

使用三重四极杆 LC/MS/MS 快速分析自来水中的 9 种卤乙酸

堀池 秀树

给用户的便利

- ◆ 预处理仅需简单的脱氯，15 分钟即可完成分析。
- ◆ 在 3 个水质标准项目的基础上，还可以同时分析 6 种溴代卤乙酸。
- ◆ 灵敏度不低于标准值的 1/10、目标值的 1/2。

前言

众所周知，卤乙酸是自来水氯化消毒过程中生成的副产物。目前，标准检测项目包括一氯乙酸、二氯乙酸和三氯乙酸。此外，溴氯乙酸、一溴二氯乙酸、二溴一氯乙酸、溴乙酸、二溴乙酸、三溴乙酸等 6 个物质也需进一步研究。以上物质在水质管理方面需要检测和注意。

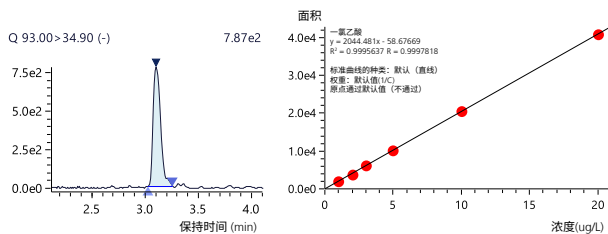
标准规定三种氯乙酸的检测采用溶剂萃取-GC/MS 法或可以直接测量的 LC/MS 法，而 LC/MS 法因为预处理简便，可提高分析效率，因此被广泛采用。

在应用快讯 C89 中已经介绍了分析实例，这次我们使用 15 分钟快速分析条件进行了分析，并取得了满意、可靠的结果。

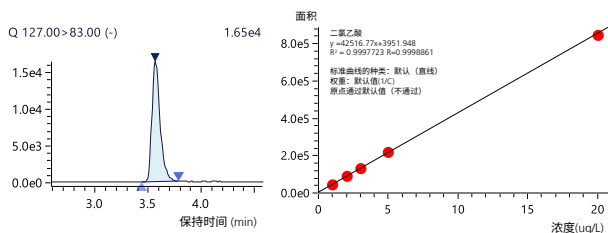
9 种卤乙酸混合标准溶液的 MRM 色谱图和标准曲线

图 1 所示为 9 种卤乙酸的 MRM 色谱图 (2 μg/L) 以及 1 ~ 20 μg/L 的 6 点绝对标准曲线。

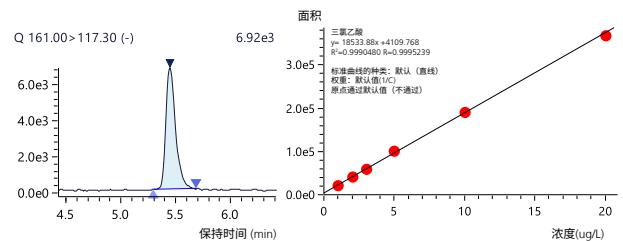
水质标准对三种氯乙酸要求的检测浓度为 20 μg/L，在不高于此浓度 1/10 的水平下 (2 μg/L)，9 种卤乙酸均能够以高灵敏度检出，且线性关系良好。



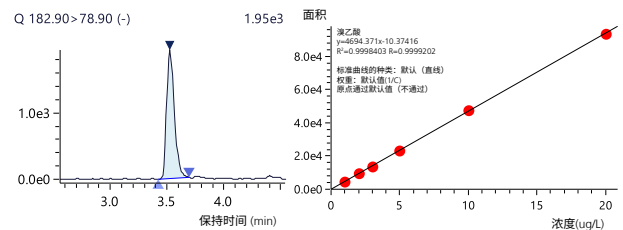
1. 一氯乙酸 (MCAA)



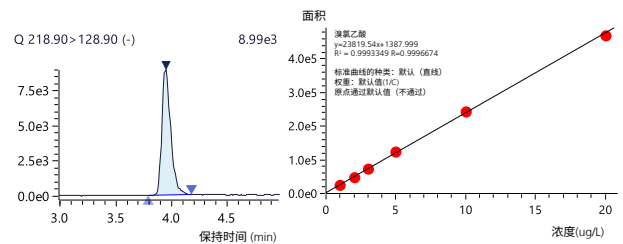
2. 二氯乙酸 (DCAA)



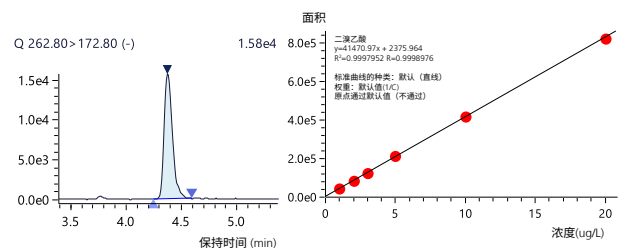
3. 三氯乙酸 (TCAA)



4. 溴乙酸 (MBAA)



5. 溴氯乙酸 (BCAA)



6. 二溴乙酸 (DBAA)

