

气相色谱法和气质联用法测定违禁笑气

曾海龙

赛默飞世尔科技（中国）有限公司

关键词

一氧化二氮; N_2O ; GC; GC-MS

1. 简介

一氧化二氮 (nitrous oxide)，又称笑气，是一种无机物，化学式 N_2O ，呈无色有甜味气体。1799年笑气被化学家发现了具有麻醉作用，医学上被用于牙科和外科麻醉。食品上可用作发泡剂和密封剂等，作为奶油发泡剂在蛋糕店、咖啡店里的奶油裱花和“雪顶”都需要用到。“笑气”具有一定的滥用潜力，吸食“笑气”让人在生理和心理上产生依赖，但“笑气”不属于毒品，这种气体一旦过量吸食对人体伤害巨大。急性笑气中毒多为缺氧昏迷，甚至死亡；慢性笑气滥用中毒则可引起贫血及中枢神经系统损害等。在我国，“笑气”已被列入《危险化学品目录(2015版)》，但尚未被列入麻醉药品和精神药品品种目录，所以笑气不是毒品，因此监管存在漏洞。近年来不法分子用来当做“毒品”贩卖牟利，国内的夜店、酒吧为了迎合青年人喜欢寻求刺激的心理，兴起“吹气球”“嗨气



球”。广大的抑郁症患者以及盲目追求刺激的年轻人因为好奇、无聊等原因而沉迷其中。目前研究表明，一氧化二氮滥用人群平均年龄是24.3岁，每年约80万名年轻人滥用一氧化二氮，青少年滥用一氧化二氮的比例高达12%-20%。在西方，高达29.4%-38.6%的人滥用一氧化二氮。因此相关部门必须加强“笑气”的管控，那“笑气”如何检测呢？本文建立了“笑气”GC-ECD和GC-MS定性测定方法，为相关部门提供技术依据，该方法具有操作简单，被测组分和杂质能达到有效分离，灵敏度高、准确度良好的特点。

2. 实验材料

2.1 仪器

Trace 1310 GC-ECD气相色谱仪 (Thermo Fisher Scientific)；

Trace 1310 GC-ISQ7000气相色谱质谱联用仪
(Thermo Fisher Scientific)；

TG-BOND Q色谱柱 (30m×0.32mm×10μm, PN:26004-6030)
(Thermo Fisher scientific)；

空柱 (5m×0.32mm, PN:26050-0532) (Thermo Fisher scientific)；

柱连接器, (PN: 64000-001) (Thermo Fisher scientific)；

10μL气密针 (PN: 365D3741) (Thermo Fisher scientific)；

软件: Chromeleon7 (Thermo Fisher scientific)。

2.2 试剂

N₂O气体，纯度≥99.999%。

3. 样品制备

样品为钢瓶气和气弹，利用排水法将气体样品装入进样小瓶，盖紧待测。由于气体纯度高，浓度大响应好，可以用自动进样器进样或者手动进样，进样量范围为1-5μL，分流或不分流进样（注：进样针为10μL气密针）。

