

使用三重四极杆 LC/MS/MS 分析自来水中的卤代乙腈类

堀池秀树

优势

- ◆ 分析时间仅为 13 分钟，并且可以同时测定卤代乙腈类的 3 个主要组分。
- ◆ 可以直接测定自来水样品。
- ◆ 只需更换探针，即可从 ESI 变更为 APCI。

前言

自来水中的卤代乙腈类是在氯化过程中游离碳酸盐与腐殖质物质、藻类和氨基酸反应形成的副产物，作为以水质标准项目三卤甲烷和卤乙酸类为代表的消毒副产物之一而被众所周知。

目前根据卤代乙腈的有害性，分别将二氯乙腈设定为水质管理目标设定项目（暂定目标值 0.01 mg/L 或更低），将三氯乙腈、溴代乙腈和二溴乙腈（目标值 0.06 mg/L 或更低）设定为需要关注的项目。

特别是对于作为水质管理目标设定项目的二氯乙腈，目前标准是以溶剂萃取-GC/MS 法作为检验方法，但直接测定的 LC/MS/MS 法更为简单有效。

本应用介绍了使用 LCMS-8060 同时测定自来水 3 种目标组分。其中，不包括难以通过 LC/MS 进行电离的三氯乙腈。

验证实验的结果表明，本方法可以直接对自来水中的这 3 种组分进行高精度的定量分析。

分析条件

表 1 为分析条件。分析住使用苯基柱，采用 APCI 进行了电离。

表 1 分析条件

色谱柱	: nertsil® Ph-3 HP (150 mm x 2.1 mm, 3 μm, GLSciences)	
流动相	: A 水 B 甲醇	
时间程序	: B. 浓度 10% (0 min) -75% (8 min) - 100% (8.01-10 min) -10% (10.01-13 min)	
流速	: 0.30 mL/min	
柱温	: 40 °C	
进样量	: 50 μL	
接口电压	: -4.0 kV (APCI- 负)	
DL 温度	: 200 °C	
加热模块温度	: 200 °C	
接口温度	: 400 °C	
雾化气流量	: 3 L/min	
干燥气流量	: 5 L/min	
MRM 通道	:	
二氯乙腈	<i>m/z</i>	108.35 >34.90
溴代氯乙腈	<i>m/z</i>	151.80 >78.85
二溴乙腈	<i>m/z</i>	195.75 >78.85

利用卤代乙腈类 3 种组分混合标准溶液时的 MRM 色谱图

得到的各 MRM 色谱图如图 1 所示。

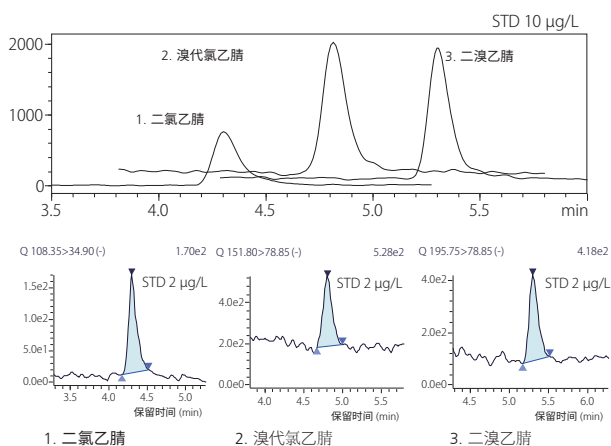


图 1 MRM 色谱图

标准曲线

各标准曲线如图 2 所示。3 种组分均得到了良好的线性。

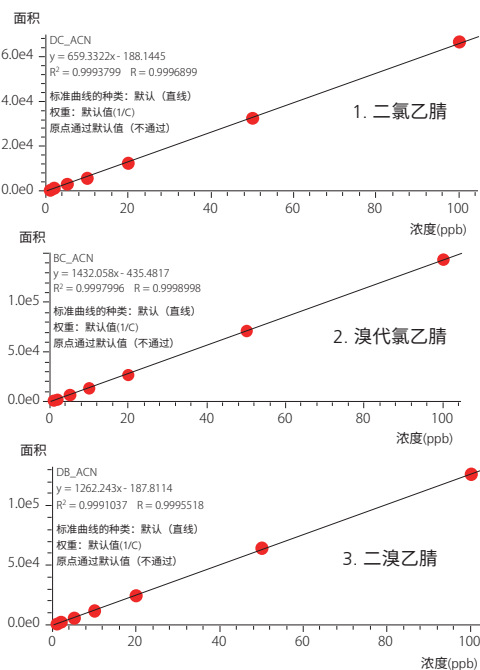


图 2 6 点标准曲线 (1 ~ 20 μg/L, n=3)

