

使用 LCMS™-8050RX 定量分析自来水中的九种卤乙酸

Yusuke Aono、Mako Nakamori

特点描述

- ◆ 让用户能够通过使用简单的脱氯预处理来分析九种卤乙酸，仅需要 15 分钟。
- ◆ 让用户能够检测水中浓度为 2 µg/L 的九种卤乙酸。
- ◆ 让用户能够按照验证指南分析九种卤乙酸，且重复性和回收率良好。

■ 引言

自来水中的卤乙酸是水处理过程中消毒过程的副产物。在日本，关于水质标准的省法令¹⁾规定了三种卤代乙酸的饮用水质量标准：一氯乙酸（MCAA）、二氯乙酸（DCAA）和三氯乙酸（TCAA）（MCAA、DCAA 和 TCAA 的限值分别为 0.02 mg/L、0.03 mg/L 和 0.03 mg/L）。该法令还具体规定了以下其他六种酸的进一步研究项目：溴氯乙酸（BCAA）、溴二氯乙酸（BDCAA）、二溴氯乙酸（DBCAA）、一溴乙酸（MBAA）、二溴乙酸（DBAA）和三溴乙酸（TBAA）。

欧盟发布了一项于 2020 年生效的指令，规定了五种卤乙酸，即受日本水质标准管制的三种酸，以及 MBAA 和 DBAA²⁾。

使用气相色谱 - 质谱（GC/MS）或液相色谱 - 质谱（LC/MS）分析卤代乙酸。特别是，LC/MS 能够实现更高效的测量，因为脱氯是唯一需要的预处理。

本应用新闻介绍了一个使用 LCMS-8050RX 三重四极杆质谱仪系统分析九种卤乙酸的示例（图 1）。

■ 九种卤乙酸标准混合溶液的 MRM 色谱图和校准曲线

分析条件如表 1 所列，MRM 通道如表 2 所列。

浓度为 2 g/L 的九种卤代乙酸的 MRM 色谱图如图 2 所示。浓度范围从 2 到 30 µg/L 的校准曲线如图 3 所示。各校准曲线的决定系数（ r^2 ）高于 0.999，表明在每个校准范围内线性均良好。

我们分别获得良好准确度，为 80% 至 120%，且可重复性小于 10% RSD（表 3）。

表 1 分析条件

[HPLC 条件] (Nexera™ X3)

色谱柱: Shim-pack™ GIST-HP C18*
(150 mm × 3.0 mm I.D. 3 µm)
流动相: A) 0.2% 甲酸 - 水溶液
B) 0.2% 甲酸 - 乙腈溶液
时间程序: B. 浓度 1% (0 min)
- 100% (7 - 11 min)
- 1% (11.01 - 15 min)

流速: 0.5 mL/min
柱温: 40°C
进样量: 20 µL

[MS 条件] (LCMS-8050RX)

离子化: ESI (负)
DL 温度: 150°C
加热模块温度: 100°C
接口温度: 130°C
雾化气流量: 3 L/min
加热气流量: 5 L/min
干燥气流量: 15 L/min

*P/N: 227-30040-05



图 1 LCMS™-8050RX 三重四极杆质谱仪与 CoreSpray 技术

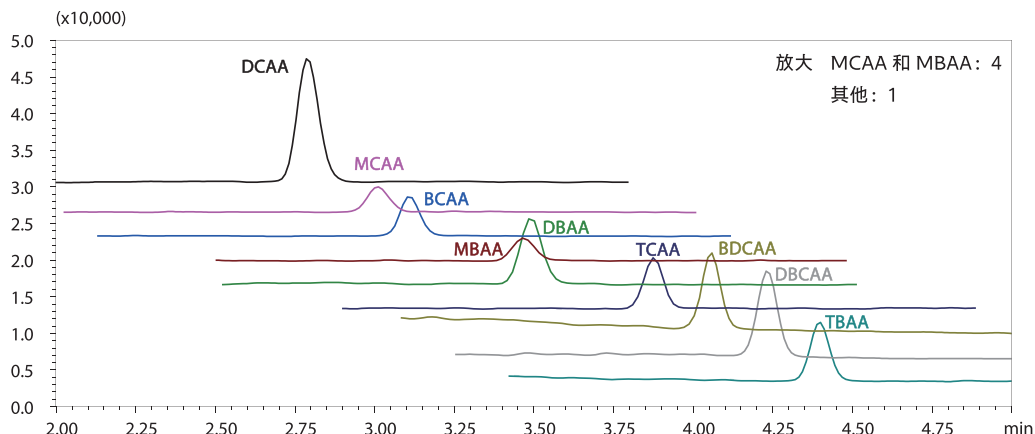


图 2 九种卤乙酸的 MRM 色谱图（浓度均为 2 µg/L）

表 2 各化合物的 MRM 通道

化合物	采集模式	MRM 通道	化合物	采集模式	MRM 通道
MCAA	(-)	93.00 > 34.90	DBAA	(-)	262.80 > 172.80
DCAA	(-)	127.00 > 83.00	BDCAA	(-)	252.80 > 162.90
TCAA	(-)	161.00 > 116.90	DBCAA	(-)	296.80 > 206.80
MBAA	(-)	182.90 > 78.90	TBAA	(-)	340.70 > 250.80
BCAA	(-)	218.90 > 128.90			