4. N₂O检测方法与结果

4.1 GC-ECD测定法

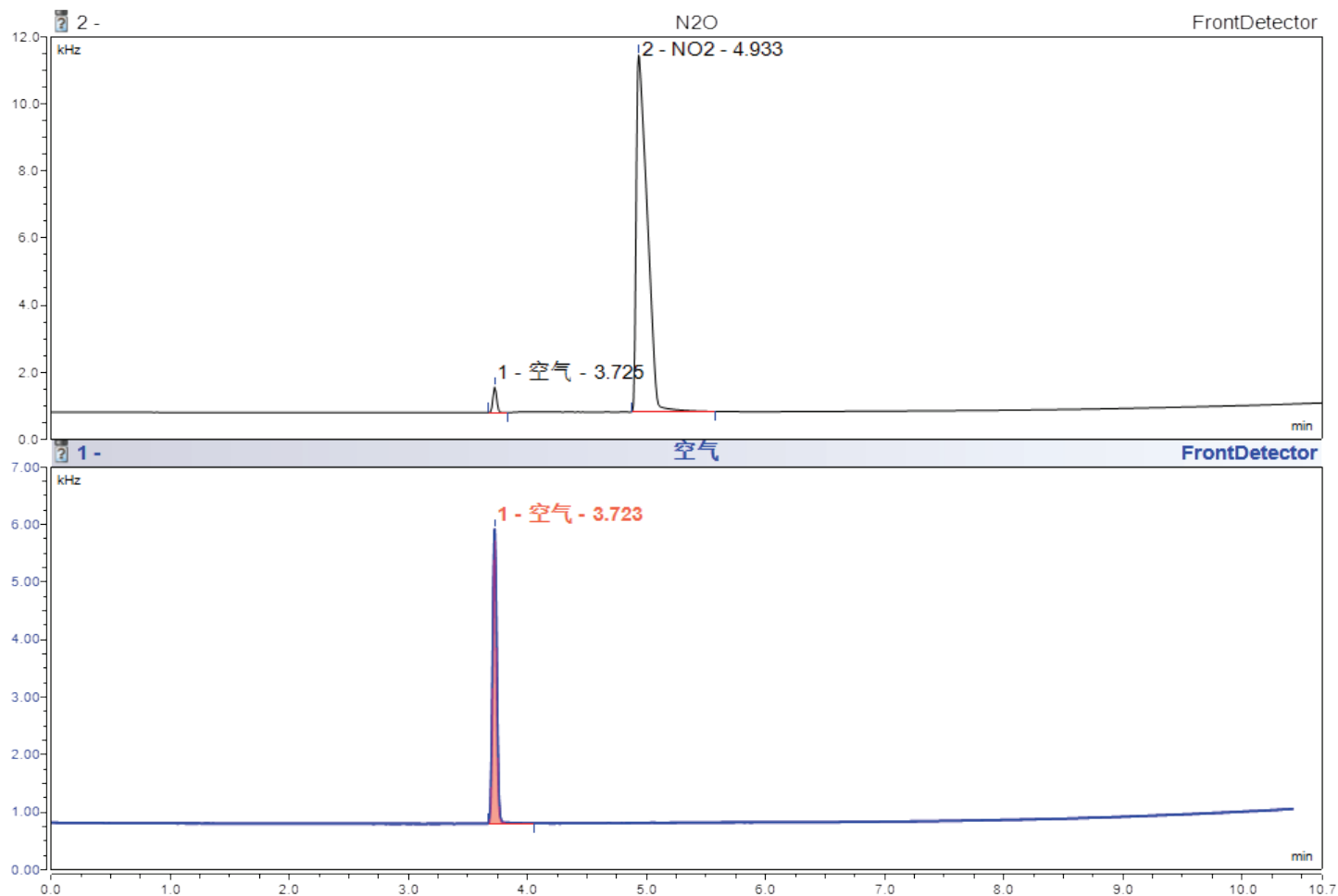


图1 N₂O（上）和空气（下）的色谱图

从图1中可以看出，N₂O和空气在TG-BOND Q色谱柱上可以有效分离，并且CO₂在ECD上没有响应，不会干扰N₂O检测，ECD具有灵敏度高，因此可以采用GC-ECD对N₂O定性分析。

