



饮用水分析应用文集

华谱科仪（北京）科技有限公司

目 录

1 生活饮用水检验：无机非金属指标

1.1 生活饮用水中 10 种阴离子的检测（IC）	1
1.2 生活饮用水中高氯酸盐的检测（IC）	4
1.3 生活饮用水中高氯酸盐的检测（LC-MS/MS）	7

2 生活饮用水检验：农药指标

2.1 生活饮用水中的草甘膦的检测（IC）	10
2.2 生活饮用水中五种拟除虫菊酯类农药的检测（HPLC+UV）	12
2.3 生活饮用水中灭草松、2,4-滴、呋喃丹、甲萘威、莠去津和五氯酚的检测（LC-MS/MS）	15
2.4 生活饮用水中氯硝柳胺的检测（HPLC+UV）	18
2.5 生活饮用水中甲萘威的检测（HPLC+UV）	21
2.6 生活饮用水中莠去津的检测（HPLC+UV）	23

3 生活饮用水检验：消毒副产物指标

3.1 生活饮用水中 5 种卤代乙酸的检测（IC）	26
3.2 生活饮用水中 10 种阴离子的检测（IC）	29

4 生活饮用水检验：有机物指标

4.1 生活饮用水中苯并[a]芘的检测（HPLC+FL）	32
4.2 生活饮用水中多环芳烃的检测（HPLC+FL）	35
4.3 生活饮用水中丙烯酸的检测（HPLC+UV）	39
4.4 生活饮用水中双酚 A 的检测（HPLC+FL）	42
4.5 生活饮用水中 β -萘酚的检测（HPLC+FL）	45
4.6 生活饮用水中微囊藻毒素含量的检测（LC-MS/MS）	48
4.7 生活饮用水中微囊藻毒素含量的检测（HPLC+UV）	51
4.8 生活饮用水中微囊藻毒素含量的检测（Online SPE+LC-MS/MS）	54

产品目录 product catalog

华谱科仪(北京)科技有限公司,简称华谱科仪,是一家提供色谱领域“产品+技术服务”整体解决方案的高新技术企业。华谱科仪发展至今已经成功推出自有品牌的高效液相色谱仪、超高效液相色谱仪、多功能液相色谱仪、三重四极杆液质联用仪及其消耗品类产品。

高效液相色谱仪系列



S3000 HPLC

- 1、“泵头合流”的泵系统设计,保障整个系统的稳定可靠;
- 2、FTN进样方式配置冲浪式清洗,使整个系统残留更低;
- 3、帕尔贴温控柱温箱,标配流动相预热功能,保障数据结果的重复稳定
- 4、多种检测器可选



离子/液相多功能色谱仪

在常规高效液相色谱仪基础上增加离子色谱功能部件,可以拓展为多功能液相色谱仪,使高效液相色谱仪具备分析离子型化合物的功能



S6000 HPLC

通过改善硬件设计,使整体系统性能进一步提升;基于性能的优势,通过增加功能阀可以实现多种色谱分离分析功能,应用范围更广泛



多维液相色谱仪

在常规高效液相色谱仪基础上通过增加功能阀可以拓展为多维液相色谱仪,比如二维、三维等,实现在线分离分析和自动前处理的功能,比如维生素ADE的多维分离分析等

超高效液相色谱仪系列



S6000Plus

华谱科仪超高效液相色谱仪,在提高耐压能力的同时,设计并优化整个系统配置,使之成为小粒径色谱柱性能优势发挥的可靠仪器平台,目前提供耐压60Mpa的S6000Plus 超高效液相色谱仪

三重四极杆质谱仪



HPMS-TQ三重四极杆质谱仪

与全球质谱技术研发的开拓者SCIEX战略合作的质谱产品,旨在提供更稳定的实验室数据平台,无论是新方法开发还是常规样品检测,都可提供理想的质谱检测结果



Chromloong是华谱科仪完全自主研发并拥有完全自主知识产权的一款国产色谱信息管理系统。Chromloong既吻合用户对数据合规性的需求,又强调了对软件功能和操作便捷性上的设计。

助力数据合规

双数据库管理
网络版分布式部署
完善的数据备份还原机制
细致的权限分配设计
严谨的审计追踪设计
内置合规性验证文件

操作便捷

数据库管理、数据调取快捷
轻量级客户端、运行速度快
网络化部署,数据处理更方便
界面直观、操作简便

功能全面

健全的积分事件
数据批处理功能
数据对比方便
报告模板灵活可编辑
具备设备管理能力

可实现定制化

方法库
知识库
智能诊断
一键式检测
云端部署

色谱柱及前处理耗材

Alphasil系列色谱柱



以超纯球形硅胶为基质,在选择性、稳定性、通用性等色谱性能方面均表现卓越。目前可提供C18、亲水C18、氨基、酰胺、苯基等多种类型

Starcore系列核壳色谱柱



以核-壳结构硅胶为基质,颗粒尺寸不变的情况下实现更高的柱效,可为难分离样品提供更好的分离度

SelectPrep系列前处理耗材



立足实际需求、结合实验测试结果,推出一系列样品前处理耗材,用于低含量目标化合物如农残、兽残等的净化、浓缩、富集等

技术服务

- 应用服务中心 ● 兼具标准SOP方案开发和定制化方法开发、驻场支持能力,有效解决应用难点和痛点;
- 售后服务中心 ● 获得“五星级售后服务认证”,可提供仪器维修维保、3Q认证、CSV认证等服务;
- 培训服务中心 ● 开设液相色谱及质谱理论及定制化内容培训班

1 生活饮用水检验：无机非金属指标

1.1 生活饮用水中 10 种阴离子的检测（IC）

适合无机非金属指标检测：硫酸盐、氯化物、氟化物、硝酸盐（以 N 计）

色谱条件

仪 器：S6000 多功能色谱仪

色 谱 柱：IonPac AS23, 4 × 250 mm

保 护 柱：IonPac AG23, 4 × 50 mm

流 动 相：碳酸根系统淋洗液

流 速：1 mL/min

进 样 量：25 μ L

柱 温：30 $^{\circ}$ C

重复性结果

以混标样品连续进 6 针考察方法重复性，具体结果见图 1，各离子的保留时间和峰面积的 RSD 结果见表 1，结果表明该方法系统重复性良好。

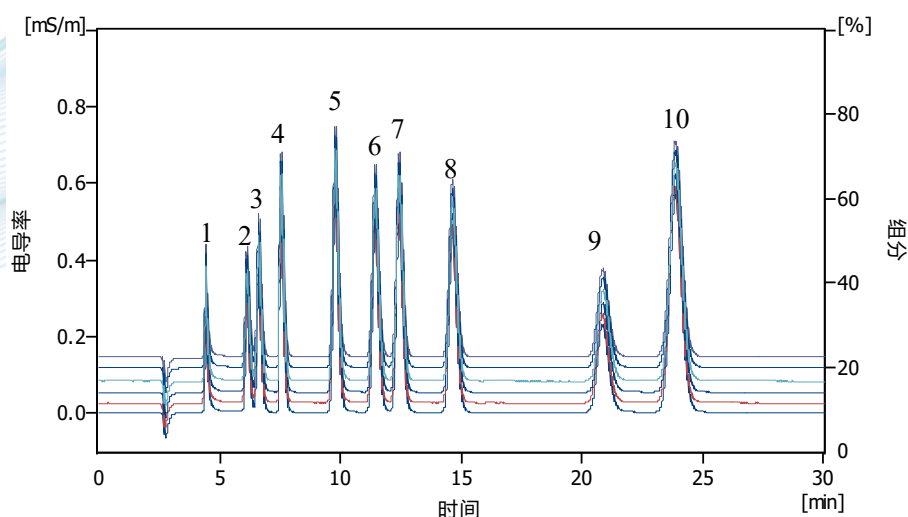


图 1 10 种无机阴离子重复性测定结果

(1: F^- ; 2: ClO_2^- ; 3: BrO_3^- ; 4: Cl^- ; 5: NO_2^- ; 6: ClO_3^- ; 7: Br^- ; 8: NO_3^- ; 9: PO_4^{3-} ; 10: SO_4^{2-})

表 1 10 种无机阴离子重复性结果表

离子名称	保留时间 RSD (%)	峰面积 RSD (%)
F ⁻	0.18	0.77
ClO ₂ ⁻	0.14	0.47
BrO ₃ ⁻	0.13	0.67
Cl ⁻	0.11	0.53
NO ₂ ⁻	0.10	0.57
ClO ₃ ⁻	0.08	0.49
Br ⁻	0.07	0.53
NO ₃ ⁻	0.07	0.50
PO ₄ ³⁻	0.09	2.17
SO ₄ ²⁻	0.04	0.63

线性、检出限、定量限结果

10 种阴离子的标准曲线相关系数 R^2 均大于 0.999，符合要求。以色谱峰峰高信噪比 $S/N \geq 3$ 为方法检测限（LOD）， $S/N \geq 10$ 为方法定量限（LOQ），结果均满足国标要求。

样品检测结果

采集某水样进行测试，进样量为 25 μL ，10 种阴离子的含量如表 2。

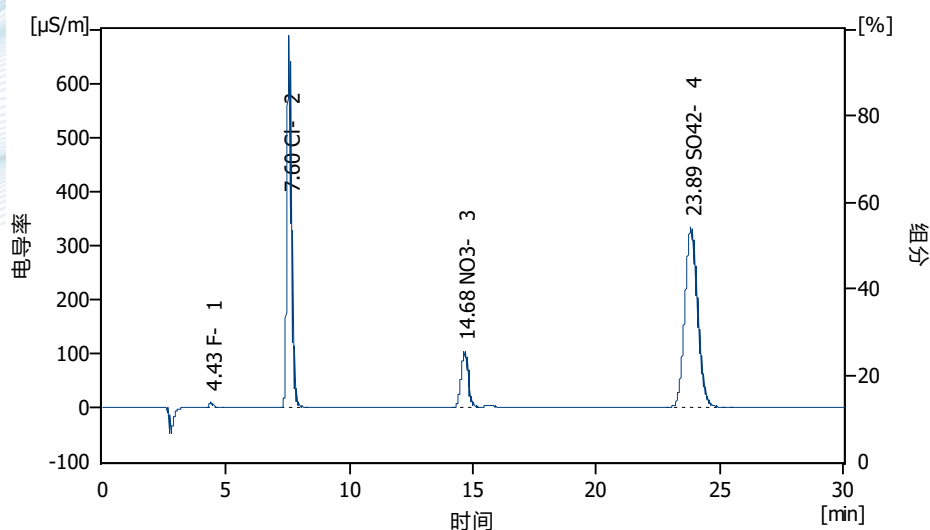


图 2 实际样品测试结果色谱图

表 2 实际样品中 10 种阴离子含量

阴离子	含量 (mg/L)
F^{-}	0.285
ClO_2^{-}	-
BrO_3^{-}	-
Cl^{-}	7.873
NO_2^{-}	-
ClO_3^{-}	-
Br^{-}	-
NO_3^{-}	4.303
PO_4^{3-}	-
SO_4^{2-}	16.629

结论

本方法利用离子色谱在不使用淋洗液发生器的前提下,使用碳酸根体系检测水质中的 10 种阴离子,本方法可以实现 10 种阴离子的良好分离。方法定量限满足国标要求,方法重现性良好,线性相关系数均大于 0.999,该测定方法快速、灵敏度、准确度高,可满足一针进样,同时检测多种阴离子的需求。

1.2 生活饮用水中高氯酸盐的检测（IC）

适合无机非金属指标检测：高氯酸盐

色谱条件

仪 器：S6000 多功能色谱仪

色 谱 柱：IonPac AS20-HC, 4×250 mm

保 护 柱：IonPac AG20-HC, 4×50 mm

流 动 相：氢氧根系统淋洗液

柱 温：30 °C

流 速：1.0 mL/min

进 样 量：100 μ L

重复性结果

以高氯酸盐对照品为样品，连续进样 6 针考察系统的稳定性，RSD 符合国标要求，表明系统稳定性良好。

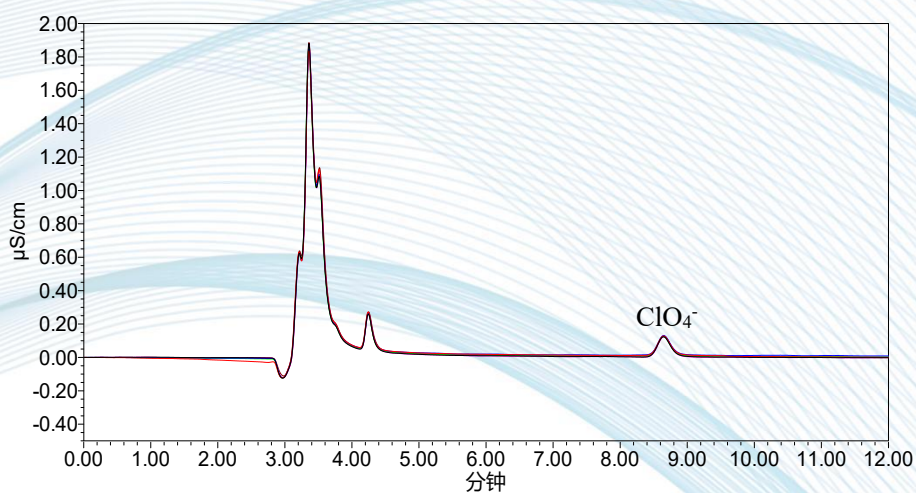


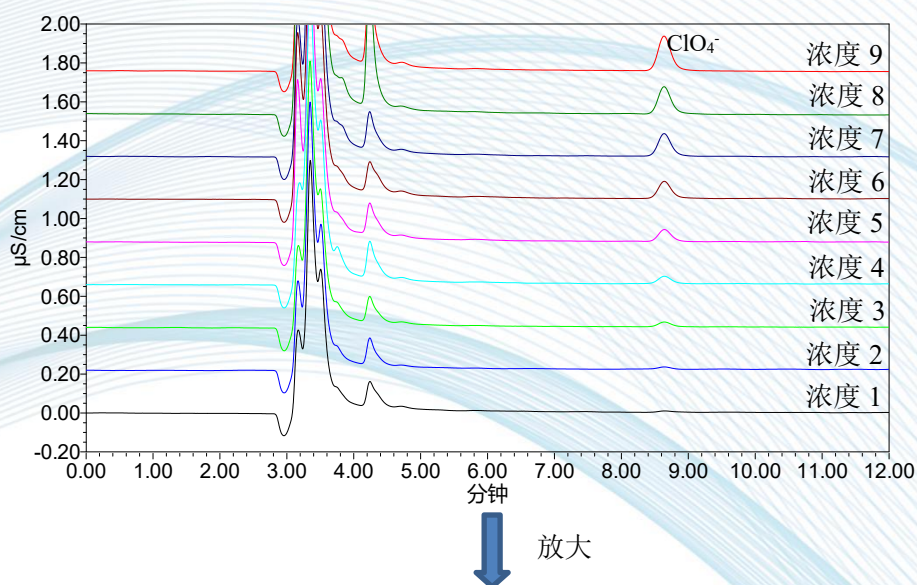
图 1 高氯酸盐对照品重复性测定结果

表 1 高氯酸盐对照品重复性测定数据表

序列	保留时间 (min)	峰面积 ()
1	8.651	1705610
2	8.649	1707337
3	8.646	1717459
4	8.645	1700801
5	8.65	1700627
6	8.648	1703022
RSD (%)	0.03	0.37

线性、检测限、定量限结果

实验针对高氯酸盐进行了线性、检测限及定量限的考察。取高氯酸盐标准使用液稀释制成不同浓度的标准溶液，以待测物峰面积为纵坐标，待测物浓度为横坐标绘制标准曲线，高氯酸盐在 0.005~0.140 mg/L 范围内线性良好，相关系数 R^2 为 0.9996。以色谱峰峰高信噪比 $S/N \geq 3$ 为方法检测限 (LOD)， $S/N \geq 10$ 为方法定量限 (LOQ)，检测结果远低于国标限度要求。



