

SCEIX在饮用水地下水地表水中有机污染物测定的整体解决方案

—— 无需富集，大体积进样即可满足国家标准限量要求

A Solution for the Determination of Organic Contaminants in Drinking Water, Ground Water and Surface Water by Direct Injection with SCIEX Triple Quad™ 3500 System

翟南南，孙小杰，刘冰洁，郭立海

Zhai Nannan, Sun Xiaojie, Liu Bingjie, Guo Lihai

SCIEX China

Key Words: LC-MS/MS, Drinking Water, Ground Water, Surface Water, Triple Quad™ 3500

我国目前出台的对于水环境中检测的标准有地表水环境质量标准（GB3838-2002）、生活饮用水国家标准（GB5749-2006）、生活饮用水国家标准报批稿（GB5749-2021）和地下水质量标准（GB14848-2017）共规定了可用LC-MS/MS法测定的约21种化合物的限量值。

本文采用SCIEX Triple Quad™ 3500系统，建立了水中23种化合物的定量方法（增加了2种微囊藻毒素类化合物），为水环境中该23种化合物的残留问题提供了简单快速的解决方案。

本方法具有以下特点：

1. 本方法覆盖了GB 3838-2002, GB 5749-2006, GB 5749-2021（报批稿），GB 14848-2017中21种化合物
2. 23种化合物的测定下限完全满足GB 3838-2002, GB 5749-2006, GB 5749-2021（报批稿），GB 14848-2017要求
3. 水样品直接进样，无需富集，简单、快速，省时、省力

仪器设备

SCIEX ExionLC™系统+ SCIEX Triple Quad™ 3500系统



样品前处理

- 饮用水过滤后，进行LC-MS/MS分析

液相方法

色谱柱：Phenomenex Kinetex Biphenyl（50 × 3.0 mm, 2.6 μm）

流动相：A：水（5mM甲酸铵）；B：甲醇

流速：0.4 mL/min；

柱温：40℃；

梯度洗脱

时间 (min)	A (%)	B (%)
0.00	95	5
0.50	95	5
2.00	5	95
5.00	5	95
5.10	95	5
7.00	95	5

质谱方法

本方法分为ESI源正离子模式检测，ESI源负离子模式检测，APCI源负离子模式检测

离子源参数	ESI+	ESI-	APCI-
碰撞气 CAD	8 psi	8 psi	8 psi
雾化气 GS1	60 psi	60 psi	60 psi
辅助气 GS2	70 psi	70 psi	/
电晕针电流 NC	/	/	3 μ A
气帘气 CUR	25 psi	25 psi	25 psi
源温度 TEM	600 $^{\circ}$ C	600 $^{\circ}$ C	250 $^{\circ}$ C
IS电压	5500	-4500	/