4.2 GC-MS测定法

4.2.1 仪器条件

1) 柱温：35℃（5 min），15℃/min到80℃；

4.1.1 仪器条件

1) 柱温：35℃（3 min），5℃/min到80℃；

2) 进样方式：不分流或分流进样，分流比可以根据实际情况来调整；

3) 进样口温度：150℃；

4) 载气：高纯氮（99.999%），恒流模式，1.0 mL/min；

5) ECD检测器温度：200℃，尾吹气流速：20ml/min。

4.1.2 GC-ECD检测结果

2) 进样方式：不分流或分流进样，分流比可以根据实际情况来调整；

3) 进样口温度：150℃；

4) 载气：高纯氮（99.999%），恒流模式，1.0 mL/min；

5) MS检测：传输线温度200℃，离子源温度280℃，全扫模式（扫描范围20-60），2min后开始采集。

4.2.2 GC-MS检测结果

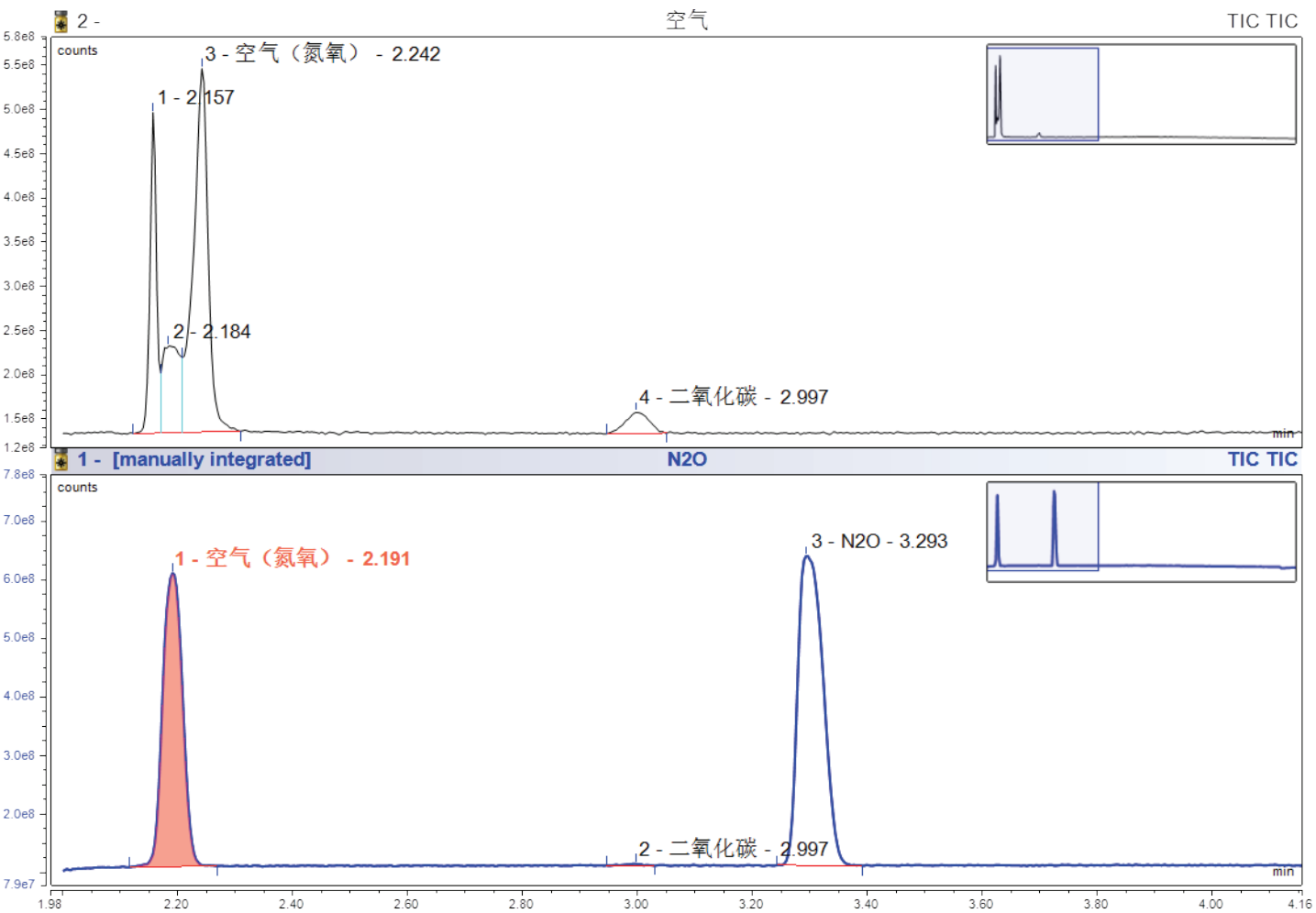


图2 空气 (上) 和 N₂O (下) 的色谱

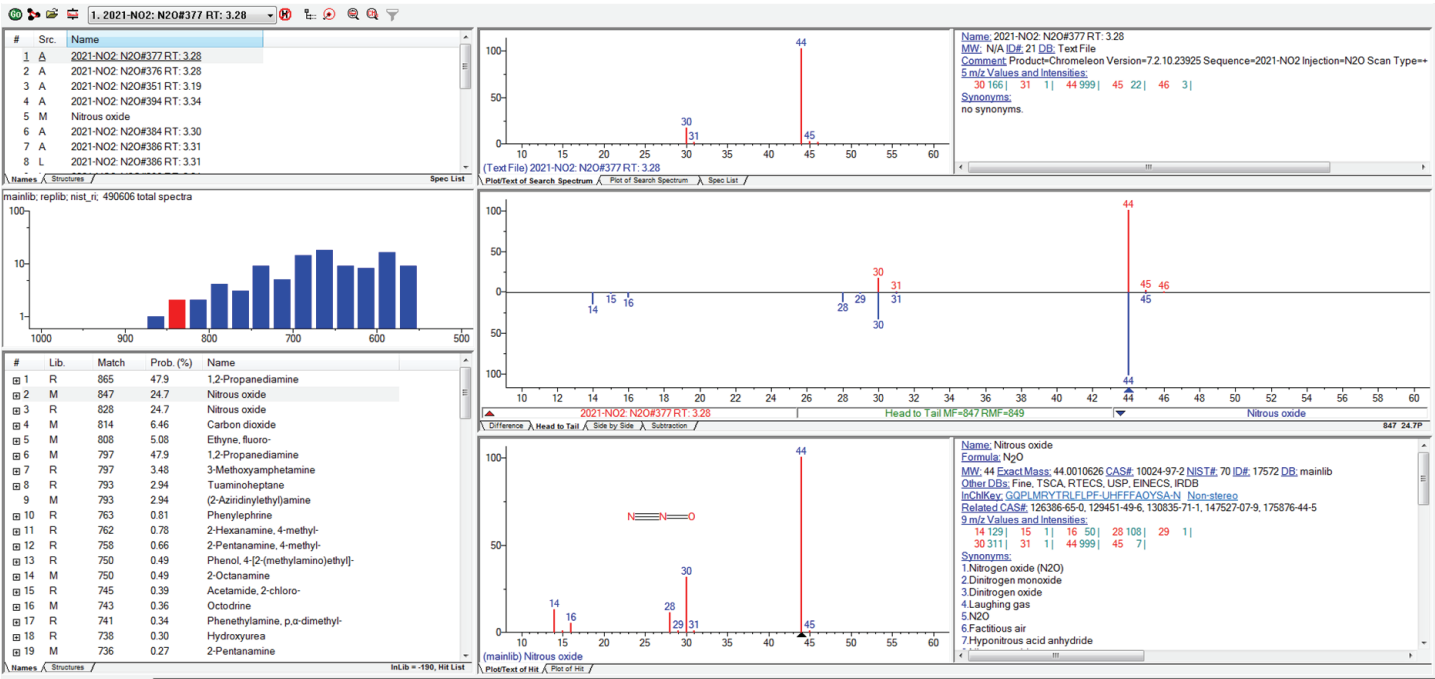


图3 N₂O谱库检索结果

从图2中可以看出， N_2O 和氮气、氧气、 CO_2 在TG-BOND Q色谱柱上可以有效分离，尤其与 CO_2 完全分离，可以避免 CO_2 干扰检测（ CO_2 和 N_2O 分子量都为44，特征离子都有44）。图3为 N_2O 谱库检索结果，GC-MS法除了可以通过保留时间定性外，谱库检索可以对未知样品做进一步辅助定性，而这点GC-ECD无法做到。MS具有灵敏度高，抗干扰强，因此可以采用GC-MS对 N_2O 进行定性分析。

5. 总结

本文建立了 N_2O 的检测方法即：GC-ECD和GC-MS测定法。结果表明： N_2O 和氮气、氧气、 CO_2 在TG-BOND Q色谱柱上可以有效分离，尤其与 CO_2 完全分离，可以避免 CO_2 干扰检测，其次 N_2O 在ECD和MS均响应较好，由于MS具有NIST谱库辅助定性，可出具谱库检索结果报告，更能消除假阳性问题。



赛默飞
官方微信

热线 800 810 5118
电话 400 650 5118
www.thermofisher.com

Thermo Fisher
S C I E N T I F I C