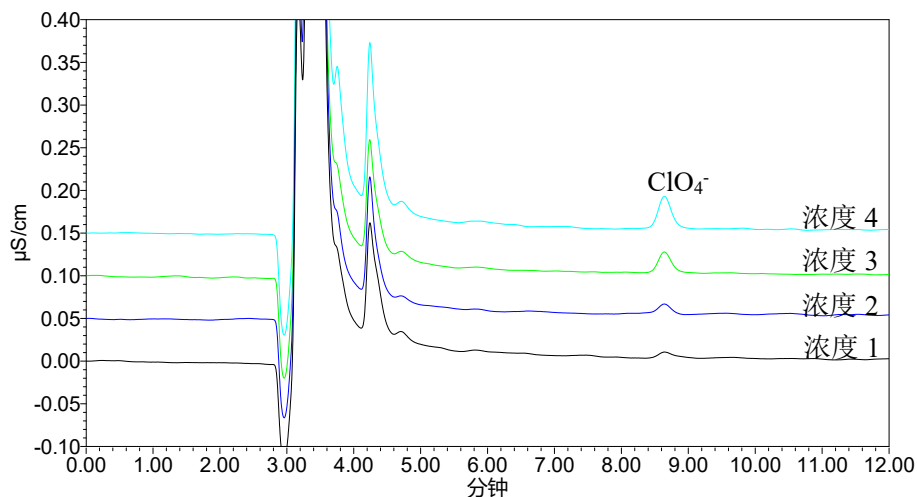


图 2 不同浓度高氯酸盐标品结果色谱图

样品检测结果

图 3 为自来水实际样品及高氯酸盐对照品结果色谱图，由图可知，空白溶剂及实际样品中均无杂质干扰高氯酸盐出峰，实际样品中高氯酸盐未检出。

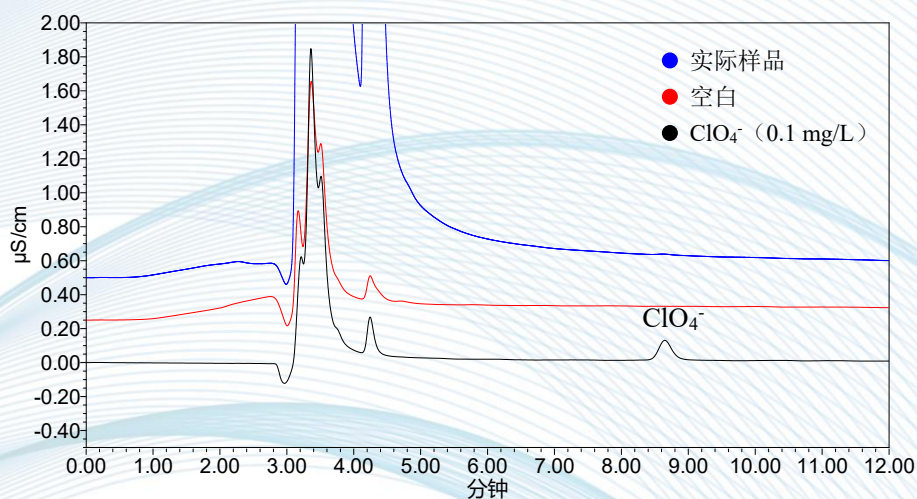


图 3 自来水样品及高氯酸盐标品结果色谱图

结论

从实验结果可知，使用华谱科仪 S6000 多功能色谱仪搭配氢氧化钾淋洗液体系，可以实现生活饮用水中高氯酸盐的良好检测。样品无杂质干扰，线性符合国标要求，高氯酸盐检测限和定量限优于国标要求，因此本项目应用方案满足生活饮用水中高氯酸盐的检测要求。

1.3 生活饮用水中高氯酸盐的检测（LC-MS/MS）

适合无机非金属指标检测：高氯酸盐

色谱条件

仪 器：HPMS-TQ 高效液相色谱串联质谱仪

液相条件		质谱条件	
色谱柱	Alphasil VC-C18, 2.1 × 100 mm, 2.5 μm, 100 Å	离子源	ESI-
流动相	A: 0.1%甲酸-水; B: 甲醇	扫描模式	MRM
柱温	40 °C	气帘气压力 (CUR)	20 psi
流速	0.2 mL/min	离子化电压 (IS)	-4500 V (负模式)
进样量	10 μL	喷雾气 (GS1)	50 psi
梯度 条件	二元等度洗脱	辅助加热气 (GS2)	50 psi
		离子源温度 (TEM)	550 °C
		碰撞气 (CAD)	9 psi

MRM 参数:

组分	母离子/ (m/z)	子离子/ (m/z)	去簇电压(DP)/V	碰撞电压(CE)/V
高氯酸盐	98.9*	82.9*	-52	-31
(ClO ₄ ⁻)	100.9	84.9	-48	-34

*为定量离子

典型谱图

优化质谱条件进行生活饮用水中的高氯酸盐测试，检测 0.010 mg/L 标品结果如图 1 所示，出峰时间为 1.3 min。

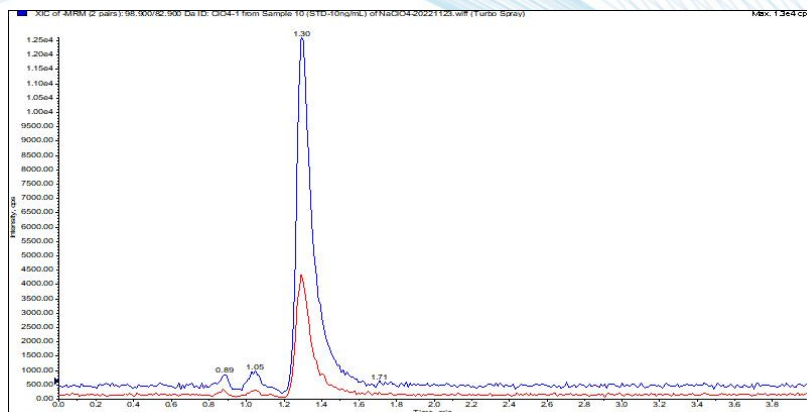


图 1 0.010 mg/L 高氯酸盐标品检测色谱图

重复性结果

选用 0.010 mg/L 高氯酸盐标品连续进样 6 针，考察系统稳定性，RSD 符合国标要求，系统稳定性良好。

表 1 重复 6 针高氯酸盐对照品重复性结果

序列	保留时间 (min)	峰面积
1	1.295	1.45 e ⁵
2	1.290	1.44 e ⁵
3	1.258	1.43 e ⁵
4	1.291	1.44 e ⁵
5	1.297	1.42 e ⁵
6	1.296	1.42 e ⁵
RSD (%)	1.15	0.84

线性、检测限、定量限结果

针对高氯酸盐进行线性、检测限及定量限的考察，取高氯酸盐标准使用液稀释制成 0.002 mg/L、0.005 mg/L、0.010 mg/L、0.020 mg/L、0.050 mg/L、0.100 mg/L 和 0.200 mg/L 不同浓度的标准溶液，以待测物峰面积为纵坐标，待测物浓度为横坐标绘制标准曲线，高氯酸盐在 0.002~0.200 mg/L 范围内线性良好，相关系数 R^2 为 0.9965，标准曲线如图 2 所示。以色谱峰峰高信噪比 $S/N \geq 3$ 为方法检测限 (LOD)， $S/N \geq 10$ 为方法定量限 (LOQ)，高氯酸盐检测限和定量限均优于国标要求。

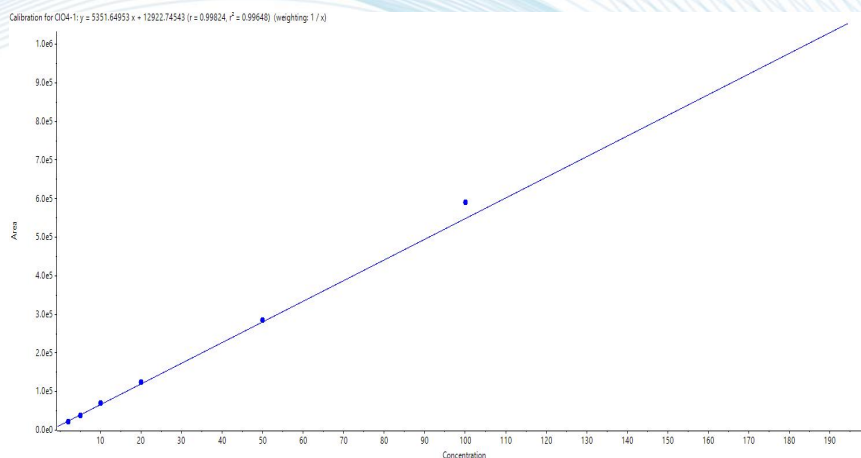


图 2 高氯酸盐标准曲线图

结论

从实验结果可知，使用华谱科仪 HPMS-TQ 高效液相色谱串联质谱仪对水质中高氯酸盐进行检测，样品无杂质干扰，线性符合国标要求，高氯酸盐检测限和定量限优于国标要求，因此本项目应用方案满足生活饮用水中高氯酸盐的检测要求。

2 生活饮用水检验：农药指标

2.1 生活饮用水中的草甘膦的检测（IC）

适合农药指标检测：草甘膦

色谱条件

仪 器：S6000 多功能色谱仪

色 谱 柱：IonPac AS11-HC, 4 × 250 mm

保 护 柱：IonPac AG11-HC, 4 × 50 mm

流 动 相：氢氧根系统淋洗液

流 速：1 mL/min

进 样 量：50 μL

柱 温：30 °C

重复性结果

分别选取草甘膦标准品低、中、高三个浓度，进行 6 针重复性测定，结果如表 1 所示，RSD 满足国标要求。

表 1 草甘膦标准品重复性数据表

草甘膦浓度 (μg/mL)	-	1	2	3	4	5	6	RSD (%)
0.3	保留时间	15.483	15.49	15.517	15.493	15.503	15.48	0.09
	峰面积	0.144	0.145	0.148	0.148	0.142	0.143	1.74
0.9	保留时间	15.50	15.497	15.493	15.51	15.487	15.50	0.05
	峰面积	0.427	0.432	0.424	0.423	0.425	0.427	0.83
1.5	保留时间	15.493	15.513	15.49	15.51	15.52	15.493	0.09
	峰面积	0.732	0.734	0.726	0.723	0.728	0.732	0.58

待测物分离度测定

混合标准使用液为 2 μg/mL F⁻、5 μg/mL Cl⁻、10 μg/mL SO₄²⁻、10 μg/mL NO₃⁻、10 μg/mL 草甘膦的混合液，图 1 为混合标准使用液色谱图，表 2 为各待测物的

分离情况，结果显示各组分之间分离度均大于 2，满足国标要求。

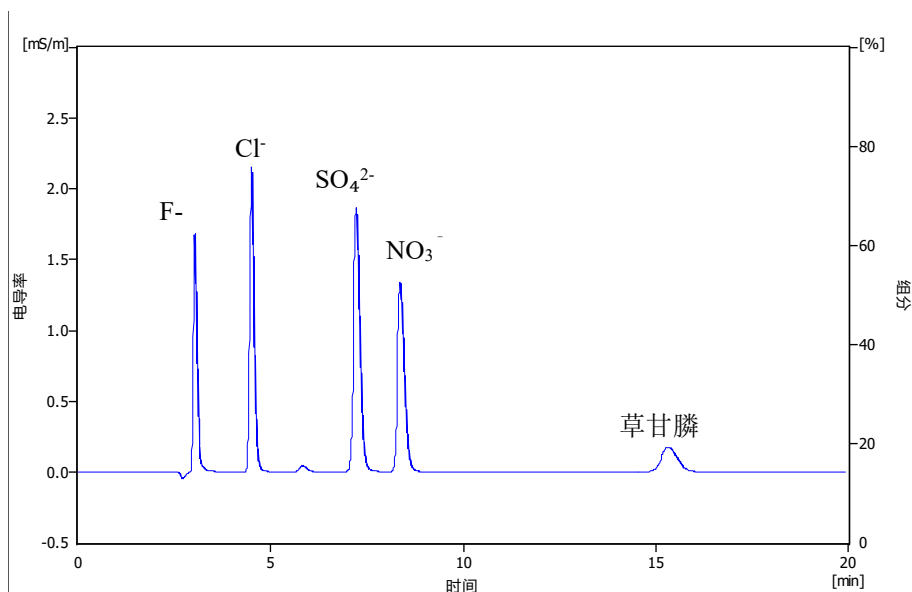


图 1 混合标准使用液色谱图

表 2 混合标准使用液结果表

序号	名称	保留时间 (min)	USP 分离度
1	F ⁻	3.03	-
2	Cl ⁻	4.52	7.99
3	SO ₄ ²⁻	7.25	10.38
4	NO ₃ ⁻	8.39	3.40
5	草甘膦	15.35	12.37

线性、定量限、检测限结果

实验针对草甘膦进行了线性、检测限、定量限的考察。取浓度分别为 0.3 μg/mL、0.6 μg/mL、0.9 μg/mL、1.2 μg/mL、1.5 μg/mL、2 μg/mL 的草甘膦标准品测定线性，结果显示 0.3~2 μg/mL 范围内线性良好，R² 为 0.999，方法检测限和定量限满足国标要求。

结论

本方案中草甘膦的分离度满足要求，该方法前处理简单，线性、定量限、检出限结果良好，分析效率高，可以满足生活饮用水中草甘膦的含量检测。

2.2 生活饮用水中五种拟除虫菊酯类农药的检测（HPLC+UV）

适合农药指标检测：甲氰菊酯、氯氟氰菊酯、溴氰菊酯、氰戊菊酯和氯菊酯

色谱条件

仪 器：S6000 高效液相色谱仪

色 谱 柱：Alphasil VC-C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm, 100 Å

流 动 相：A：乙腈；B：水

柱 温：25 °C

流 速：1.0 mL/min

进 样 量：100 μL

检测波长：205 nm

重复性结果

选取五种拟除虫菊酯对照品重复 6 针进样，考察系统稳定性，结果 RSD 符合国标要求，系统稳定性良好。

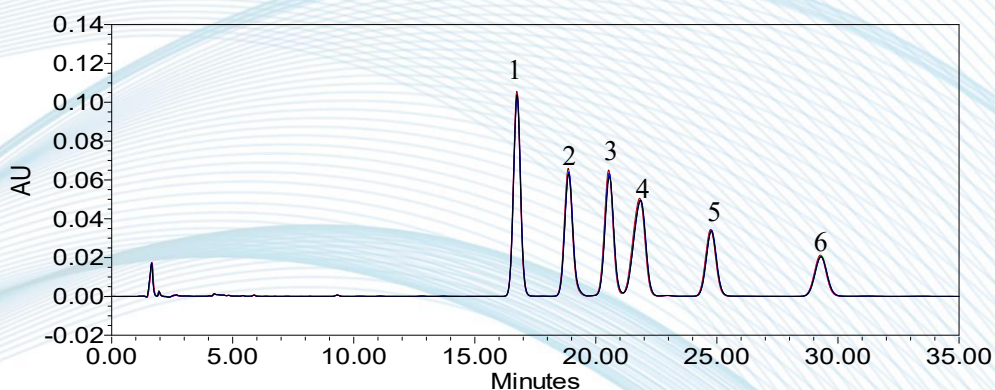


图 1 五种拟除虫菊酯对照品重复性结果

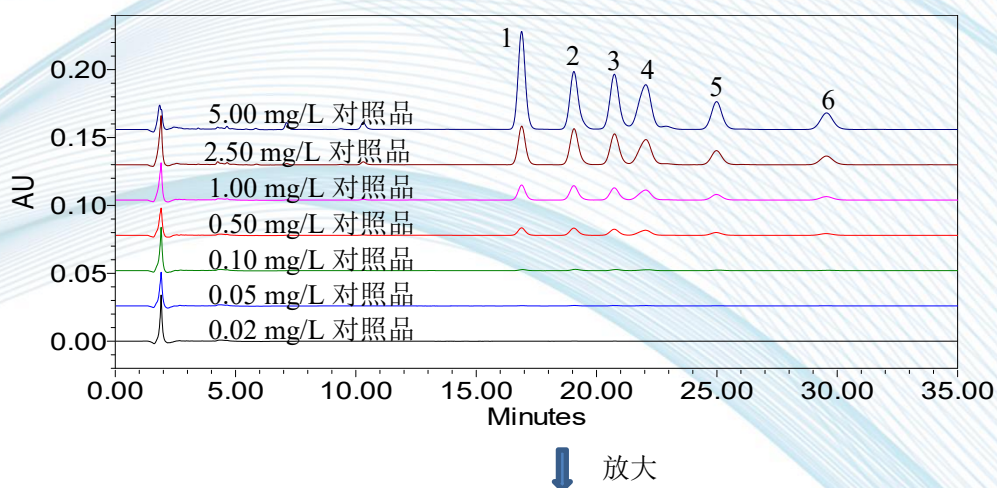
(1: 甲氰菊酯; 2: 氯氟氰菊酯; 3: 溴氰菊酯; 4: 氰戊菊酯; 5: 氯菊酯 (顺式); 6: 氯菊酯 (反式))