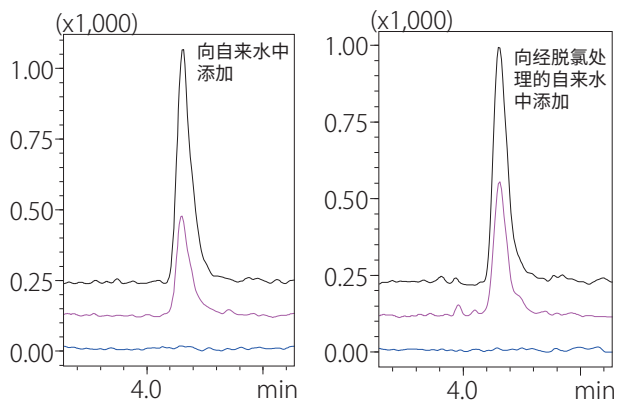
■ 自来水中的方法验证实验

制备了自来水、以及添加抗坏血酸钠作为脱氯剂的自来水作为样品。

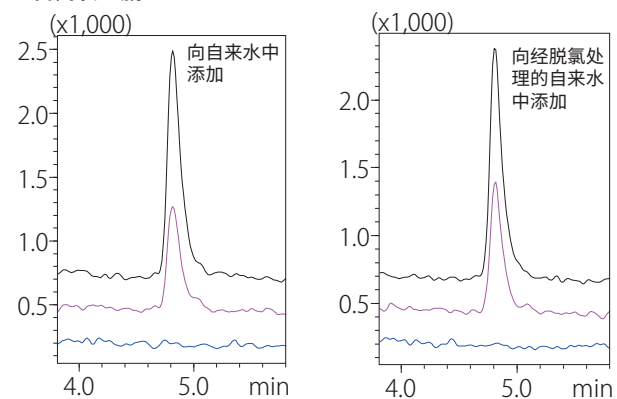
在各分析样品中添加混合标准溶液，使浓度为 5 μg/L 以及 10 μg/L，分别进行了测定。

得到的各 MRM 色谱图如图 3 所示，3 种组分的定量结果如表 2 以及表 3 所示。

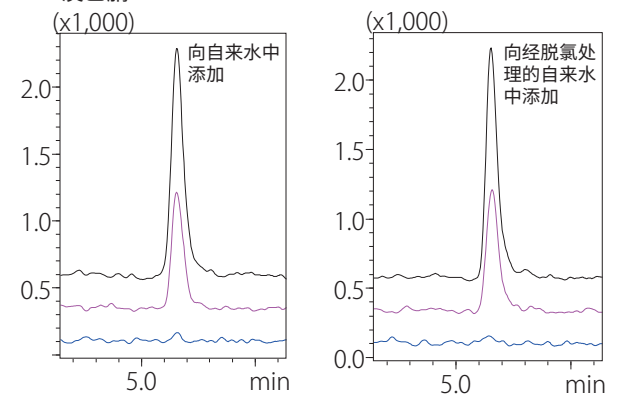
1. 二氯乙腈



2. 溴代氯乙腈



3. 二溴乙腈



— 向自来水中添加混合标准液 (5 μg/L) — 自来水 (空白)
— 向自来水中添加混合标准液 (10 μg/L)

图 3 自来水空白以及添加样品的 MRM 色谱图

表 2 自来水的加标回收试验结果 (n=5, 平均)

<加标浓度 5 μg/L >

二氯乙腈		溴代氯乙腈		二溴乙腈	
准确度 %	%RSD	准确度 %	%RSD	准确度 %	%RSD
99.7	7.9	101.8	5.1	98.4	4.3

<加标浓度 10 μg/L >

二氯乙腈		溴代氯乙腈		二溴乙腈	
准确度 %	%RSD	准确度 %	%RSD	准确度 %	%RSD
103.1	4.7	101.2	3.0	97.3	4.4

表 3 经脱氯处理的自来水的加标回收试验结果 (n=5, 平均)

<加标浓度 5 μg/L >

二氯乙腈		溴代氯乙腈		二溴乙腈	
准确度 %	%RSD	准确度 %	%RSD	准确度 %	%RSD
97.4	6.2	100.1	3.8	96.4	4.8

<加标浓度 10 μg/L >

二氯乙腈		溴代氯乙腈		二溴乙腈	
准确度 %	%RSD	准确度 %	%RSD	准确度 %	%RSD
91.7	4.7	91.0	3.9	91.1	3.3

■ 总结

使用自来水以及添加脱氯剂的自来水中得到的各种目标组分的验证结果，均得到了良好的结果，因此，证实本方法可以直接分析自来水。

使用 LCMS-8060 和该方法，可以准确定量目标值浓度以下的卤代乙腈类的 3 种组分。

岛津应用云



LCMS 是岛津制作所株式会社在日本和其他国家的注册商标。
Inertsil 是 GL 科学株式会社在日本的注册商标。



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: 2021 年 1 月