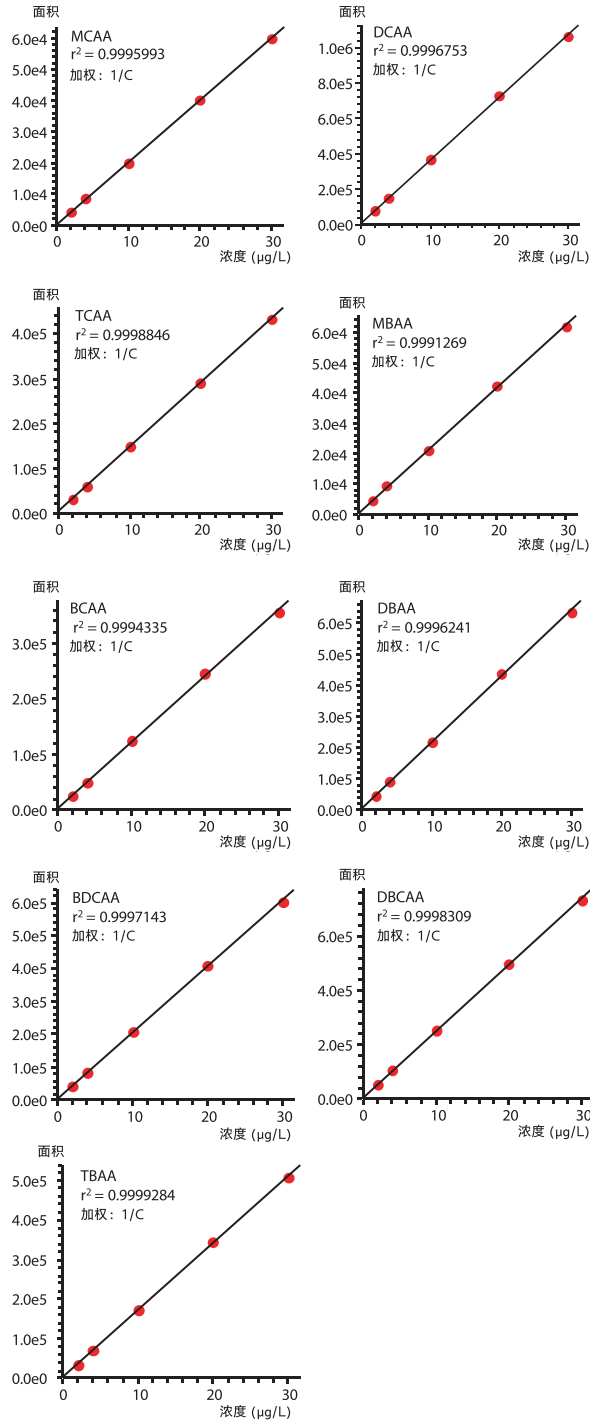


图 3 各化合物的校准曲线

表 3 标准样品可重复性结果 (2 µg/L, n=5)

化合物	平均准确度 (%)	可重复性 (浓度 % RSD)	化合物	平均准确度 (%)	可重复性 (浓度 % RSD)
MCAA	101.6	3.8	DBAA	94.8	3.8
DCAA	103.3	3.7	BDCAA	99.6	3.7
TCAA	93.3	3.8	DBCAA	99.0	4.3
MBAA	84.4	5.2	TBAA	97.6	2.4
BCAA	101.0	4.3			

■ 使用自来水进行验证检测

通过向自来水中加入脱氯剂抗坏血酸钠来制备空白溶液。向空白溶液中加入卤代乙酸标准混合物溶液，达到 2 µg/L 的浓度，然后测量每种酸。

所有九种酸都可重复性均良好，为 10% 或更低 (浓度 %RSD)，且回收率良好，为 80% 至 120% (表 4)。

表 4 自来水加标和回收试验结果 (n=5)

化合物	可重复性 (浓度 % RSD)	回收率 (%)	化合物	可重复性 (浓度 % RSD)	回收率 (%)
MCAA	7.8	100.0	DBAA	3.2	97.2
DCAA	1.6	109.6	BDCAA	3.3	99.3
TCAA	2.9	88.5	DBCAA	2.9	96.6
MBAA	8.4	99.7	TBAA	3.7	98.5
BCAA	4.3	111.5			

■ 结论

使用 LCMS-8050RX 系统，在 15 分钟内同时分析了水质检测标准和监测中指定的九种卤代乙酸。

结果表明，该系统具有足够的灵敏度，能够分析浓度为 2 µg/L 的所有卤代乙酸，并且在 2 至 30 µg/L 的浓度范围内具有良好的校准曲线线性。此外，自来水样品 (n = 5) 的加标回收试验提供了良好的结果，可重复性 (浓度 %RSD) 为 10% 或以下，回收率在 80% 至 120% 范围内。这证实了使用 LCMS-8050RX 系统进行分析可获得良好的准确性和可重复性。

参考文献

- 关于水质标准的省法令 (厚生劳动省 2003 年 5 月 30 日第 101 号法令和厚生劳动省 2015 年 3 月 2 日经修订的第 29 号法令)。
- 欧洲议会和理事会关于人类饮用水质量的指令 (EU) 2020/2184 (2020 年 12 月 16 日)

岛津应用云



LCMS、Nexera 和 Shim-pack 是岛津制作所或其附属公司在日本和 / 或其他国家的商标。



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: 2024 年 9 月