表 1 五种拟除虫菊酯对照品重复性数据表

名称	-	1	2	3	4	5	6	RSD(%)
甲氰菊酯	保留时间	16.741	16.736	16.752	16.747	16.751	16.743	0.04
	峰面积	2128629	2142743	2143527	2126686	2144616	2124083	0.45
氯氟氰菊酯	保留时间	18.871	18.860	18.882	18.880	18.887	18.873	0.05
	峰面积	1536428	1533851	1541063	1527105	1527214	1526171	0.40
溴氰菊酯	保留时间	20.544	20.530	20.552	20.553	20.555	20.563	0.06
	峰面积	1562148	1546689	1563029	1544634	1547235	1541050	0.61
氰戊菊酯	保留时间	21.830	21.810	21.831	21.841	21.854	21.844	0.07
	峰面积	1677393	1673841	1680987	1661551	1677014	1692806	0.60
氯菊酯（顺式）	保留时间	24.761	24.741	24.762	24.776	24.781	24.768	0.06
	峰面积	1020911	1013403	1022951	1013129	1012895	1010023	0.51
氯菊酯（反式）	保留时间	29.281	29.271	29.296	29.311	29.304	29.296	0.05
	峰面积	731253	730532	734585	727800	727479	727666	0.38

线性、检测限、定量限结果

实验针对五种拟除虫菊酯进行了线性、检测限及定量限的考察。五种拟除虫菊酯在 0.02~5.00 mg/L 范围内线性良好，相关系数 R^2 均大于 0.999。以色谱峰峰高信噪比 $S/N \geq 3$ 为方法检测限（LOD）， $S/N \geq 10$ 为方法定量限（LOQ），五种拟除虫菊酯检测限和定量限均符合国标要求。



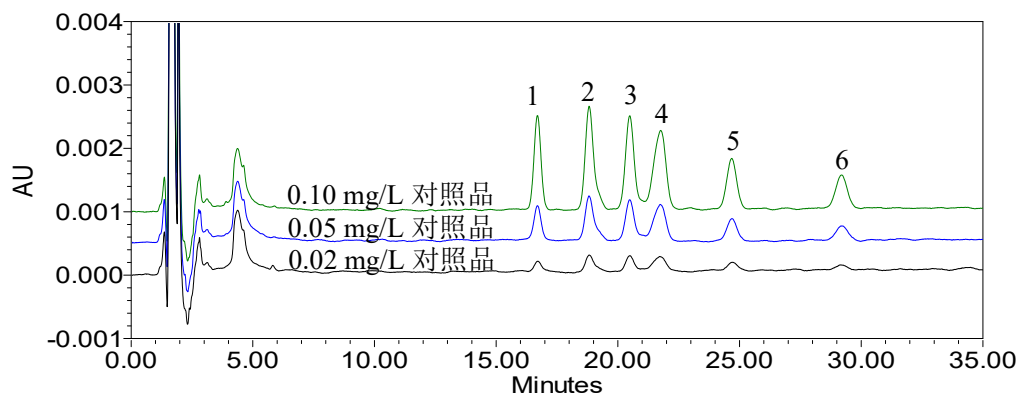


图2 不同浓度标品结果色谱图

(1: 甲氰菊酯; 2: 氯氟氰菊酯; 3: 溴氰菊酯; 4: 氰戊菊酯; 5: 氯菊酯 (顺式); 6: 氯菊酯 (反式))

样品检测结果

图3 为生活饮用水实际样品及五种拟除虫菊酯类农药对照品结果色谱图, 由图可知, 实际样品中无杂质干扰五种拟除虫菊酯类农药出峰, 实际样品中五种拟除虫菊酯类农药均未检出。

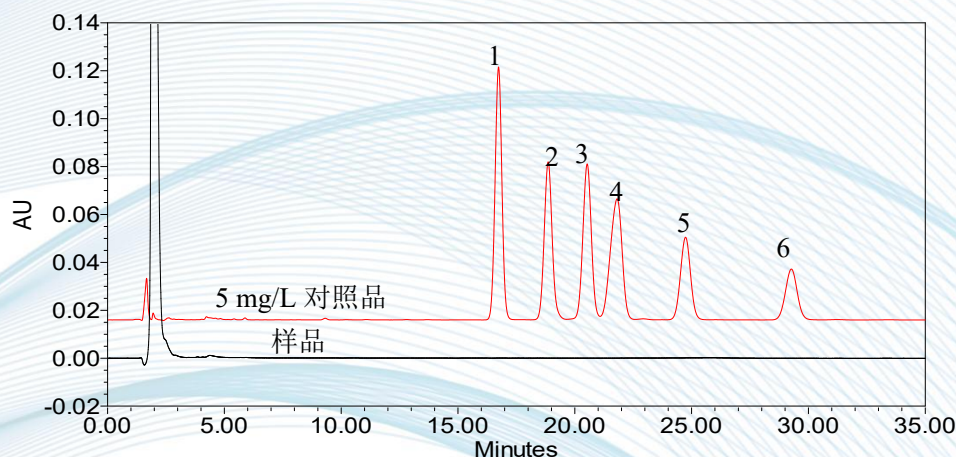


图3 自来水样品及五种拟除虫菊酯对照品结果色谱图

结论

从实验结果可知, 使用华谱科技 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil VC-C18 ($4.6 \times 250 \text{ mm}$, $5 \mu\text{m}$) 色谱柱, 可以实现生活饮用水中五种拟除虫菊酯的良好检测。样品无杂质干扰, 线性符合国标要求, 检测限和定量限满足国标要求, 因此本应用方案满足生活饮用水中五种拟除虫菊酯的检测要求。

2.3 生活饮用水中灭草松、2,4-滴、呋喃丹、甲萘威、莠去津和五氯酚的检测（LC-MS/MS）

适合农药指标检测：灭草松、2,4-滴、呋喃丹、甲萘威、莠去津和五氯酚

色谱条件

仪 器：HPMS-TQ 高效液相色谱串联质谱仪

液相条件		质谱条件	
色谱柱	Alphasil VC-C18, 2.1 × 100 mm, 2.5 μm, 100 Å	离子源	ESI+/ESI-
流动相	A: 甲醇; B: 5 mM 乙酸铵溶液	扫描模式	MRM
柱温	35 °C	气帘气压力 (CUR)	35 psi
流速	0.25 mL/min	离子化电压 (IS)	5500 V (正模式) -4500 V (负模式)
进样量	10 μL	喷雾气 (GS1)	50 psi
梯度 条件	二元梯度洗脱	辅助加热气 (GS2)	50 psi
		离子源温度 (TEM)	550 °C
		碰撞气 (CAD)	9 psi

MRM 参数:

化合物	电离方式	出峰时间 (min)	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	去簇电压 (DP)	碰撞能 (CE)
灭草松	ESI-	6.05	239.1	175.1	-80	-26
				196.8		-27
				132.1*		-33
2,4-滴		8.41	219.1	161.0*	-60	-21
				89.0		-48
呋喃丹		9.00	222.1	165.1*	106	17
				123.0		30
甲萘威	ESI+	9.41	202.2	145.1*	102	18
				127.1		44
莠去津		10.00	216.1	174.0*	106	24
				132.0		32
五氯酚	ESI-	10.62	265.0	265.0*	-100	-10
			267.0	267.0		
			263.0	263.0		
			269.0	269.0		

*为定量离子

典型谱图

优化质谱条件进行生活饮用水中的灭草松、2,4-滴、呋喃丹、甲萘威、莠去津和五氯酚测试。对自来水基质中加标 50 ng/mL 的 6 种混合标准品，采用液质联用仪进行测定，实验结果见图 1。

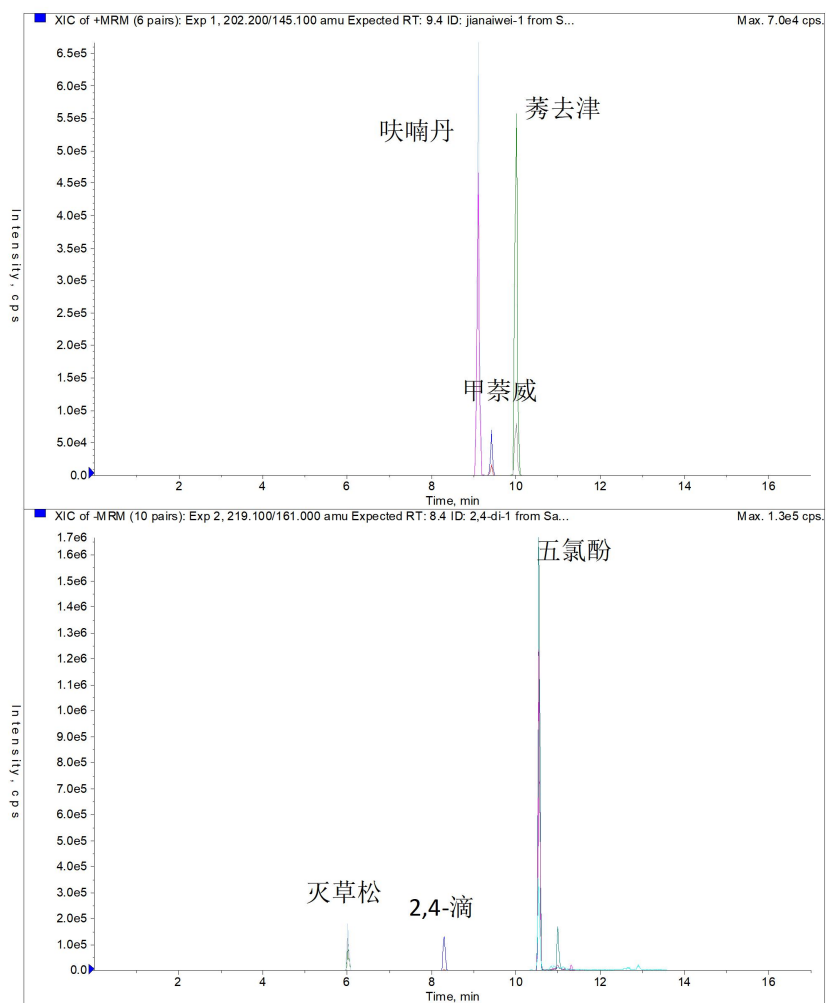


图 1 自来水基质中 6 种化合物的色谱图

重复性结果

在自来水基质中添加 50 ng/mL 6 种化合物混合标准品，进行 6 次重复性实验，由表 1 可知，重复性结果良好，本方法的准确度满足定量要求，方法精密度良好。

表 1 6 种化合物峰面积重复性检测结果

名称	峰面积						RSD (%)
	第 1 针	第 2 针	第 3 针	第 4 针	第 5 针	第 6 针	
灭草松	829700	872300	918500	866200	891300	855100	3.49
2,4-滴	594600	612600	648700	625100	625200	646600	3.28
呋喃丹	3174000	3262000	3174000	3228000	3198000	3145000	1.32
甲萘威	318300	327900	318700	328900	305600	297500	3.93
莠去津	2351000	2402000	2392000	2440000	2379000	2396000	1.22
五氯酚	7195000	6594000	7313000	6810000	6954000	6998000	3.72

线性、检测限、定量限结果

针对灭草松、2,4-滴、呋喃丹、甲萘威、莠去津、五氯酚进行线性、检测限、定量限的考察，具体结果见图 2。以待测物峰面积为纵坐标，待测物浓度为横坐标绘制标准曲线，6 种化合物在 0.5~50 $\mu\text{g/L}$ 范围内线性良好，相关系数 R^2 均大于 0.99。以色谱峰峰高信噪比 $S/N \geq 3$ 为方法检测限（LOD）， $S/N \geq 10$ 为方法定量限（LOQ），6 种化合物定量限远低于国标限度。

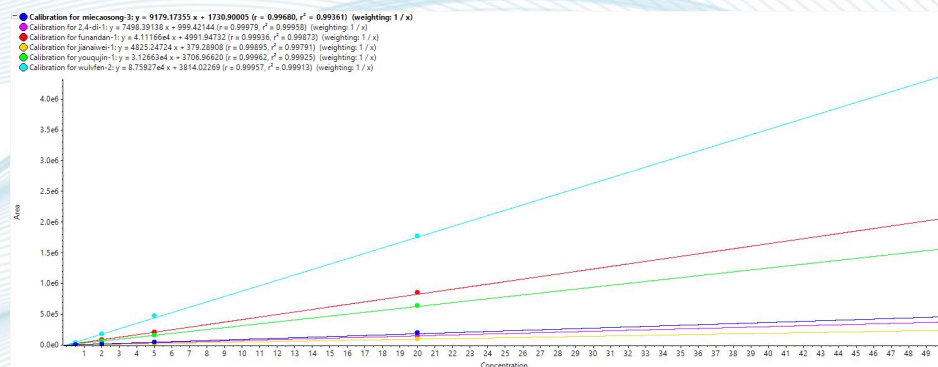


图 2 6 种化合物标准曲线图

结论

从实验结果可知，使用 HPMS-TQ 高效液相色谱串联质谱搭配 Alphasil VC-C18 ($2.1 \times 100 \text{ mm}$, $2.5 \mu\text{m}$, $100 \text{ \AA}$) 色谱柱，对生活饮用水中灭草松、2,4-滴、呋喃丹、甲萘威、莠去津、五氯酚的含量进行检测。样品无杂质干扰，线性符合国标要求，6 种化合物定量限均远低于国标限度，因此本方案可以满足生活饮用水中灭草松、2,4-滴、呋喃丹、甲萘威、莠去津、五氯酚含量的检测。

2.4 生活饮用水中氯硝柳胺的检测（HPLC+UV）

适合农药指标检测：氯硝柳胺

色谱条件

仪 器：S6000 高效液相色谱仪

色 谱 柱：Alphasil VC-C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm, 100 Å

流 动 相：A：甲醇；B：0.1%甲酸水溶液

柱 温：30 °C

流 速：1.0 mL/min

进 样 量：10 μL

检测波长：330 nm

重复性结果

氯硝柳胺对照品重复 6 针进样，考察系统稳定性，RSD 符合国标要求，系统稳定性良好。

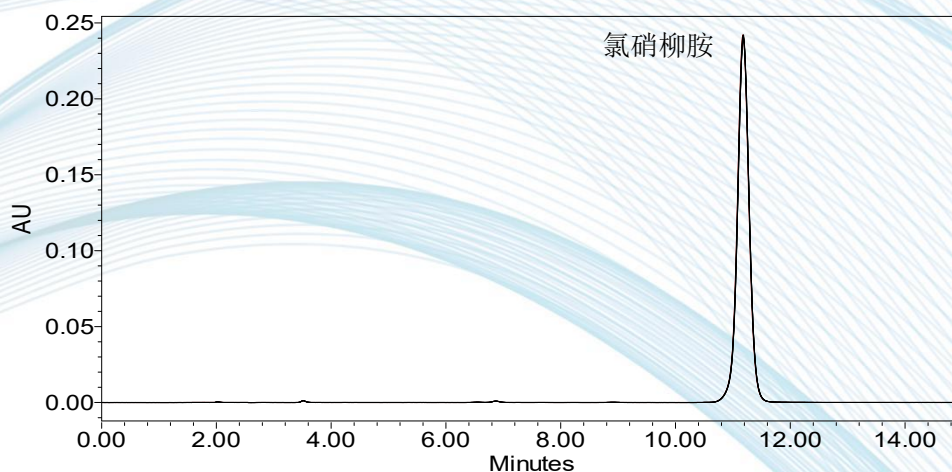


图 1 氯硝柳胺对照品重复性测定结果

表 1 氯硝柳胺对照品重复性的数据结果

序号	保留时间 (min)	峰面积
1	11.181	3466220
2	11.182	3417551
3	11.178	3450918
4	11.180	3414472
5	11.174	3445238
6	11.181	3416177
RSD (%)	0.03	0.64