备注：各化合物质谱参数见附表

实验结果

1. 23种化合物的典型色谱图

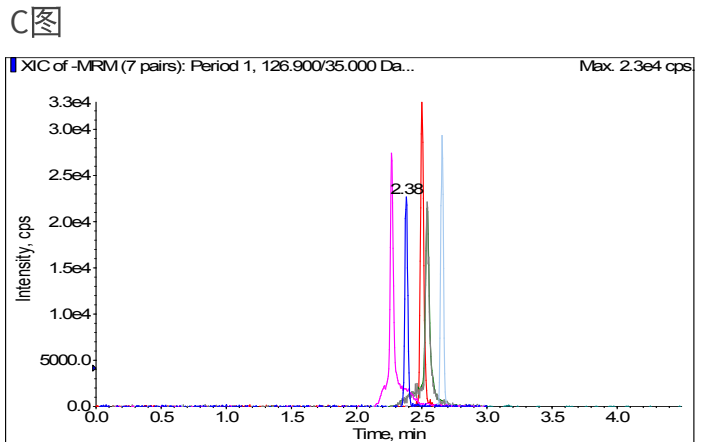
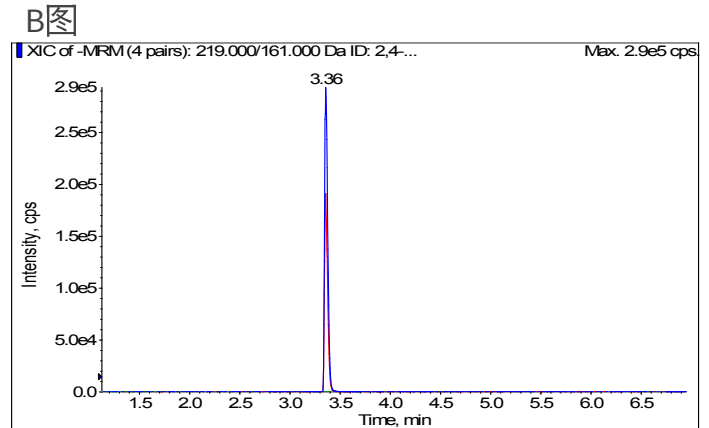
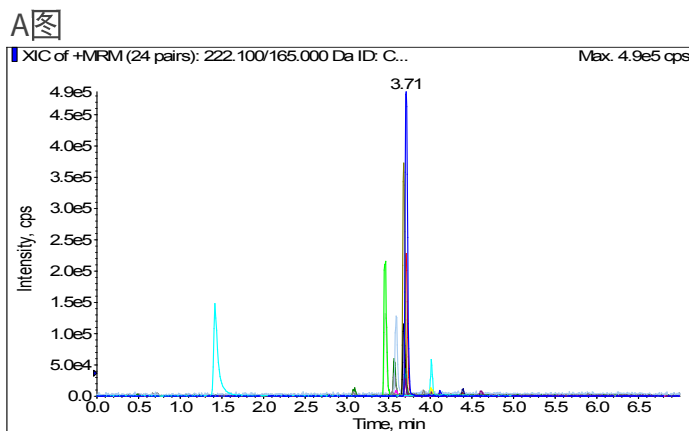
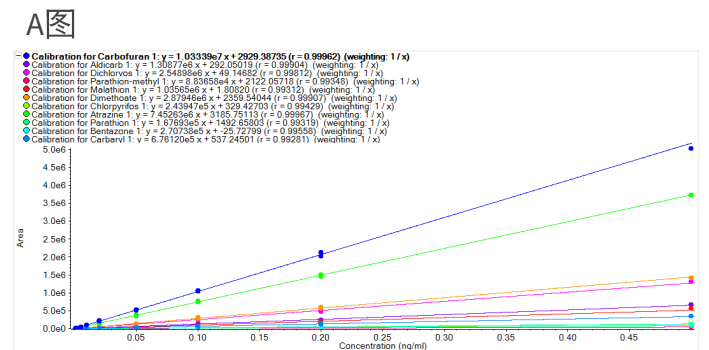


图1. 水中23种化合物的色谱图 (A图: ESI+, B图: ESI-, C图: APCI-)

2. 该方法的测定下限满足/优于现行标准 (见表1)

3. 线性范围: 在水中, 各化合物的线性良好 ($r > 0.99$), 可真正用于实际样品的检测



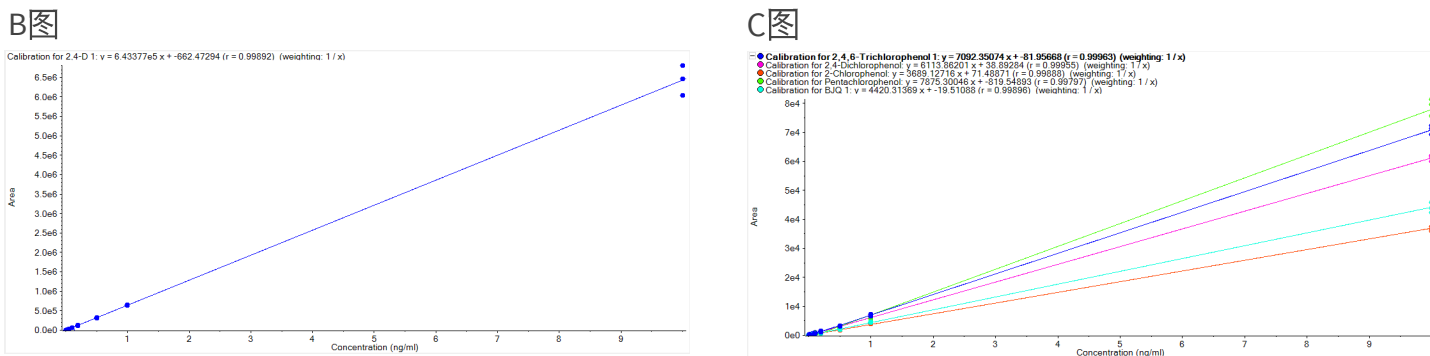


图2. 水中23种化合物的线性曲线 (A图: ESI+, B图: ESI-, C图: APCI-)