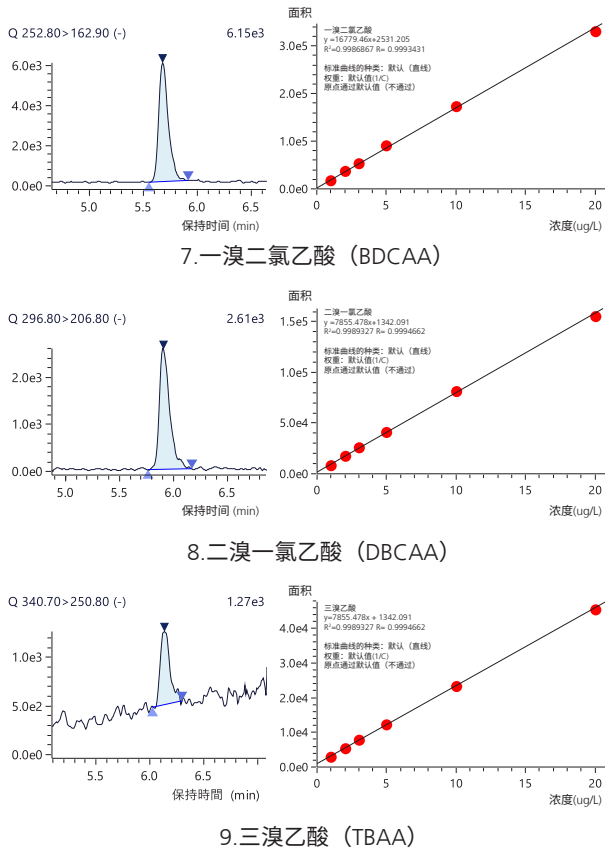


图1 MRM色谱图 (各2µg/L) 及标准曲线 (各1~20µg/L, n=3)

分析条件

分析条件见表 1。

表 1 分析条件

色谱柱	CAPCELLPAK™ MG III C18 (150 mm × 3.0 mm, 3 µm, Osaka Soda)	
流动相	A 0.2 % 甲酸 - 水 B 0.2 % 甲酸 - 甲醇	
时间程序	B.conc 1 % (0 min) → 100 % (7 min)	
流速	0.50 mL/min	
柱温	50 °C	
进样量	30 µL	
探针电压	-2.0 kV (ESI- 负模式)	
DL 温度	150 °C	
加热模块温度	100 °C	
接口温度	130 °C	
雾化气流量	15 L/min	
干燥气流量	5 L/min	
MRM 通道:		
MCAA	m/z 93.00> 34.90	MBAA m/z 182.90> 78.90
DCAA	m/z 127.00> 83.00	BCAA m/z 218.90> 128.90
DBAA	m/z 262.80> 172.80	TCAA m/z 161.00> 117.30
BDCAA	m/z 252.80> 162.90	CDBAA m/z 296.80> 206.80
TBAA	m/z 340.70> 250.80	

LCMS 是岛津制作所株式会社在日本和其他国家的商标。
CAPCELLPAK 是 SANYOFINE 医理化科技株式会社在日本和其他国家的商标。

自来水的有效期评估试验

在自来水中添加作为脱氯剂使用的抗坏血酸钠，作为空白溶液。另外，在空白溶液中添加混合标准溶液，使其达到 2µg/L 浓度，并分别进行测量。

所得到的各 MRM 色谱图如图 2 所示，9 种成分的定量结果如表 2 所示。

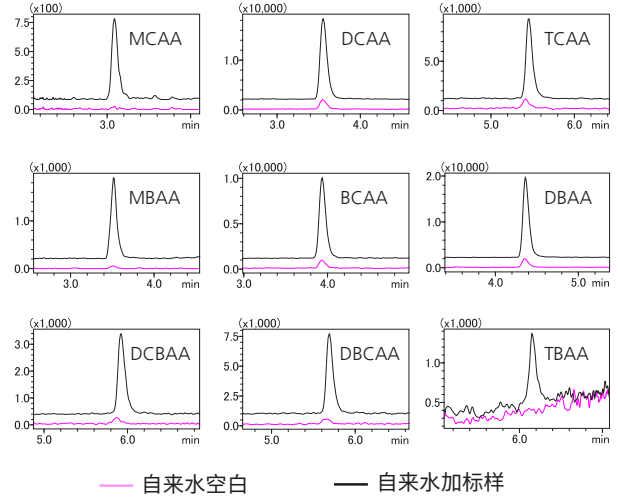


图 2 自来水及加标样品的 MRM 色谱图

表 2 自来水的加标试验结果 (n=5)

MCAA		DCAA		TCAA	
准确度 %	%RSD	准确度 %	%RSD	准确度 %	%RSD
92	2.3	94	2.9	104	1.6
MBAA		BCAA		DBAA	
准确度 %	%RSD	准确度 %	%RSD	准确度 %	%RSD
87	2.6	91	2.1	93	1.5
BDCAA		DBCAA		TBAA	
准确度 %	%RSD	准确度 %	%RSD	准确度 %	%RSD
101	1.6	99	2.4	101	4.6

总结

在 9 种卤乙酸的标准曲线范围 1 ~ 20 µg/L 下，9 种成分的线性关系良好。

另外，针对水质标准项目氯乙酸 (MCAA)、二氯乙酸 (DCAA)、三氯乙酸 (TCAA)，在使用浓度 2 µg/L (各标准值 1/10 以下) 的自来水进行的加标回收试验 (n=5) 中，准确度为 ±15 % 以内、重复性为 %RSD ≤ 5%。

本研究分析了水质标准规定的 3 种卤乙酸以及尚未纳入标准的 6 种，9 种物质的分析可以在 15 分钟内完成。

岛津应用云



岛津企业管理 (中国) 有限公司
岛津 (香港) 有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2020 年 10 月