线性、检测限、定量限结果

实验针对氯硝柳胺进行了线性、检测限及定量限的考察。取氯硝柳胺标准使用液稀释制成不同浓度的标准溶液，以待测物峰面积为纵坐标，待测物浓度为横坐标绘制标准曲线，氯硝柳胺在 0.2~100 mg/L 范围内线性良好，相关系数 R^2 为 0.9996。以色谱峰峰高信噪比 $S/N \geq 3$ 为方法检测限（LOD）， $S/N \geq 10$ 为方法定量限（LOQ），氯硝柳胺检测限和定量限符合国标要求。

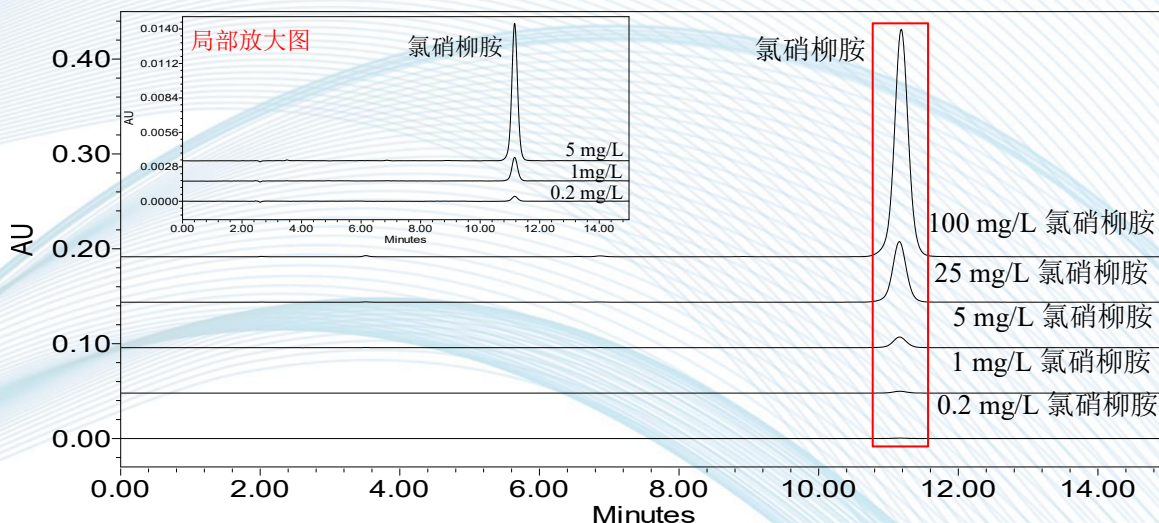


图 2 不同浓度氯硝柳胺标品结果色谱图

样品检测结果

图 3 为生活饮用水实际样品及氯硝柳胺对照品结果色谱图。由图可知，空白溶剂及实际样品中均无杂质干扰氯硝柳胺出峰，实际样品中氯硝柳胺未检出。

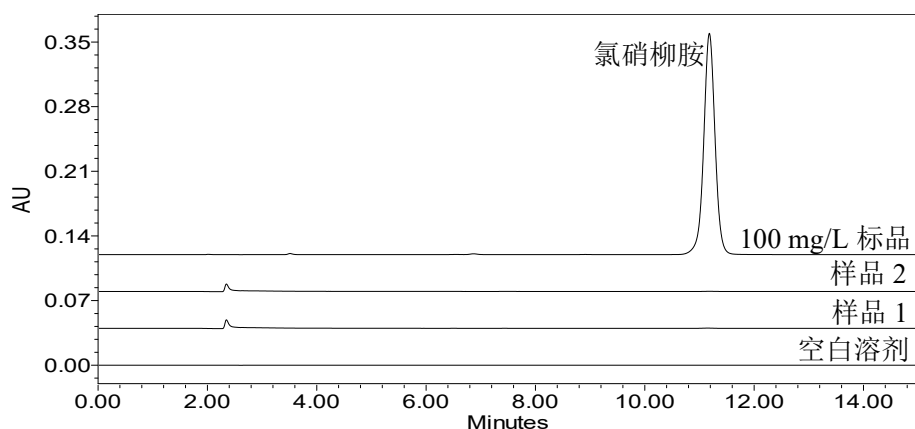


图 3 自来水样品及氯硝柳胺标品结果色谱图

结论

从实验结果可知，使用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil VC-C18 ($4.6 \times 250 \text{ mm}$, $5 \mu\text{m}$, $100 \text{ \AA}$) 色谱柱，可以实现生活饮用水中氯硝柳胺的良好检测。样品无杂质干扰，线性符合国标要求，检测限和定量限远低于国标要求限度，因此本项目应用方案满足生活饮用水中氯硝柳胺的检测要求。

2.5 生活饮用水中甲萘威的检测（HPLC+UV）

适合农药指标检测：甲萘威

色谱条件

液相色谱：S6000 高效液相色谱仪

色 谱 柱：Alphasil VC-C18, 4.6 mm × 150 mm, 5 μm, 100 Å

流 动 相：A：甲醇；B：水

流 速：1 mL/min

进样体积：10 μL

柱 温：40 °C

检测波长：280 nm

重复性结果

使用浓度为 10 μg/mL 的甲萘威标准品对方法重复性进行考察，连续进样 6 针，结果见图 1 和表 1，方法重复性良好。

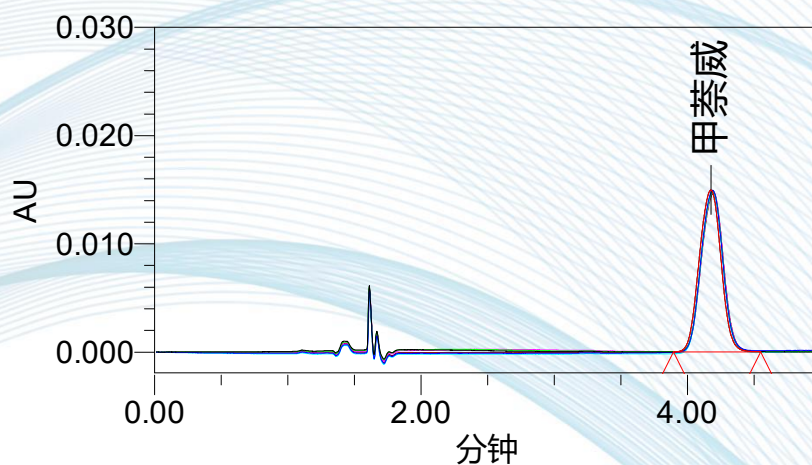


图 1 甲萘威对照品重复性的测定结果色谱图

表 1 甲萘威重复性测定结果

针次	保留时间 (min)	峰面积
1	4.195	169738
2	4.193	170128
3	4.191	169249
4	4.191	170179
5	4.190	169394
6	4.177	169765
RSD (%)	0.15	0.22

线性、检测限、定量限结果

对甲萘威进行了线性、检测限及定量限的考察。参考标准，使用无水乙醇配制浓度为 0、0.20、0.50、1.0、2.0、5.0、10、15 $\mu\text{g/mL}$ 的甲萘威标准系列溶液，以峰面积为纵坐标，浓度为横坐标绘制标准曲线。以色谱峰峰高信噪比 $S/N \geq 3$ 为方法检测限（LOD）， $S/N \geq 10$ 为方法定量限（LOQ），甲萘威的线性良好 $R^2=0.9991$ ，检测限与定量限均符合国标要求。

样品检测结果

使用本方案对自来水进行检测，结果如图 2 所示，样品中甲萘威未检出。

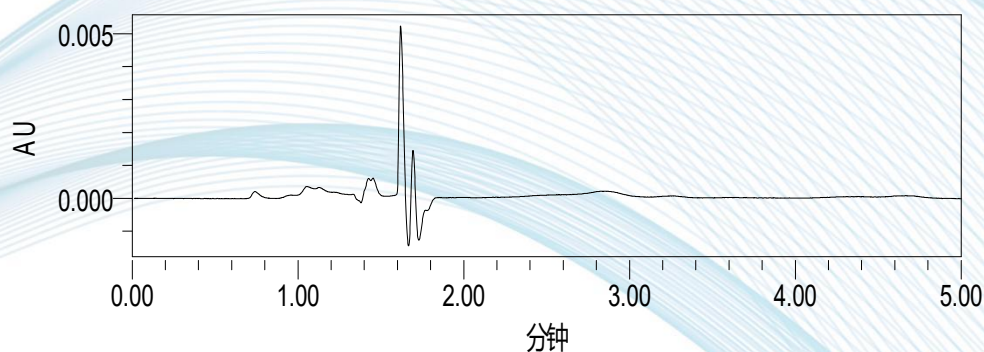


图 2 自来水中甲萘威测定结果色谱图

结论

从实验结果可知，使用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil VC-C18 ($4.6 \times 150 \text{ mm}$, $5 \mu\text{m}$, $100 \text{ \AA}$) 色谱柱，可实现生活饮用水中甲萘威的良好检测。

2.6 生活饮用水中莠去津的检测（HPLC+UV）

适合农药指标检测：莠去津

色谱条件

液相色谱：S6000 高效液相色谱仪

色 谱 柱：Alphasil XD-C18CH, 4.6 × 250 mm, 5 μm, 100 Å

流 动 相：A：甲醇；B：水

流 速：0.9 mL/min

进样体积：10 μL

柱 温：40 °C

检测波长：254 nm

重复性结果

重复 6 针进样莠去津标准品考察系统稳定性，RSD 符合国标要求，系统稳定性良好。结果见图 1 和表 1。

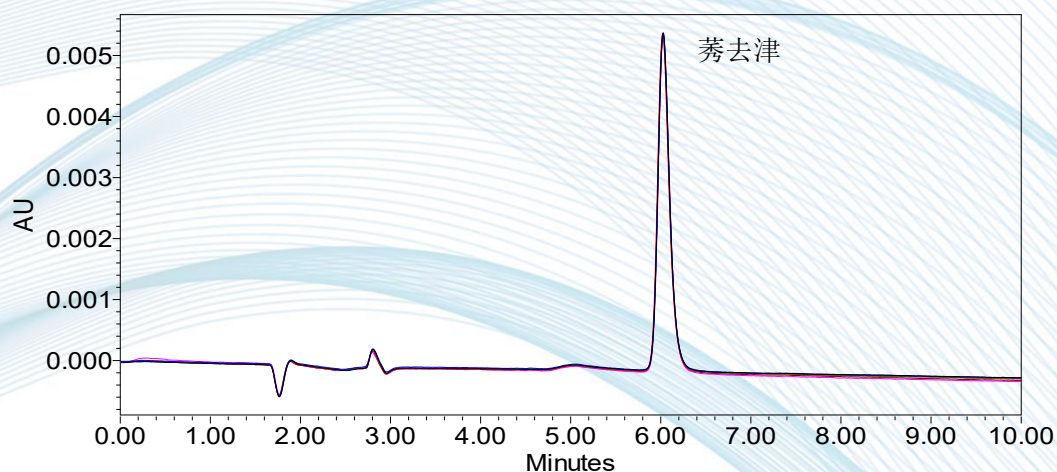


图 1 重复 6 针莠去津标准品结果色谱图

表 1 重复 6 针莠去津标准品重复性的数据结果

序列	保留时间 (min)	峰面积
1	6.026	50285
2	6.025	50247
3	6.021	50402
4	6.024	50353
5	6.022	50279
6	6.023	50226
RSD (%)	0.03	0.13

线性、检测限、定量限结果

针对莠去津进行了线性、检测限及定量限的考察。取莠去津标准储备溶液稀释制成不同浓度的标准溶液，以待测物峰面积为纵坐标，待测物浓度为横坐标绘制标准曲线，莠去津在 0~5.0 $\mu\text{g/mL}$ 范围内线性良好，相关系数 R^2 大于 0.999。以色谱峰峰高信噪比 $S/N \geq 3$ 为方法检测限 (LOD)， $S/N \geq 10$ 为方法定量限 (LOQ)，莠去津检测限和定量限优于国标要求。

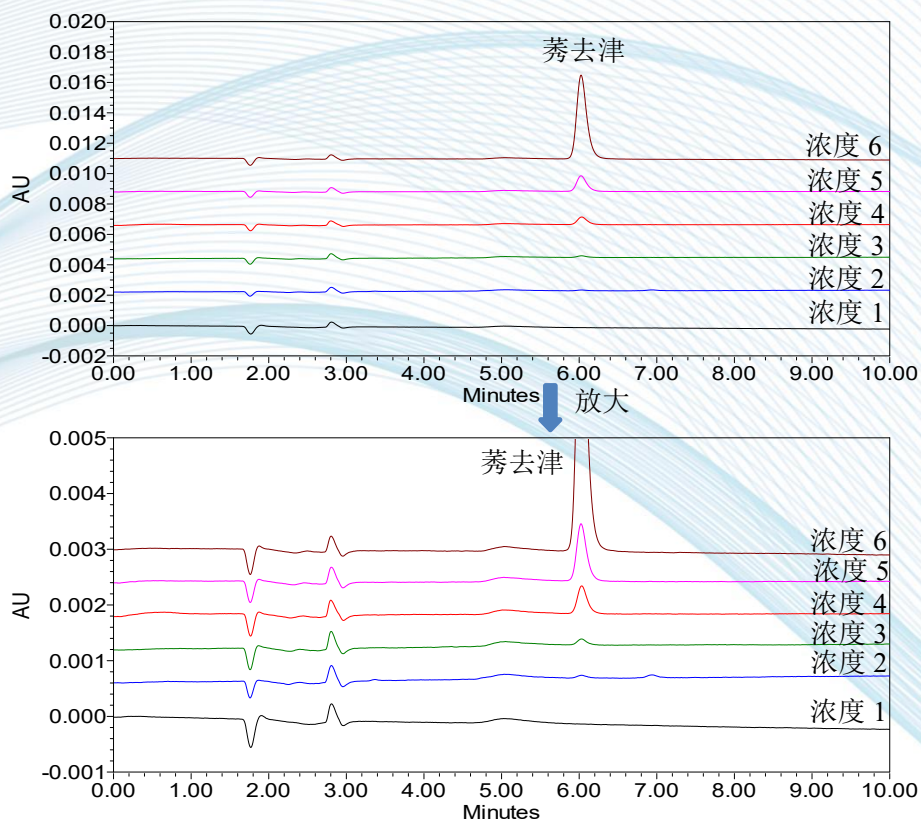


图 2 不同浓度莠去津标品结果色谱图

结论

从实验结果可知，使用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil XD-C18CH (4.6×250 mm, $5\ \mu\text{m}$, $100\ \text{\AA}$)，可以实现水中莠去津的良好检测。

3 生活饮用水检验：消毒副产物指标

3.1 生活饮用水中 5 种卤代乙酸的检测（IC）

适合消毒副产物指标检测：一氯乙酸、二氯乙酸、三氯乙酸、一溴乙酸、二溴乙酸

色谱条件

仪 器：S6000 多功能色谱仪

色 谱 柱：IonPac AS19, 4 × 250 mm

保 护 柱：IonPac AG19, 4 × 50 mm

淋 洗 液：氢氧根系统淋洗液

流 速：1 mL/min

柱 温：30 °C

进 样 量：25 μL

重复性结果

连续进样 6 针 10 μg/mL 的混合标准品使用液，测得五种卤代乙酸保留时间 RSD 在 0.11%-0.17%，峰面积 RSD 在 0.23%-0.69%，方法重复性良好，仪器性能稳定。