表1. 本方法和GB 3838-2002, GB 5749-2006, GB 5749-2021 (报批稿), GB 14848-2017测定下限

序号	化合物	英文名	测定下限 (µg/L)			
			GB3838-2002	GB5749-2021	GB14848-2017	本方法
1	2,4-滴	2,4-D		30	0.1	0.025
2	呋喃丹(克百威)	Carbofuran		7	0.05	0.005
3	涕灭威	Aldicarb			0.05	0.005
4	敌敌畏	Dichlorvos	50	1	0.05	0.025
5	甲基对硫磷	Parathion-methyl	2	9	0.05	0.05
6	马拉硫磷	Malathion	50	250	0.05	0.01
7	乐果	Dimethoate	80	6	0.05	0.005
8	毒死蜱	Chlorpyrifos		30	0.05	0.01
9	百菌清	Chlorothalonil	10	10	0.05	0.05
10	莠去津(阿特拉津)	Atrazine	3	2	0.05	0.005
11	氯苯酚	2-Chlorophenol		A图		0.5
12	2,4-二氯苯酚	2,4-Dichlorophenol	93			0.5
13	2,4,6-三氯酚	2,4,6-Trichlorophenol	200	200		0.1
14	五氯酚	Pentachlorophenol	9	9		0.02
15	对硫磷	Parathion	3	3		0.1
16	灭草松	Bentazone		300		0.025
17	甲萘威	Carbaryl	50			0.025
18	丙烯酰胺	Acrylamide	0.5	0.5		0.025
19	溴氰菊酯	Deltamethrin		20		1.0
20	乙草胺	Acetochlor		20		0.5
21	微囊藻毒素-LR	Microcystin-LR	1	1		0.05
22	微囊藻毒素-RR	Microcystin-RR				0.05
23	微囊藻毒素-YR	Microcystin-YR				0.05

总结

本文在SCIEX Triple Quad™ 3500 系统上，建立了一套LC-MS/MS方法，该方法完全能覆盖目前水环境国家标准中要求的使用液质联用测定的化合物的检测要求，且该方法的测定下限优于现行标准，为客户提供了准确定量水质中农药残留的LC-MS/MS检测方法。

附表： 23种化合物的质谱参数

检测模式	Compound	Q1	Q3	DP	CE
ESI +	丙烯酰胺 Acrylamide	72	55.1	30	15
		72	43.9	30	22
	呋喃丹 (克百威) Carbofuran	222.1	165	70	17
		222.1	123.1	70	29
	涕灭威 Aldicarb	116.1	89	47	10
		116.1	70	47	10
	敌敌畏 Dichlorvos	221	109	70	23
		221	127	70	25
	甲基对硫磷 Parathion-methyl	264	124.9	40	26
		264	231.9	40	24
	马拉硫磷 Malathion	331	127	64	17
		331	285	64	13
	乐果 Dimethoate	230	125	56	29
		230	199	56	13
	毒死蜱 Chlorpyrifos	350	198	82	29
		350	97	82	49
	莠去津 (阿特拉津) Atrazine	216.1	174	71	23
		216.1	104	71	39

检测模式	Compound	Q1	Q3	DP	CE
ESI +	对硫磷 Parathion	292	236	80	20
		292	264	80	15
	灭草松 Bentazone	241	199	20	15
		241	107	20	35
	甲萘威 Carbaryl	202.1	145	54	15
		202.1	127	54	40
	溴氰菊酯 Deltamethrin	523.1	281	40	21
		523.1	506	40	13
	乙草胺 Acetochlor	270.2	133.1	36	47
		270.2	148	36	29
	微囊藻毒素-LR Microcystin-LR	498.4	135.1	40	16
		498.4	103.1	40	75
	微囊藻毒素-RR Microcystin-RR	519.9	135.1	70	45
		519.9	103.1	70	90
微囊藻毒素-YR Microcystin-YR	523.4	135.1	65	20	
	523.4	103.1	65	75	
ESI -	2,4-滴 2,4-D	219	161	-40	-19
		221	163	-40	-19
APCI -	百菌清 Chlorothalonil	244.8	181.8	-60	-39
		244.8	244.8	-60	-10
APCI -	氯苯酚 2-Chlorophenol	126.9	35	-39	-40
	2,4-二氯苯酚 2,4-Dichlorophenol	160.9	35	-70	-40
	2,4,6-三氯苯酚 2,4,6-Trichlorophenol	194.9	35	-100	-50
		194.9	159	-100	-30
	五氯苯酚 Pentachlorophenol	264.7	35	-70	-61
		264.7	36.9	-70	-56

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2021 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-13799-ZH-A



SCIEX中国

北京分公司
北京市朝阳区酒仙桥中路24号院
1号楼5层
电话: 010-5808-1388
传真: 010-5808-1390
全国咨询电话: 800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心
上海市长宁区福泉北路518号
1座502室
电话: 021-2419-7200
传真: 021-2419-7333
官网: sciex.com.cn

广州分公司
广州市天河区珠江西路15号
珠江城1907室
电话: 020-8510-0200
传真: 020-3876-0835
官方微信: SCIEX-China