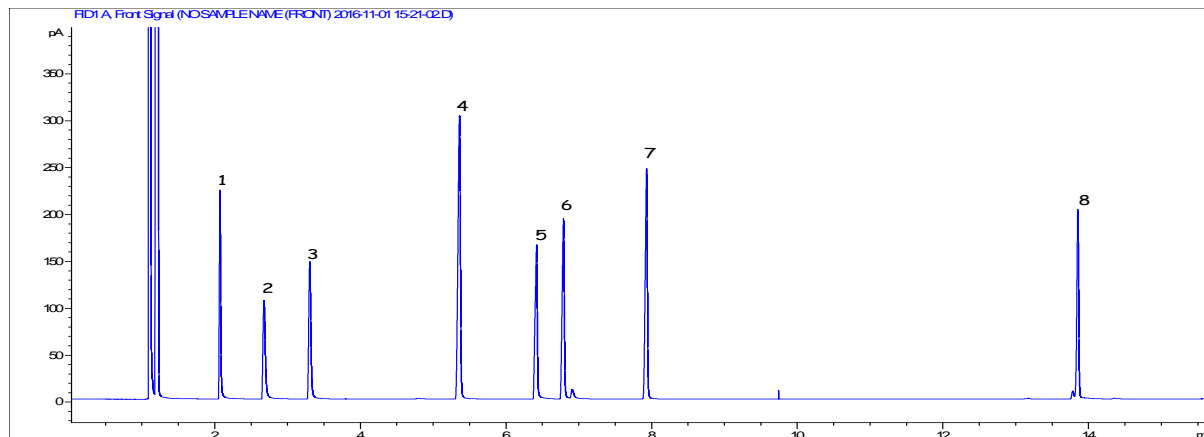


图4, 气相色谱柱GsBP-35MS, 30m x 0.25mm x 0.25um的分离结果

表3, 出峰顺序及对称因子等参数

出峰顺序	英文名称	中文名称	保留时间 (min)	Symmetry (对称因子)	K (分配系数)	Resolution (分离度)
1	N-Nitrosodimethylamine	N-二甲基亚硝酸胺 (NDMA)	2.07	0.88	0.93	
2	N-Nitrosomethylethylamine	N-甲基乙基亚硝酸胺 (NMEA)	2.67	0.76	1.50	
3	N-Nitrosodiethylamine	N-二乙基亚硝酸胺 (NDEA)	3.31	0.83	2.09	
4	N-Nitrosopyrrolidine	N-亚硝基吡咯烷 (NPYR)	5.36	1.50	4.01	
5	N-Nitrosodi-n-propylamine	N-二丙基亚硝酸胺 (NDPA)	6.42	1.77	5.00	
6	N-Nitrosopiperidine	N-亚硝基哌啶 (NPIP)	6.79	1.47	5.34	11.30
7	N-Nitrosodi-n-butylamine	N-二丁基亚硝酸胺 (NDBA)	7.93	1.58	6.41	
8	N-Nitrosodiphenylamine	N-二苯基亚硝酸胺 (NDPhA)	13.86	1.17	11.94	

实验四

色谱条件:

色谱柱: GsBP-624, 30m x 0.25mm x 1.40um (PN: 6525-3014)

载气@12.2psi

柱温:60°C -10°C /min- 240°C

分流流速: 60ml/min

进样量:0.1ul

25 Year' of Customer Application Experiences

网址 : www.yuweichina.com 邮箱 : bjyuweikeji@163.com

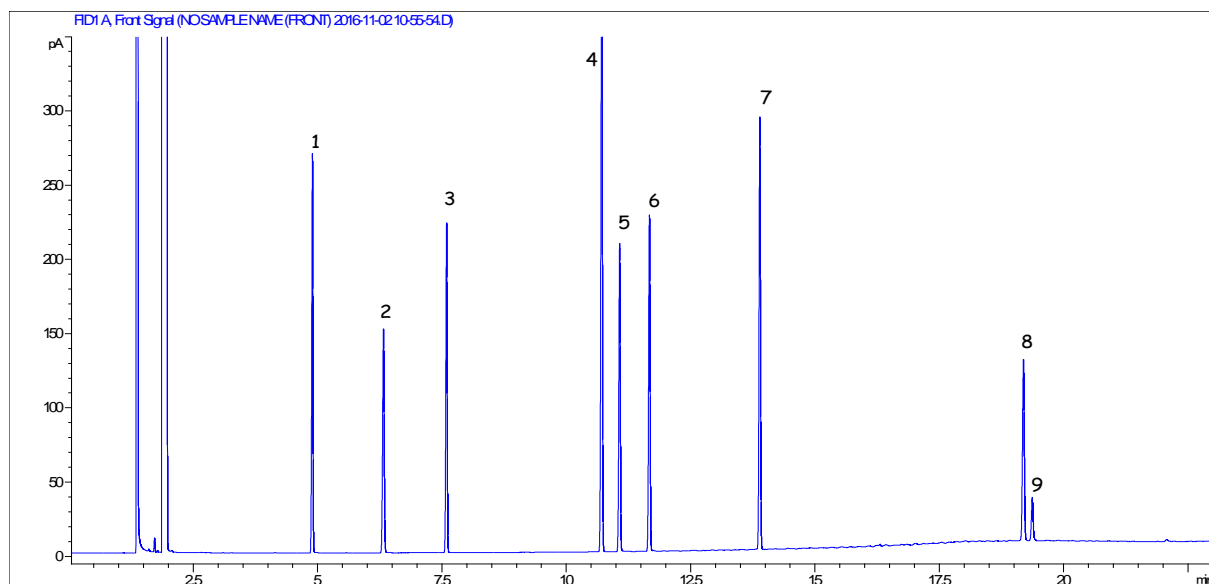


图5, 气相色谱柱GsBP-624, 30m x 0.25mm x 1.40um的分离结果

表4, 出峰顺序及对称因子等参数

出峰顺序	英文名称	中文名称	保留时间 (min)	Symmetry (对称因子)	K (分配系数)	Resolution (分离度)
1	N-Nitrosodimethylamine	N-二甲基亚硝酸胺 (NDMA)	4.89	1.28	3.45	
2	N-Nitrosomethylethylamine	N-甲基乙基亚硝酸胺 (NMEA)	6.32	1.09	4.75	
3	N-Nitrosodiethylamine	N-二乙基亚硝酸胺 (NDEA)	7.59	1.16	5.91	
4	N-Nitrosopyrrolidine	N-亚硝基吡咯烷 (NPYR)	10.71	1.33	8.75	
5	N-Nitrosodi-n-propylamine	N-二丙基亚硝酸胺 (NDPA)	11.07	1.17	9.08	11.13
6	N-Nitrosopiperidine	N-亚硝基哌啶(NPIP)	11.67	1.16	9.62	
7	N-Nitrosodi-n-butylamine	N-二丁基亚硝酸胺 (NDBA)	13.89	1.10	11.64	
8	N-Nitrosodiphenylamine	N-二苯基亚硝酸胺 (NDPhA)	19.19	1.08	16.47	
9	Impurity		19.37	0.92	16.63	4.74

订货信息

GsBP-Wax-AQ, 30m x 0.25mm x 0.25um (PN: 2625-3002)

GsBP-624, 30m x 0.25mm x 1.40um (PN: 6525-3014)

GsBP-35MS, 30m x 0.25mm x 0.25um (PN: 3525-3002)

GsBP-5MS, 30m x 0.25mm x 0.25um (PN: 1525-3002)

分流衬管带玻璃毛 (5/PK) PN: SG092019

进样口镀金密封垫(10/PK) PN: V4300-10