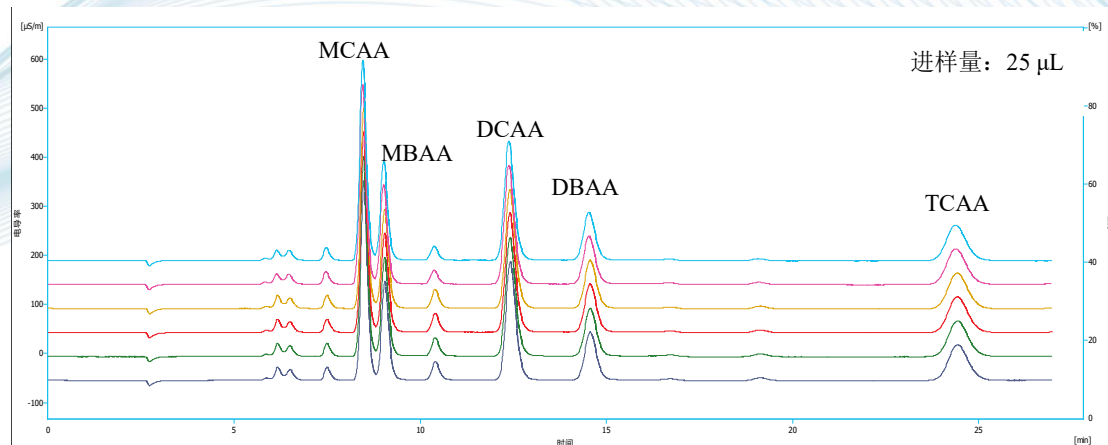


图 1 10 μg/mL 混标溶液重复性色谱图

线性、定量限、检测限结果

进样系列浓度混合对照品溶液，计算五种卤代乙酸的峰面积线性，线性拟合结果良好 $R^2 > 0.998$ 。逐级稀释混合标准品使用液，测定 5 种卤代乙酸的定量限、检出限，所有结果均满足国标要求。

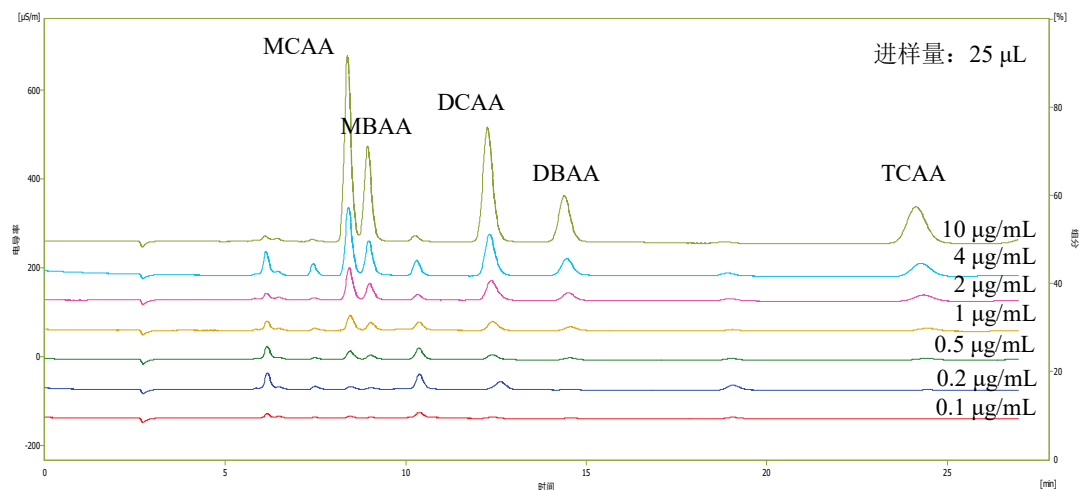


图 2 系列浓度的混合对照品溶液线性色谱图

样品检测结果

结果如图 3 所示，5 种卤代乙酸标品在上述色谱条件下分离良好，分离度均大于 1.5；空白和水质样品中均不含这 5 种卤代乙酸峰。

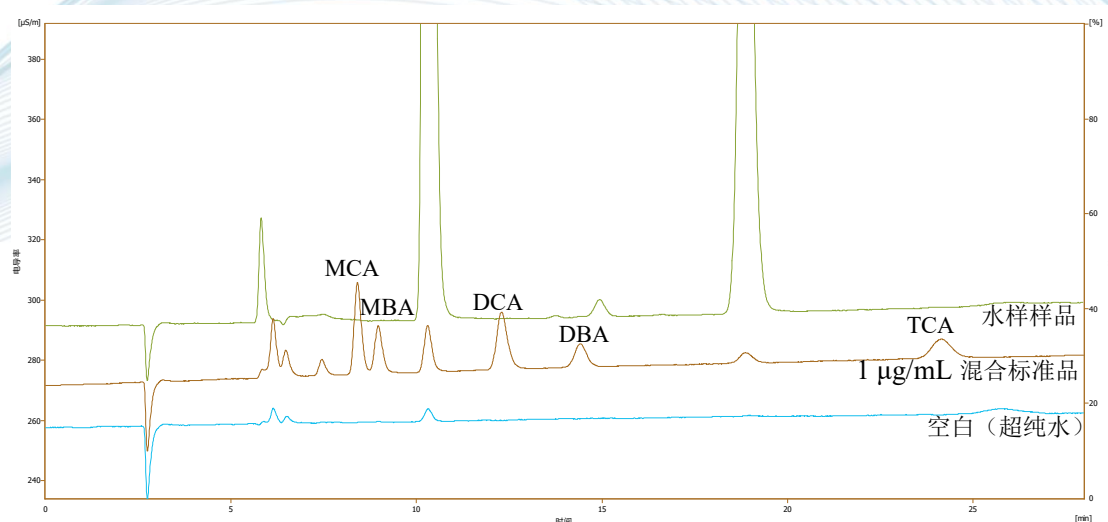


图 3 1 µg/mL 的 5 种卤代乙酸混合标准品溶液及水样样品、空白分离色谱图

结论

本文可同时检测饮用水中 5 种卤代乙酸，无须进行样品前处理。检测方法简单快捷，结果稳定重复，华谱科仪 S6000 多功能色谱仪可满足饮用水中五种卤代乙酸检测需求。

3.2 生活饮用水中 10 种阴离子的检测（IC）

适合消毒副产物指标检测：亚氯酸盐、溴酸盐

色谱条件

仪 器：S6000 多功能色谱仪

色 谱 柱：IonPac AS23, 4 × 250 mm

保 护 柱：IonPac AG23, 4 × 50 mm

流 动 相：碳酸根系统淋洗液

流 速：1 mL/min

进 样 量：25 μ L

柱 温：30 $^{\circ}$ C

重复性结果

以混标样品连续进 6 针考察方法重复性，具体结果见图 1，各离子的保留时间和峰面积的 RSD 结果见表 1，结果表明该方法系统重复性良好。

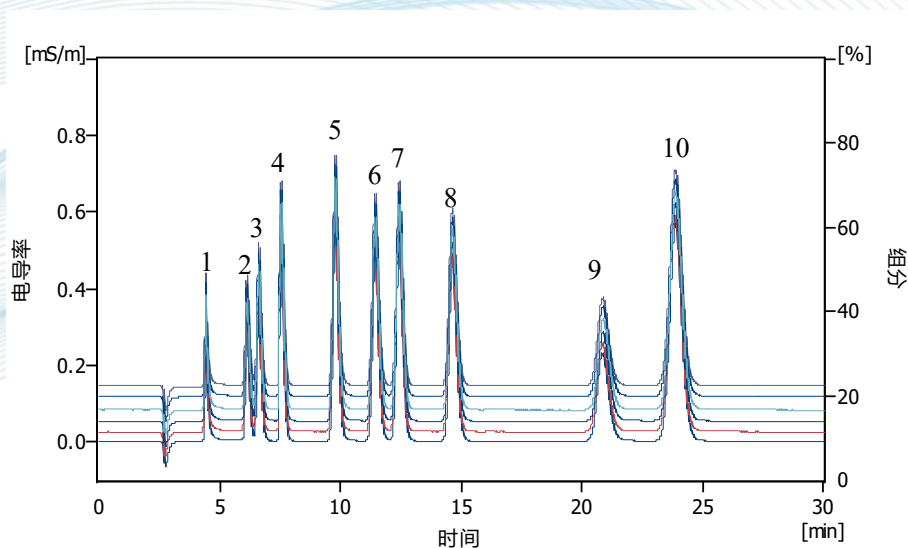


图 1 10 种无机阴离子重复性测定结果

(1: F^- ; 2: ClO_2^- ; 3: BrO_3^- ; 4: Cl^- ; 5: NO_2^- ; 6: ClO_3^- ; 7: Br^- ; 8: NO_3^- ; 9: PO_4^{3-} ; 10: SO_4^{2-})

表 1 10 种无机阴离子重复性结果表

离子名称	保留时间 RSD (%)	峰面积 RSD (%)
F ⁻	0.18	0.77
ClO ₂ ⁻	0.14	0.47
BrO ₃ ⁻	0.13	0.67
Cl ⁻	0.11	0.53
NO ₂ ⁻	0.10	0.57
ClO ₃ ⁻	0.08	0.49
Br ⁻	0.07	0.53
NO ₃ ⁻	0.07	0.50
PO ₄ ³⁻	0.09	2.17
SO ₄ ²⁻	0.04	0.63

线性、检出限、定量限结果

10 种阴离子的标准曲线相关系数 R^2 均大于 0.999，符合要求。以色谱峰峰高信噪比 $S/N \geq 3$ 为方法检测限（LOD）， $S/N \geq 10$ 为方法定量限（LOQ），结果均满足国标要求。

样品检测结果

采集某水样进行测试，进样量为 25 μ L，10 种阴离子的含量如表 2。

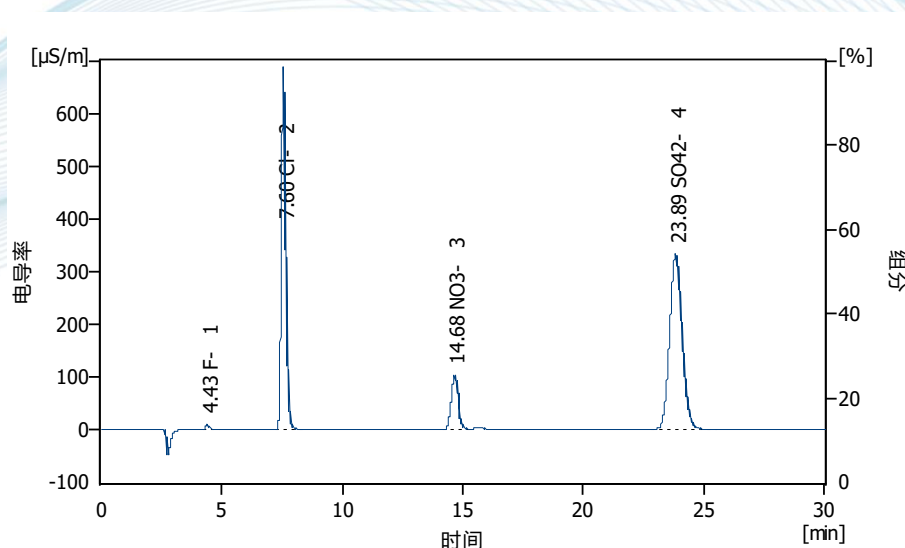


图 2 实际样品测试结果色谱图

表 2 实际样品中 10 种阴离子含量

阴离子	含量 (mg/L)
F ⁻	0.285
ClO ₂ ⁻	-
BrO ₃ ⁻	-
Cl ⁻	7.873
NO ₂ ⁻	-
ClO ₃ ⁻	-
Br ⁻	-
NO ₃ ⁻	4.303
PO ₄ ³⁻	-
SO ₄ ²⁻	16.629

结论

本方法利用离子色谱在不使用淋洗液发生器的前提下,使用碳酸根体系检测水质中的 10 种阴离子,本方法可以实现 10 种阴离子的良好分离。方法定量限满足国标要求,方法重现性良好,线性相关系数均大于 0.999,该测定方法快速、灵敏度、准确度高,可满足一针进样,同时检测多种阴离子的需求。

4 生活饮用水检验：有机物指标

4.1 生活饮用水中苯并[a]芘的检测（HPLC+FL）

适合有机物指标检测：苯并[a]芘

色谱条件

仪 器：S6000 高效液相色谱仪

色 谱 柱：Alphasil VC-C18, 4.6 × 150 mm, 5 μm, 100 Å

流 动 相：A：水；B：乙腈

流 速：1.0 mL/min

柱 温：40 °C

进 样 量：10 μL

检测波长：激发波长：290 nm；发射波长：430 nm

重复性结果

以浓度为 20 ng/mL 的苯并[a]芘标准品为例考察方法重复性，连续进样 6 针，结果如图 1。苯并[a]芘的保留时间及峰面积结果见表 1，结果表明该方法在连续进样时保留时间和峰面积重复性良好。

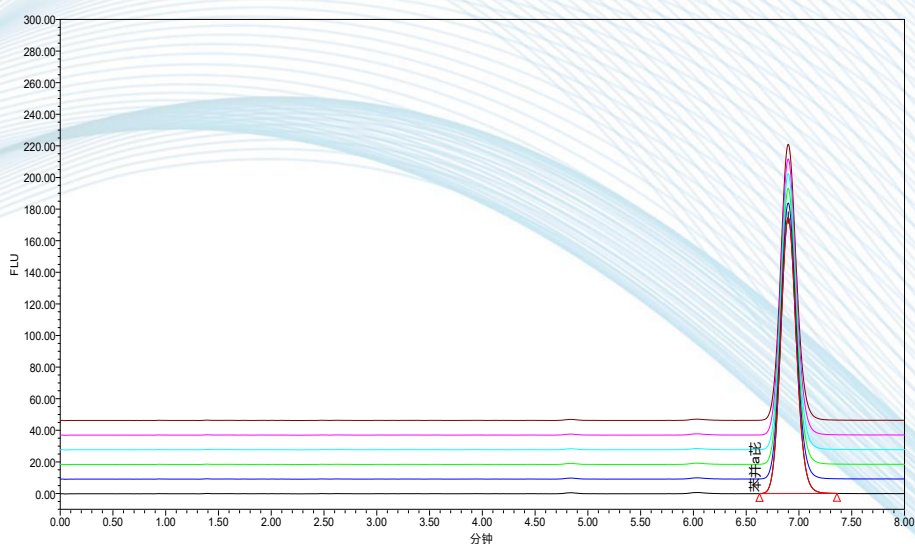


图 1 苯并[a]芘重复性测定结果色谱图

表 1 苯并[a]芘重复性测定结果

针次	保留时间 (min)	峰面积
1	6.846	1795973
2	6.824	1781098
3	6.881	1790437
4	6.858	1788620
5	6.880	1780958
6	6.854	1760947
RSD (%)	0.3	0.68

线性、检测限、定量限结果

对苯并[a]芘进行了线性、检测限及定量限的考察。制备不同浓度的苯并[a]芘标准溶液，以待测物峰面积为纵坐标，待测物浓度为横坐标绘制标准曲线。以色谱峰峰高信噪比 $S/N \geq 3$ 为方法检测限（LOD）， $S/N \geq 10$ 为方法定量限（LOQ）。苯并[a]芘的检测限和定量限均符合国标要求，各组分在 0.4~40 ng/mL 内线性相关系数大于 0.999，线性良好。

