

基于水质标准使用三重四极杆质谱法分析阴离子表面活性剂

01-00735-cn

Saho Yoshioka 和 Kazuhiro Kawakami

特点描述

- ◆ 9分钟内完成日本《饮用水水质标准》(DWQS)中规定的阴离子表面活性剂分析。
- ◆ 可检测到浓度低至《饮用水水质标准》标准值(0.2 mg/L) 2% 及以下的阴离子表面活性剂化合物。
- ◆ 对自来水中阴离子表面活性剂的分析具有良好的重复性和回收率,符合日本厚生劳动省《饮用水水质检测方法验证指南》的要求。

■ 引言

阴离子表面活性剂是一类在水溶液中能够解离离子的物质,其阴离子部分表现出表面活性。在阴离子表面活性剂中,碳原子数为10至14(C10-C14)的直链烷基苯磺酸盐(LAS)被列入日本厚生劳动省(MHLW)关于饮用水水质标准的部颁法令¹⁾中,该法令对5种成分化合物规定的标准值为 ≤ 0.2 mg/L。

2023年4月《饮用水水质标准》修订后,LC-MS法被新增到LAS检测方法列表中。随后,在第01-00519-JP号应用报告中发表了一项使用三重四极杆质谱仪分析LAS(C10-C14)的研究。在本研究中,使用LCMS-8050RX对阴离子表面活性剂进行了分析。该方法成功检测到了浓度低至《饮用水水质标准》中阴离子表面活性剂标准值(0.2 mg/L) 2% 及以下的化合物,符合日本厚生劳动省关于饮用水水质标准的部颁法令中规定的方法要求。



图1 LCMS-8050RX 和 CoreSpray

■ 样品制备

校准曲线溶液采用等份的水和乙腈进行制备。自来水样品采用等份的自来水和乙腈进行制备。内标的制备方法是向每个样品中加入¹³C标记的LAS(C12-LAS-¹³C),使其最终浓度为5 μ g/L。

■ 分析条件和色谱图

分析条件和MRM条件分别见表1和表2。在本研究中,使用LCMS-8050RX(图1)进行分析。LCMS-8050RX配备了新的CoreSpray技术,与以往的系统相比,该技术能使雾化气的流速更加稳定一致。在连续分析中,LCMS-8050RX能够实现更长时间且更稳定的测定。

使用LC-MS/MS对含有2 μ g/L LAS(C10-C14)(相当于测试水样浓度4 μ g/L)和5 μ g/L内标(C12-LAS-¹³C)的标准混合样品进行了分析。

结果表明,能在标准值(0.2 mg/L) 2% 及以下的浓度水平检测到所有5种阴离子表面活性剂化合物(图2)。

表1 LC-MS/MS 分析条件

[HPLC 条件] (Nexera™ X3)	
色谱柱:	Shim-pack™ GIS-HP C8-L ¹ (150 mm×2.1 mm I.D., 3 μ m)
流动相:	A) 0.1% 甲酸水溶液 B) 乙腈 A/B = 35/65 (0-9 min)
流速:	0.2 mL/min
柱温:	40°C
进样量:	1 μ L
[MS 条件] (LCMS-8050RX)	
离子化:	ESI
接口电压:	-3 kV
雾化气流量:	2 L/min
干燥气流量:	15 L/min
加热气流量:	5 L/min
接口温度:	200°C
DL 温度:	200°C
加热模块温度:	400°C
喷嘴位置:	+2 mm

*1 P/N: 227-30956-04

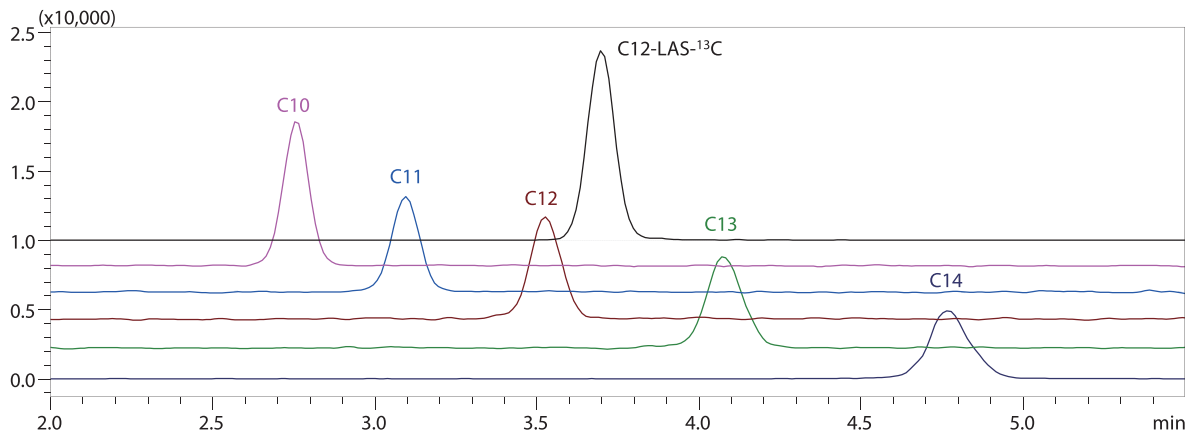


图2 各化合物的质量色谱图(2 μ g/L 相当于测试水样浓度4 μ g/L)