样品检测结果

本方案选择某水样作为实际样品进行检测，由图 2 结果可知，采用上述色谱方法可以实现样品中苯并[a]芘与杂质峰的良好分离，样品无杂质干扰。

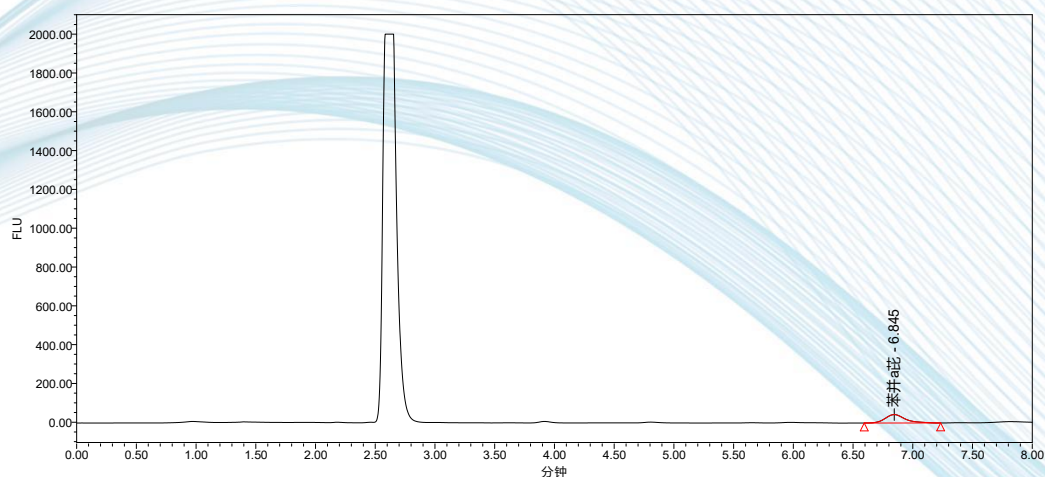


图 2 实际样品中苯并[a]芘测定结果色谱图

结论

本方案使用 S6000 高效液相色谱仪实现对水质中苯并[a]芘的检测，分析结果显示本方法检测限、线性均符合国标要求，重复性良好，适合水质中的苯并[a]芘的分析。

4.2 生活饮用水中多环芳烃的检测（HPLC+FL）

适合有机物指标检测：多环芳烃

色谱条件

仪 器：S6000 高效液相色谱仪

流 动 相：A：水；B：乙腈

柱 温：40 °C

进 样 量：10 μ L

检测波长：激发波长：250 nm、260 nm、270 nm、275 nm、290 nm；发射波长：
340 nm、420 nm、430 nm、440 nm、500 nm

重复性结果

以浓度为 150 ng/mL 的多环芳烃标准品为例，考察方法重复性，连续进样 6 针，各多环芳烃保留时间及峰面积结果见表 1，结果表明该方法在连续进样时保留时间和峰面积重复性良好。

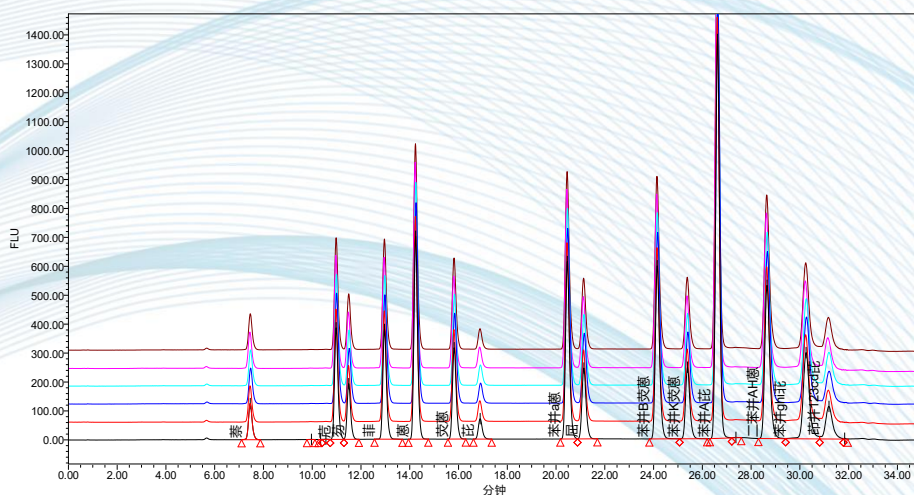


图 1 多环芳烃重复性色谱图

表 1 多环芳烃重复性结果

名称	-	1	2	3	4	5	6	RSD (%)
萘	保留时间	7.445	7.451	7.460	7.457	7.470	7.474	0.2
	峰面积	1327512	1328092	1320549	1321817	1321188	1317223	0.3
苊	保留时间	10.968	10.974	10.981	10.981	10.994	11.001	0.1
	峰面积	3949433	3953668	3932386	3941120	3934102	3922825	0.3
芴	保留时间	11.484	11.490	11.498	11.498	11.512	11.517	0.1
	峰面积	1974201	1980074	1970245	1974008	1972903	1964328	0.3
菲	保留时间	12.949	12.955	12.961	12.965	12.977	12.983	0.1
	峰面积	4063404	4058807	4042943	4048880	4050018	4022997	0.4
蒽	保留时间	14.222	14.230	14.234	14.240	14.250	14.258	0.1
	峰面积	7511087	7488362	7507535	7417714	7431732	7397640	0.7
荧蒽	保留时间	15.805	15.812	15.816	15.823	15.834	15.841	0.1
	峰面积	3451154	3453867	3439642	3447311	3446885	3427402	0.3
芘	保留时间	16.868	16.875	16.881	16.887	16.898	16.905	0.1
	峰面积	804073	800064	797868	797585	795130	788376	0.7
苯并[a]蒽	保留时间	20.444	20.451	20.454	20.463	20.471	20.481	0.1
	峰面积	7083432	7118667	7074317	7091800	7078238	7046964	0.3
蒽	保留时间	21.119	21.128	21.130	21.140	21.147	21.158	0.1
	峰面积	2914967	2927887	2917602	2917976	2911270	2897115	0.3
苯并[b]荧蒽	保留时间	24.128	24.139	24.139	24.152	24.154	24.168	0.1
	峰面积	7333274	7370674	7340617	7335462	7322901	7308392	0.3
苯并[k]荧蒽	保留时间	25.369	25.380	25.381	25.392	25.395	25.407	0.1
	峰面积	3092719	3120573	3122719	3093216	3098090	3128677	0.5
苯并[a]芘	保留时间	26.600	26.611	26.612	26.623	26.626	26.637	0.1
	峰面积	16314381	16382976	16240285	16008575	16092049	16239510	0.9
二苯并[a,h]蒽	保留时间	28.625	28.639	28.640	28.654	28.660	28.666	0.1
	峰面积	7853686	7855804	7945323	7752373	7744458	7810817	0.9
苯并[g,h,i]芘	保留时间	30.223	30.238	30.240	30.255	30.264	30.271	0.1
	峰面积	5458533	5398863	5425496	5409404	5338517	5419638	0.7
茚并[1,2,3-cd]芘	保留时间	31.148	31.165	31.170	31.193	31.193	31.196	0.1
	峰面积	2237665	2195480	2186623	2204902	2235086	2194523	1.0

线性、检测限、定量限结果

对多环芳烃进行了线性、检测限与定量限的考察。取各组分浓度相同的多环芳烃单标溶液混合制成不同浓度的标准溶液，以待测物峰面积为纵坐标，待测物浓度为横坐标绘制标准曲线，各组分在 0-150 ng/mL 内线性相关系数均大于 0.9999，线性结果良好。检出限和定量限满足国标要求。

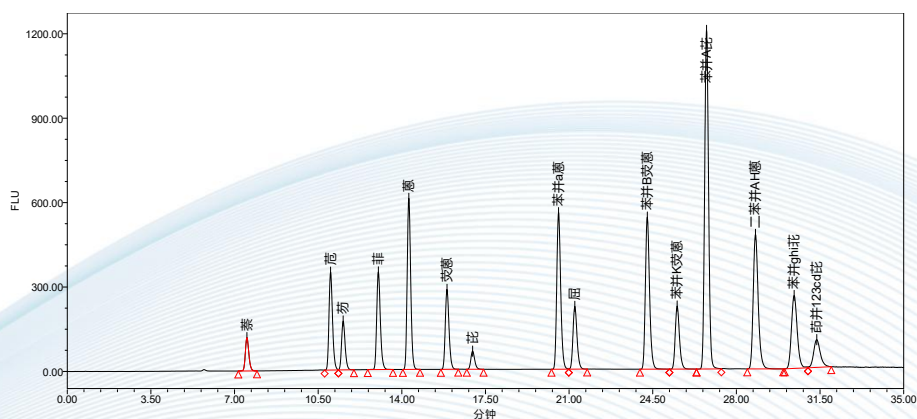


图 2 多环芳烃标准品荧光检测器分析结果色谱图

样品检测结果

采用上述方法对某水样中多环芳烃含量进行检测，结果如图 3 和表 2 所示。

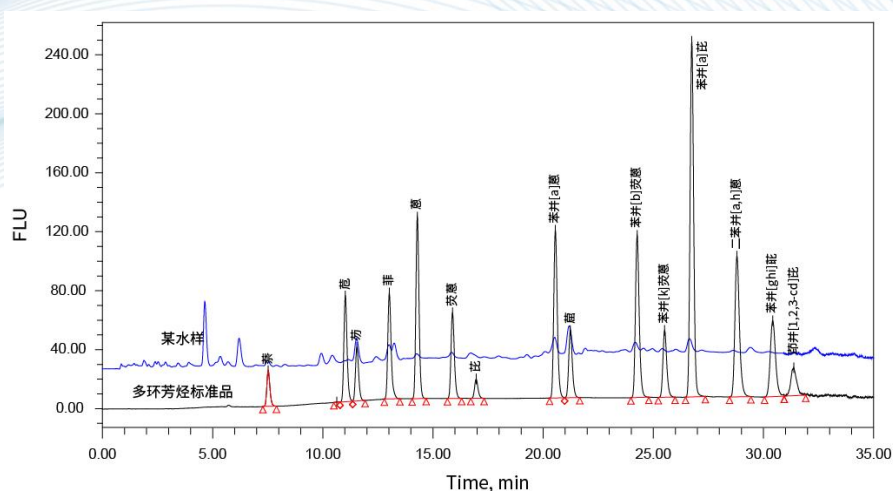


图 3 某水样分析结果色谱图

表 2 某水样中多环芳烃检测结果

序号	名称	测定值 (ng/L)
1	萘	3.6
2	芴	1.8
3	芘	11.6
4	菲	3.6
5	蒽	0.7
6	荧蒽	1.9
7	芘	13.4
8	苯并[a]蒽	3.4
9	蒽	10.7
10	苯并[b]荧蒽	1.7
11	苯并[k]荧蒽	1.3
12	苯并[a]芘	0.9
13	二苯并[a,h]蒽	0.3
14	苯并[ghi]芘	0.5
15	茚并[1,2,3-cd]芘	1.3

结论

本文参考国标方法,使用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪进行水质中多环芳烃的检测。本方法能够实现水质中多环芳烃的良好分离,分析结果可靠。方法检测限、定量限、线性均符合国标要求,适用于对水质中多环芳烃的检测分析。

4.3 生活饮用水中丙烯酸的检测（HPLC+UV）

适合有机物指标检测：丙烯酸

色谱条件

仪 器：S6000 高效液相色谱仪

色 谱 柱：Alphasil VC-C18AQ, 4.6×250 mm, $5 \mu\text{m}$, $100 \text{ \AA}$

流 动 相：A：0.2%磷酸溶液；B：乙腈

柱 温：30 °C

流 速：1.0 mL/min

进 样 量：100 μL

检测波长：205 nm

洗脱梯度：二元洗脱梯度

重复性结果

重复丙烯酸对照品 6 针进样考察系统稳定性，RSD 符合国标要求，系统稳定性良好。

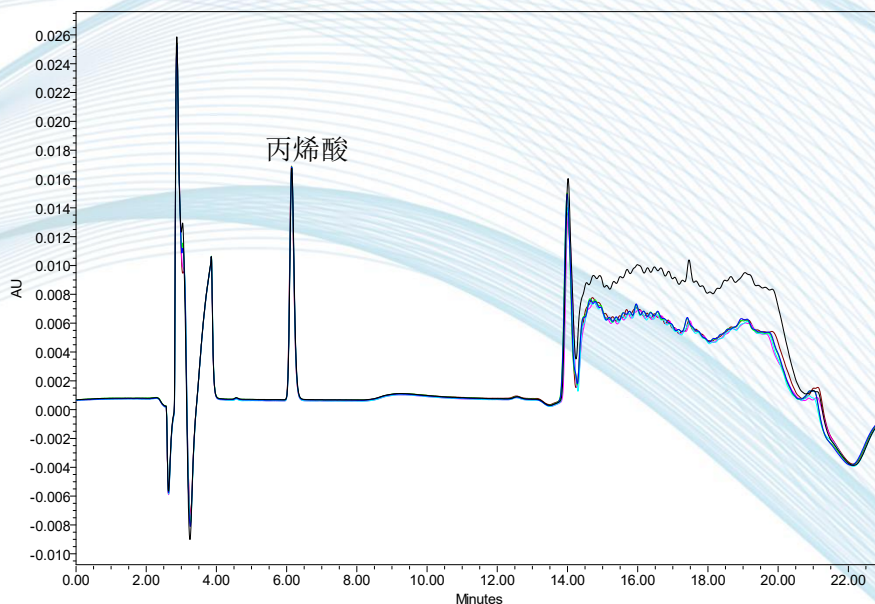


图 1 丙烯酸对照品重复性结果色谱图

表 1 丙烯酸对照品重复性的数据表

序号	保留时间 (min)	峰面积
1	6.145	139483
2	6.147	139119
3	6.145	139445
4	6.143	139569
5	6.141	139743
6	6.139	139935
RSD (%)	0.05	0.20

线性、检测限、定量限结果

实验针对丙烯酸进行了线性、检测限及定量限的考察。取丙烯酸标准使用液稀释制成不同浓度的标准溶液，以待测物峰面积为纵坐标，待测物浓度为横坐标绘制标准曲线，丙烯酸在 0~800 $\mu\text{g/L}$ 范围内线性良好，相关系数 R^2 为 0.999。以色谱峰峰高信噪比 $S/N \geq 3$ 为方法检测限 (LOD)， $S/N \geq 10$ 为方法定量限 (LOQ)，丙烯酸检测限和定量限符合国标要求。

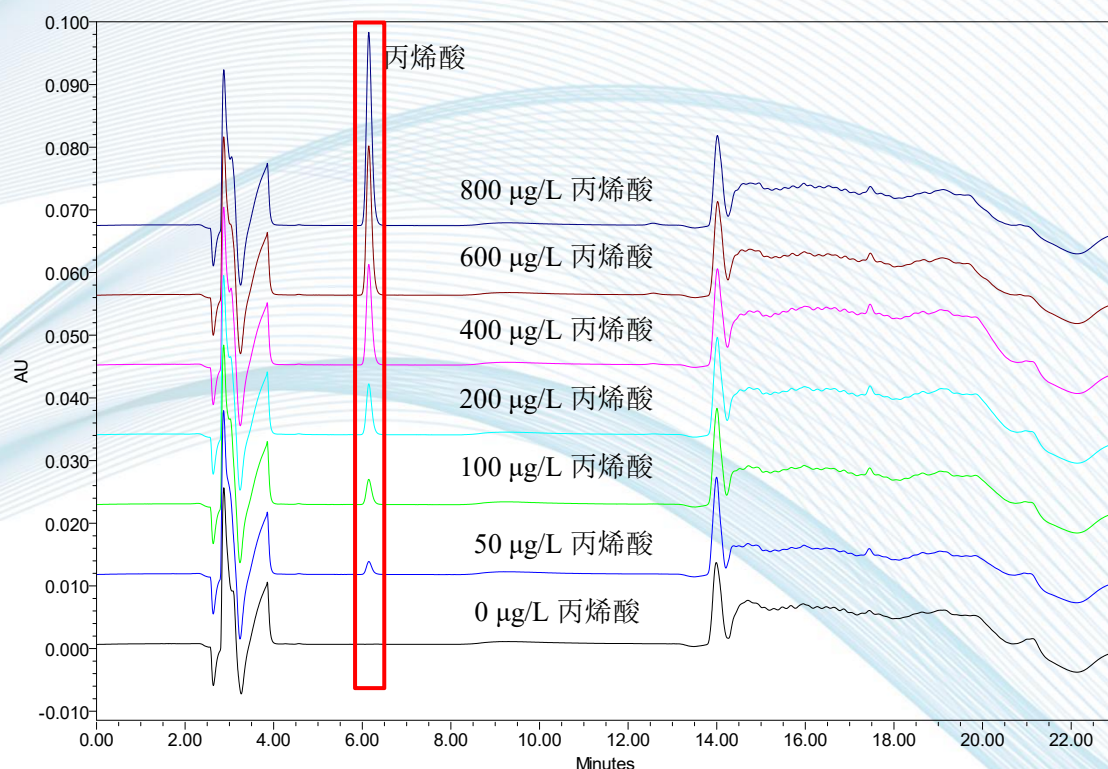


图 2 不同浓度标品结果色谱图

样品检测结果

图 3 为自来水实际样品及丙烯酸对照品结果色谱图，由图可知，空白及实际样品中均无杂质干扰丙烯酸出峰，实际样品中丙烯酸未检出。

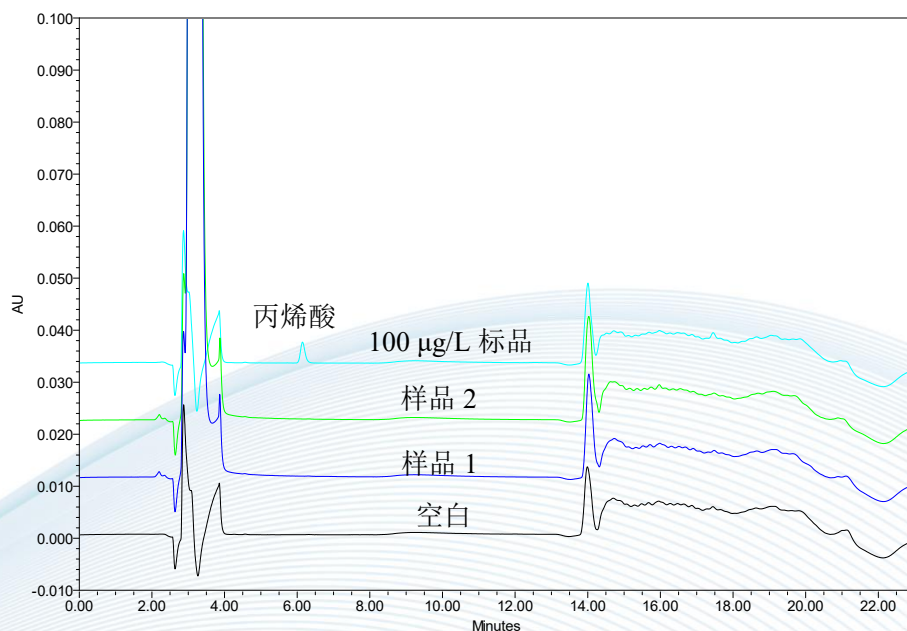


图 3 自来水样品及丙烯酸标品结果色谱图

结论

从实验结果可知，使用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil VC-C18AQ (4.6×250 mm, $5 \mu\text{m}$, $100 \text{ \AA}$) 色谱柱，可以实现生活饮用水中丙烯酸的良好检测。样品无杂质干扰，线性符合国标要求，检测限和定量限远低于国标要求限度，因此本项目应用方案满足生活饮用水中丙烯酸的检测要求。

4.4 生活饮用水中双酚 A 的检测（HPLC+FL）

适合有机物指标检测：双酚 A

色谱条件

仪 器：S6000 高效液相色谱仪

色 谱 柱：Alphasil VC-C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm, 100 Å

流 动 相：A：甲醇；B：水

柱 温：25 °C

流 速：1.0 mL/min

进 样 量：100 μL

检测波长：激发波长 228 nm；发射波长 312 nm

重复性结果

重复 6 针双酚 A 对照品进样考察系统稳定性，RSD 符合国标要求，系统稳定性良好。

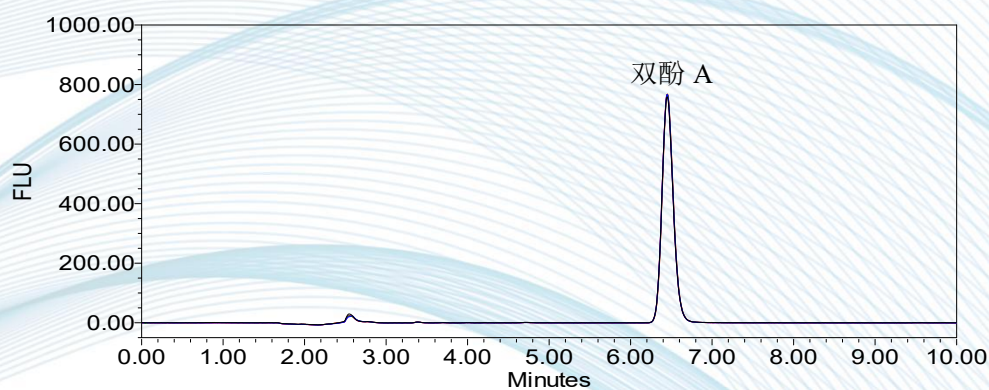


图 1 双酚 A 对照品重复性结果色谱图

表 1 双酚 A 对照品重复性的数据结果

序号	保留时间 (min)	峰面积
1	6.452	7464076
2	6.449	7454552
3	6.450	7460995
4	6.451	7462979
5	6.450	7459873
6	6.447	7401827
RSD (%)	0.03	0.32

线性、检测限、定量限结果

实验针对双酚 A 进行了线性、检测限及定量限的考察。取双酚 A 标准使用液稀释制成不同浓度的标准溶液，以待测物峰面积为纵坐标，待测物浓度为横坐标绘制标准曲线，双酚 A 在 2~40 $\mu\text{g/L}$ 范围内线性良好，相关系数 R^2 为 0.9999。以色谱峰峰高信噪比 $S/N \geq 3$ 为方法检测限 (LOD)， $S/N \geq 10$ 为方法定量限 (LOQ)，双酚 A 检测限和定量限符合国标要求。

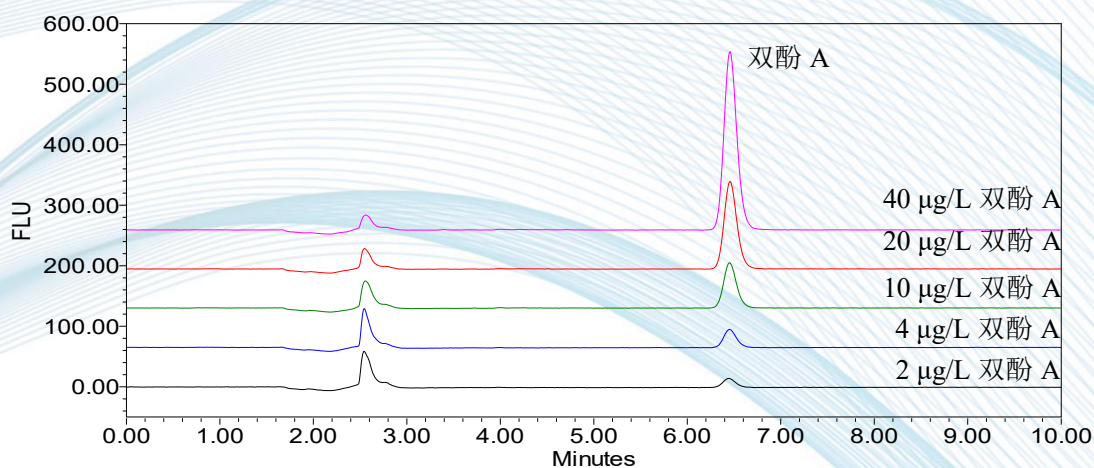


图 2 不同浓度双酚 A 标品结果色谱图

样品检测结果

图 3 为自来水实际样品及双酚 A 对照品结果色谱图。由图可知，空白及实际样品中均无杂质干扰双酚 A 出峰，实际样品中双酚 A 未检出。

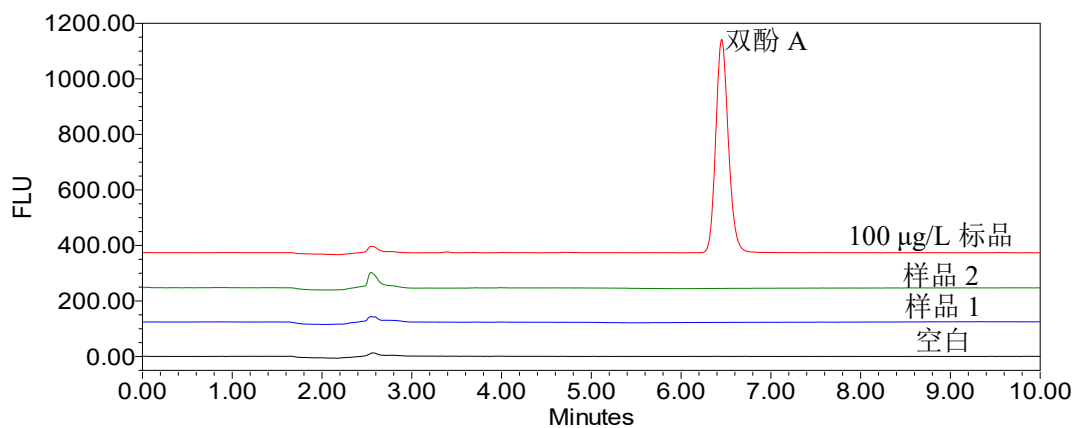


图3 自来水样品及双酚 A 标品结果色谱图

结论

从实验结果可知,使用华谱科技 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil VC-C18 (4.6×250 mm, $5 \mu\text{m}$, $100 \text{ \AA}$) 色谱柱,可以实现生活饮用水中双酚 A 的良好检测。样品无杂质干扰,线性符合国标要求,检测限和定量限远低于国标要求限度,因此本项目应用方案满足生活饮用水中双酚 A 的检测要求。

4.5 生活饮用水中 β -萘酚的检测（HPLC+FL）

适合有机物指标检测： β -萘酚

色谱条件

仪 器：S6000 高效液相色谱仪

色 谱 柱：Alphasil VC-C18, 4.6×150 mm, $5 \mu\text{m}$, $100 \text{ \AA}$

流 动 相：A：甲醇；B：水

柱 温： 25°C

流 速： 1.0 mL/min

进 样 量： $100 \mu\text{L}$

检测波长：激发波长 230 nm ；发射波长 360 nm

重复性结果

重复 6 针进样萘酚对照品考察系统稳定性，RSD 符合国标要求，系统稳定性良好。由图 1 可知， β -萘酚与 α -萘酚的分离度满足检测要求。

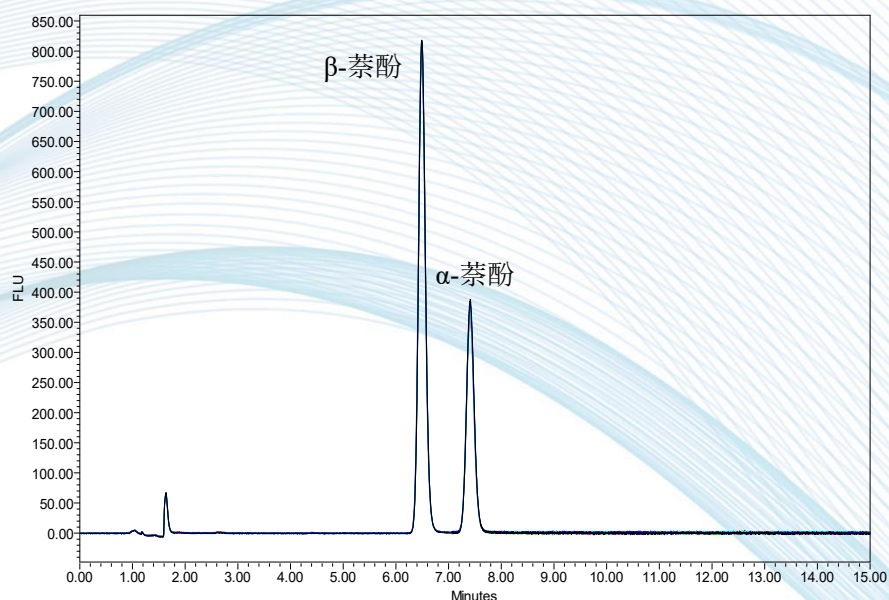


图 1 β -萘酚对照品重复性结果色谱图

表 1 β -萘酚对照品重复性的数据结果

序号	β -萘酚	
	保留时间 (min)	峰面积
1	6.492	7628035
2	6.492	7586888
3	6.494	7585398
4	6.489	7600059
5	6.487	7607313
6	6.491	7594941
RSD (%)	0.038	0.208

线性、检测限、定量限结果

实验针对 β -萘酚进行了线性、检测限及定量限的考察。取 β -萘酚标准使用液稀释制成不同浓度的标准溶液，以待测物峰面积为纵坐标，待测物浓度为横坐标绘制标准曲线， β -萘酚在 0.0001~0.02 mg/L 范围内线性良好，相关系数 R^2 为 0.999。以色谱峰峰高信噪比 $S/N \geq 3$ 为方法检测限 (LOD)， $S/N \geq 10$ 为方法定量限 (LOQ)， β -萘酚检测限和定量限符合国标要求。

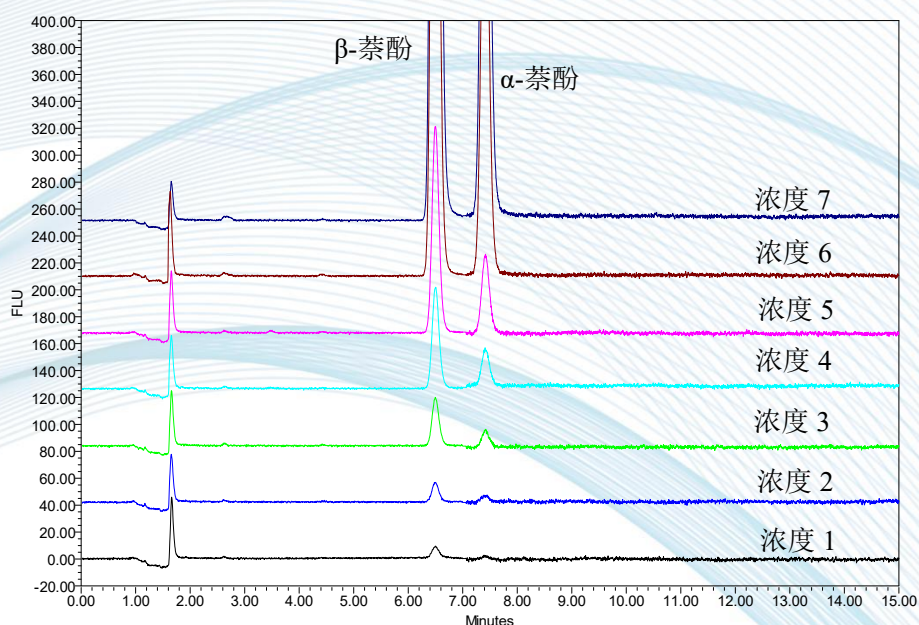


图 2 不同浓度 β -萘酚标品结果色谱图

样品检测结果

图 3 为自来水实际样品及萘酚对照品结果色谱图，由图可知，空白及实际样品中均无杂质干扰萘酚出峰，实际样品中 β -萘酚检出量为 0.00017 mg/L。

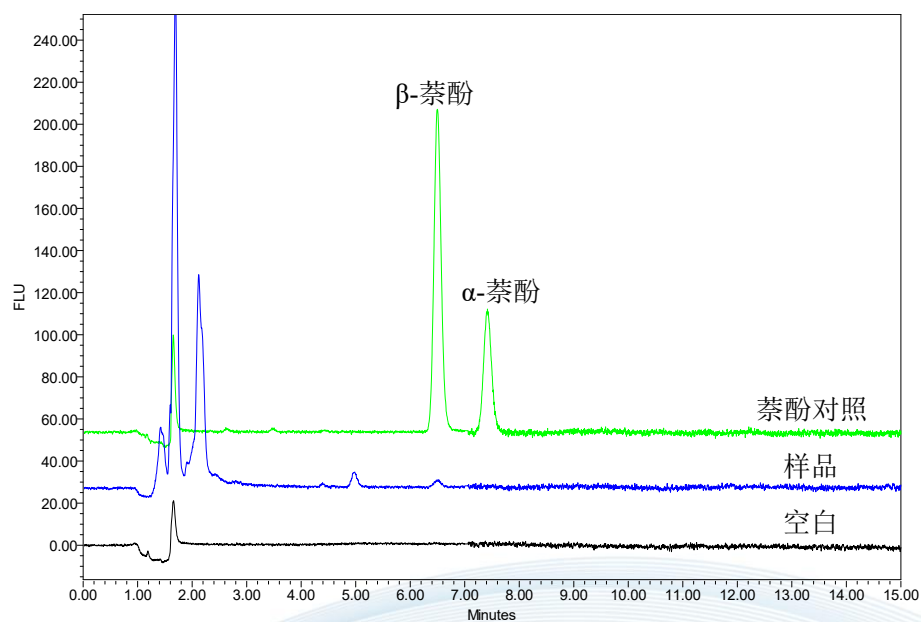


图3 自来水样品及萘酚标品结果色谱图

表2 样品检测结果

样品	β-萘酚含量 (mg/L)
自来水	0.00017

结论

从实验结果可知,使用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil VC-C18 (4.6×150 mm, $5 \mu\text{m}$, $100 \text{ \AA}$) 色谱柱,可以实现自来水中萘酚的良好检测。样品无杂质干扰,线性符合国标要求,β-萘酚检测限和定量限符合国标要求。