表 2 各化合物的 MRM 通道

化合物	采集模式	MRM 通道
C10-LAS	(-)	297 > 183
C11-LAS	(-)	311 > 183
C12-LAS	(-)	325 > 183
C13-LAS	(-)	339 > 183
C14-LAS	(-)	353 > 183
C12-LAS- ¹³ C	(-)	331 > 176

■ 化合物校准曲线

在图 3 中, 使用内标法 (n = 3) 针对每种化合物在 2 µg/L 至 100 µg/L 浓度范围 (6 个校准点) 内绘制了校准曲线。

5 种化合物的校准曲线的相关系数 (r^2) 均 > 0.998, 这表明在各自的校准范围内线性良好。

在校准曲线的最低点 (2 µg/L), 对于每种化合物都获得了良好的结果, 满足平均浓度精密度的 90%-110% 之间且批内精密度值 (浓度 %RSD) < 10 的要求 (表 3)。

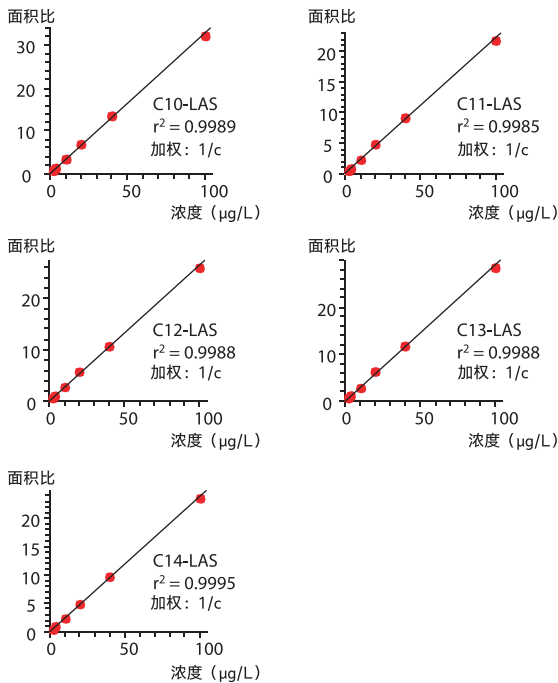


图 3 化合物校准曲线

表 3 标准样品重复分析结果 (2 µg/L, n = 3)

化合物	平均准确度 (%)	批内精密度 (浓度 %RSD)
C10-LAS	94.9	2.9
C11-LAS	94.1	1.5
C12-LAS	94.4	0.4
C13-LAS	96.6	5.9
C14-LAS	96.8	4.2

■ 自来水加标回收实验

使用日本神奈川县的自来水样品进行了加标回收实验。加标的自来水样品中, 每种 LAS 化合物的浓度分别为 2 µg/L 和 10 µg/L, 这分别相当于测试水样浓度为 4 µg/L 和 20 µg/L。

在每种目标化合物《饮用水水质标准》标准值的 10% 浓度水平下 (10 µg/L 相当于测试水样浓度 20 µg/L), 获得了良好的结果, 所有化合物的回收率达到 100%-102%, 且批内精密度值 (浓度 %RSD) < 3 (表 4)。

此外, 在每种目标化合物《饮用水水质标准》标准值的 2% 浓度水平下 (2 µg/L 相当于测试水样浓度 4 µg/L), 也获得了符合上述《饮用水水质检测方法验证指南》的良好结果 (表 5)。

表 4 自来水加标回收实验结果 (n = 5)
(10 µg/L 相当于测试水样浓度 20 µg/L)

化合物	回收率 (%)	批内精密度 (浓度 %RSD)
C10-LAS	101.5	0.5
C11-LAS	100.1	1.6
C12-LAS	101.9	2.1
C13-LAS	100.6	2.1
C14-LAS	100.9	1.9

表 5 自来水加标回收实验结果 (n = 5)
(2 µg/L 相当于测试水样浓度 4 µg/L)

化合物	回收率 (%)	批内精密度 (浓度 %RSD)
C10-LAS	91.3	3.1
C11-LAS	87.9	2.2
C12-LAS	92.3	1.6
C13-LAS	91.4	3.4
C14-LAS	100.2	1.2

■ 结论

在本研究中, 使用 LCMS-8050RX, 按照日本厚生劳动省关于饮用水水质标准的部颁法令中规定的方法进行分析, 在《饮用水水质标准》标准值 (0.2 mg/L) 2% 及以下的浓度水平下获得了良好的灵敏度。

在相当于测试水样浓度 20 µg/L 和 4 µg/L 的水平下, 对自来水样品进行的加标回收实验取得了良好的回收率和重复性。这表明, LC-MS 法可用于精确分析自来水样品中的阴离子表面活性剂化合物, 且符合日本厚生劳动省《饮用水水质检测方法验证指南》的要求, LCMS-8050RX 能够对所有样品进行可靠的分析。

参考文献

- 1) 日本厚生劳动省关于饮用水水质标准的部颁法令中规定的方法 (厚生劳动省 2003 年第 261 号公告)

岛津应用云



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



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 5 月