4.6 生活饮用水中微囊藻毒素含量的检测（LC-MS/MS）

适合有机物指标检测：MC-LR、MC-RR、MC-YR

色谱条件

仪 器：HPMS-TQ Pro 高效液相色谱串联质谱仪

液相条件		质谱条件	
色谱柱	Alphasil VC-C18, 2.1 × 100 mm, 2.5 μm, 100 Å	离子源	ESI+
流动相	A: 5 mM 甲酸铵溶液; B: 甲醇	扫描模式	MRM
柱温	40 °C	气帘气压力 (CUR)	25 psi
流速	0.40 mL/min	离子化电压 (IS)	5500 V
进样量	20 μL	喷雾气 (GS1)	50 psi
梯度 条件	二元梯度洗脱	辅助加热气 (GS2)	50 psi
		离子源温度 (TEM)	550 °C
		碰撞气 (CAD)	9 psi

MRM 参数:

化合物	出峰时间 (min)	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	去簇电压 (DP)	碰撞能 (CE)
MC-LR	3.14	498.4	135.1*	40	16
			103.1		75
MC-RR	3.16	520.0	135.4	110	32
			127.1		77
			102.9*		86
MC-YR	3.10	523.4	135.0*	65	20
			103.1		75

*为定量离子

典型谱图

优化质谱条件进行生活饮用水中的微囊藻毒素（MC-LR、MC-RR、MC-YR）测试。对自来水基质中加标 50 ng/mL 标准品，采用液质进行测定，具体结果见图 1。

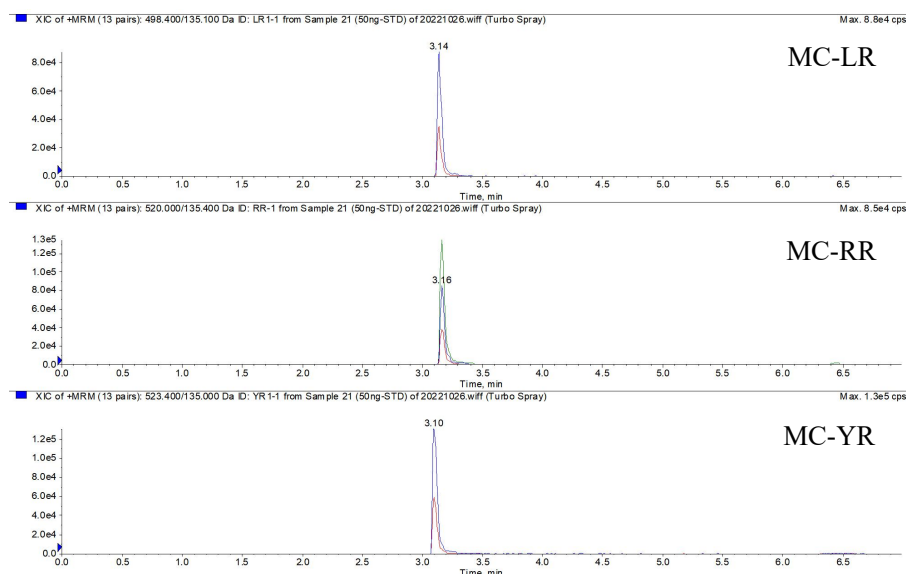


图 1 自来水基质中微囊藻毒素（MC-LR、MC-RR、MC-YR）色谱图

重复性结果

在自来水基质中添加 20 ng/mL 微囊藻毒素（MC-LR、MC-RR、MC-YR）标准品，进行 6 次重复性实验，方法的重复性良好。

表 1 3 种化合物峰面积重复性检测结果

名称	峰面积						RSD (%)
	1	2	3	4	5	6	
MC-LR	1.081 e ⁵	1.107 e ⁵	1.120 e ⁵	1.158 e ⁵	1.104 e ⁵	1.152 e ⁵	2.64
MC-RR	1.759 e ⁵	1.631 e ⁵	1.679 e ⁵	1.691 e ⁵	1.712 e ⁵	1.781 e ⁵	3.21
MC-YR	1.784 e ⁵	1.755 e ⁵	1.858 e ⁵	1.805 e ⁵	1.788 e ⁵	1.757 e ⁵	2.13

线性、检测限、定量限结果

实验针对微囊藻毒素（MC-LR、MC-RR、MC-YR）进行了线性考察。以待测物衍生组分峰面积为纵坐标，待测物浓度为横坐标绘制标准曲线，微囊藻毒素（MC-LR、MC-RR、MC-YR）在 0.50~50.0 µg/L 范围内线性良好，相关系数 R^2 大于 0.99。以色谱峰峰高信噪比 $S/N \geq 3$ 为方法检测限（LOD）， $S/N \geq 10$ 为方法定量限（LOQ），微囊藻毒素（MC-LR、MC-RR、MC-YR）定量限满足国标要求。

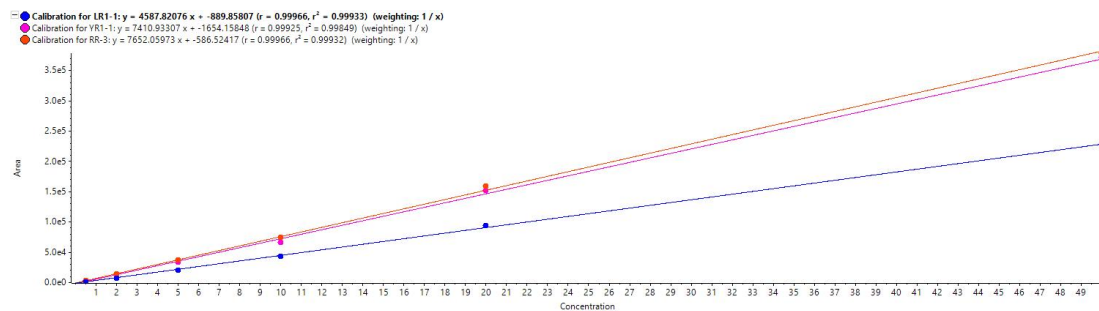


图2 微囊藻毒素（MC-LR、MC-RR、MC-YR）标准曲线图

结论

从实验结果可知,使用 HPMS-TQ Pro 高效液相色谱串联质谱仪搭配 Alphasil VC-C18 (2.1×100 mm, $2.5 \mu\text{m}$, $100 \text{ \AA}$) 色谱柱,可以实现生活饮用水中微囊藻毒素（MC-LR、MC-RR、MC-YR）的良好检测。样品无杂质干扰,线性、定量限符合国标要求。

4.7 生活饮用水中微囊藻毒素含量的检测（HPLC+UV）

适合有机物指标检测：MC-LR、MC-RR

色谱条件

仪 器：S6000 高效液相色谱仪

色 谱 柱：Alphasil VC-C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm, 100 Å

流 动 相：A：乙腈；B：三氟乙酸-水

柱 温：35 °C

流 速：0.7 mL/min

进 样 量：20 μL

检测波长：238 nm

重复性结果

由图 1 可知，空白中无杂质干扰微囊藻毒素（MC-LR、MC-RR）出峰。重复 6 针进样考察系统稳定性实验结果如表 1 所示，本方法的重复性良好。

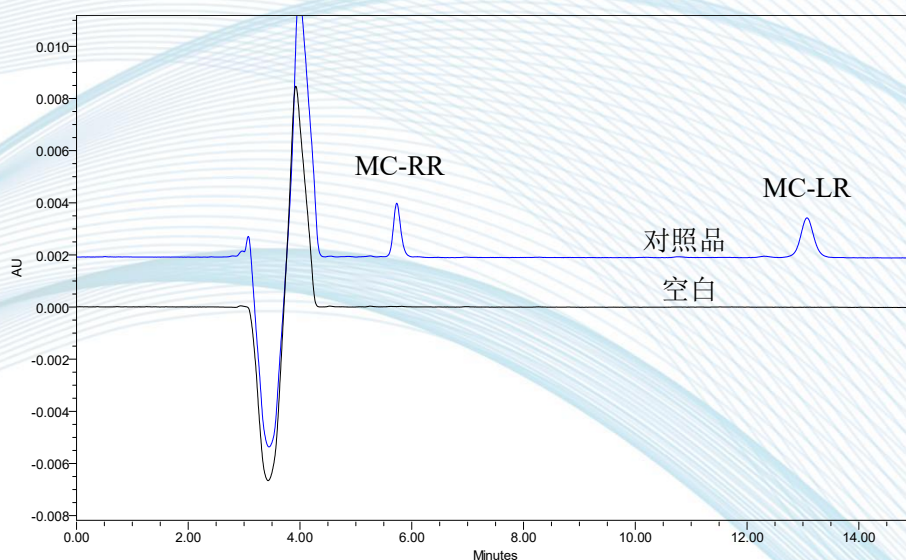


图 1 自来水基质中微囊藻毒素（MC-LR、MC-RR）色谱图

表 1 重复 6 针微囊藻毒素对照品重复性的数据结果

序号	MC-RR		MC-LR	
	保留时间 (min)	峰面积	保留时间 (min)	峰面积
1	5.694	39299	12.978	49848
2	5.689	39515	12.989	49279
3	5.693	39614	12.997	50220
4	5.695	39511	12.994	49050
5	5.696	39313	12.983	49590
6	5.700	39414	13.000	49158
RSD (%)	0.062	0.316	0.065	0.909

线性、检测限、定量限结果

实验针对微囊藻毒素（MC-LR、MC-RR）进行了线性考察。以待测物峰面积为纵坐标，待测物浓度为横坐标绘制标准曲线，微囊藻毒素（MC-LR、MC-RR）在 0.30~5.0 $\mu\text{g/mL}$ 范围内线性良好，相关系数 R^2 大于 0.9999。以色谱峰峰高信噪比 $S/N \geq 3$ 为方法检测限（LOD）， $S/N \geq 10$ 为方法定量限（LOQ）。结果微囊藻毒素（MC-LR、MC-RR）定量限远低于国标限度，因此本方案满足生活饮用水中微囊藻毒素（MC-LR、MC-RR）含量的检测。

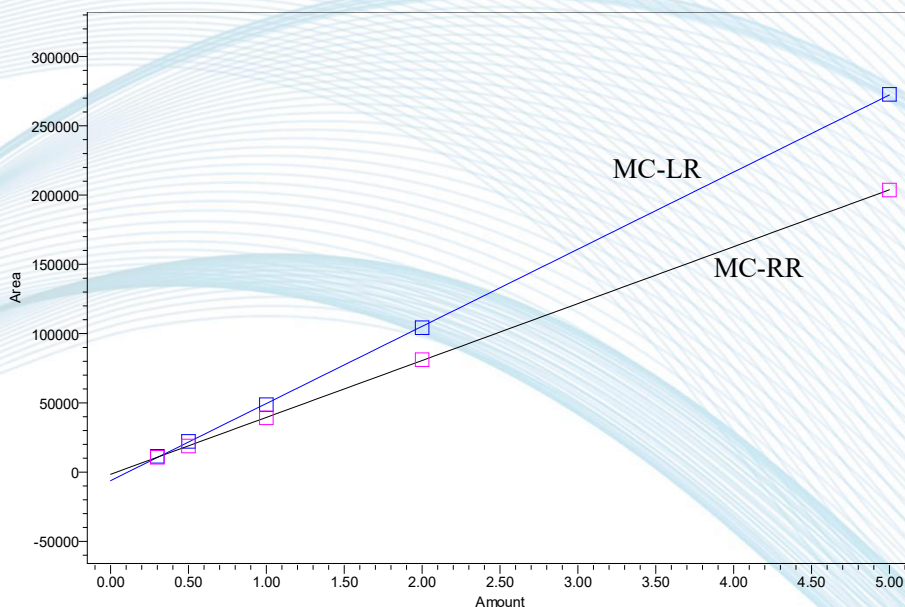


图 2 微囊藻毒素（MC-LR、MC-RR）标准曲线结果图

结论

从实验结果可知，使用 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil VC-C18 ($4.6 \times$

250 mm, 5 μm , 100 $\text{\AA}$) 色谱柱, 可以实现生活饮用水中微囊藻毒素 (MC-LR、MC-RR) 的良好检测。样品无杂质干扰, 线性符合国标要求, 微囊藻毒素 (MC-LR、MC-RR) 定量限均低于国标限度, 因此本方案满足生活饮用水中微囊藻毒素 (MC-LR、MC-RR) 含量的检测。

4.8 生活饮用水中微囊藻毒素含量的检测（Online SPE+LC-MS/MS）

适合有机物指标检测：MC-LR

色谱条件

仪 器：在线 SPE 串联 HPMS-TQ 高效液相色谱串联质谱仪

色 谱 柱：Alphasil VC- C18, 2.1 × 100 mm, 2.5 μm, 100 Å；在线 SPE 柱

柱 温：40 °C

进 样 量：5 mL

在线固相萃取方法：四元梯度洗脱

分析柱洗脱方法：二元梯度洗脱

质谱条件

离子源	ESI+	喷雾气（GS1）	50 psi
扫描模式	MRM	辅助加热气（GS2）	50 psi
气帘气压力（CUR）	25 psi	离子源温度（TEM）	550 °C
离子化电压（IS）	5500 V	碰撞气（CAD）	9 psi

MRM 参数：

化合物	母离子（m/z）	子离子（m/z）	去簇电压（DP）	碰撞能（CE）
MC-LR	498.4	135.1*	40	16
		103.1		75

*为定量离子

典型谱图

对自来水基质中加标 20 ng/L 标准品，采用 Online SPE 串联液质进行测定，具体结果见图 1。

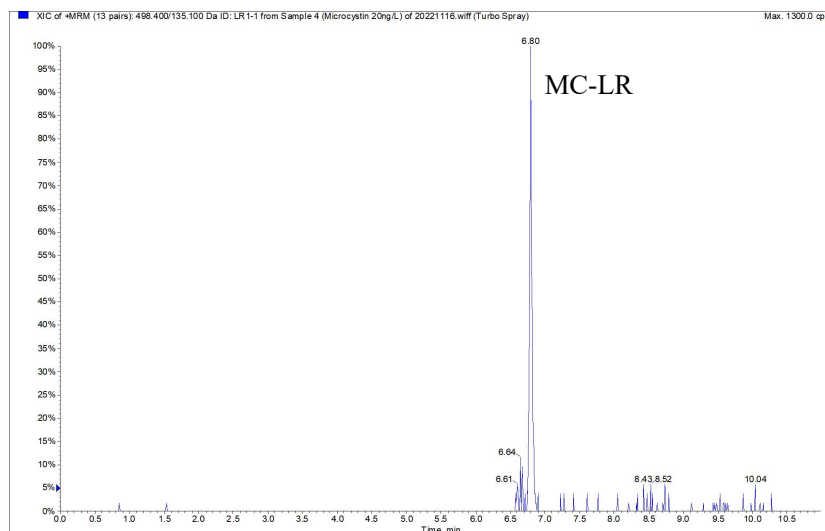


图1 自来水基质中微囊藻毒素 MC-LR 色谱图

回收率结果

通过对纯净水样品加标回收实验来验证方法准确性，对纯水进行加标（30 ng/L），测定回收率在 85%以上，符合国标要求。

结论

从实验结果可知，使用 Online SPE 串联 HPMS-TQ 可以实现生活饮用水中微囊藻毒素（MC-LR）的良好检测。样品无杂质干扰，加标回收符合国标要求，微囊藻毒素（MC-LR）定量限远低于国标限度，该方法灵敏度高。