

# 氯酸盐和高氯酸盐的LC-MS/MS在饮用水种定量分析检测

## Simultaneous Determination of Perchlorate and Chlorate in drinking water by LC-MS /MS

刘青, 杨总, 刘冰洁, 郭立海

Liu Qing, Yang Zong, Liu Bingjie, Guo Lihai

SCIEX应用支持中心, 中国

SCIEX Application Support Center, China

**Key Words:** Perchlorate, Chlorate

### 引言

氯酸盐和高氯酸盐是一种新型环境污染物, 具有高扩散性和持久性, 它可以干扰人体甲状腺的正常功能, 从而影响人体生长发育。饮用水中氯酸盐和高氯酸盐的测定对于保证人体健康有重要意义, 也是目前国际国内研究的热点问题。水专项全国调查发现, 我国地表水和地下水中高氯酸盐的检出率很高, 其中长江流域污染最严重, 本文依照GB 5749《生活饮用水卫生标准》, 利用SCIEX液相色谱串联三重四极杆质谱建立了饮用水中氯酸盐和高氯酸盐的液相色谱串联三重四极杆质谱(LC-MS/MS)解决方案, 结果完全符合GB 5749的要求。

## 1 实验方法

### 1.1 样品前处理

饮用水:

准确移取1.0 mL饮用水, 加入混合同位素内标液, 涡旋震荡10 s, 经0.22 μm再生纤维素滤膜过滤后, 取续滤液供液相色谱-串联质谱仪测定。

### 1.2 液相色谱条件

液相系统: SCIEX ExionLC™ AD 系统

色谱柱: Acclaim Trinity P1复合离子交换柱

(50 mm × 2.1 mm, 3 μm), 或性能相当者。

流动相: A为20 mmol/L甲酸铵溶液;

B为乙腈。流速: 0.5 mL/min

柱温: 40°C

洗脱程序: 梯度洗脱(表1)

表1. 液相梯度洗脱

Time (min)	A%	%B
0.5	65	35
4	35	65
5	10	90
7	10	90
8	65	35

### 1.3 质谱条件

扫描模式: 多反应监测MRM扫描模式, 负离子模式, MRM离子对见(表2)

离子源: ESI源;

离子源参数:

喷雾电压(IS): -4500 V;

离子源温度: 600 °C;

气帘气(CUR): 25 psi;

碰撞气(CAD): High;

雾化气(GS1): 60 psi;

辅助雾化气(GS2): 70 psi

表2. 离子对信息

母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	保留时间 (min)	离子名称	去簇电压 (V)	碰撞能量 (eV)
83.0	67.0	2.61	氯酸根1	-52	-12
85.0	69.0	2.61	氯酸根 2	-52	-43
99.0	83.0	4.60	高氯酸根1	-80	-35
101.0	85.0	4.60	高氯酸根2	-80	-35
89.0	71.0	2.61	氯酸根-18O3	-45	-15
107.0	89.0	4.60	高氯酸盐-18O4	-45	-32

## 2 实验结果

**2.1 方法重复性考察:** 饮用水中氯酸盐和高氯酸盐0.15 µg/L浓度下连续进样6针, 所有化合RSD<2.5% (表3)。

表3. 氯酸盐和高氯酸盐0.15 µg/L下重复性

化合物名称	浓度	重复进样次数	标准偏差%
氯酸盐	0.15µg/L	6	2.15
高氯酸盐	0.15µg/L	6	1.67

**2.2 回归曲线:** 氯酸盐 (0.05-10 µg/L) 和高氯酸盐 (0.005-10µg/L) 的回归曲线 (图1), 线性良好 ( $r > 0.999$ )。

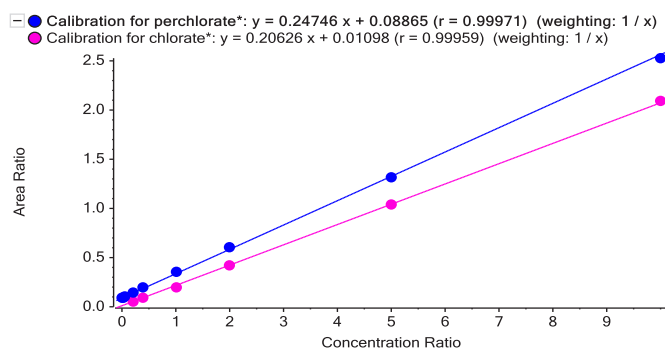


图1. 氯酸盐 (0.05-10 µg/L) 和高氯酸盐 (0.005-10 µg/L) 的回归曲线

**2.3 提取回收率的考察:** 本实验采用饮用水水氯酸盐和高氯酸盐分别做 0.15 µg/L, 结果表明回收率在 80%~120% (表4) (表5)。

表4. 高氯酸盐回收结果

化合物名称	平均回收率%	平行加标样品	标准偏差%
饮用水	96.9	3	2.12

表5. 氯酸盐回收结果

化合物名称	平均回收率%	平行加标样品	标准偏差%
饮用水	89.9	3	3.11

**2.4 方法满足标准要求:** 本方法中氯酸盐的检测浓度分别为 0.05 µg/L (图2), 高氯酸盐的检测浓度为0.005 µg/L (图3) 远低于GB 5749饮用水种高氯酸盐, 氯酸盐的定量限为0.7mg/L的要求。

XIC from 20210126 test.wiff (sample 50) - STD-0.05, -MRM (8 transitions): chlorate\* (82.9 / 67.0)

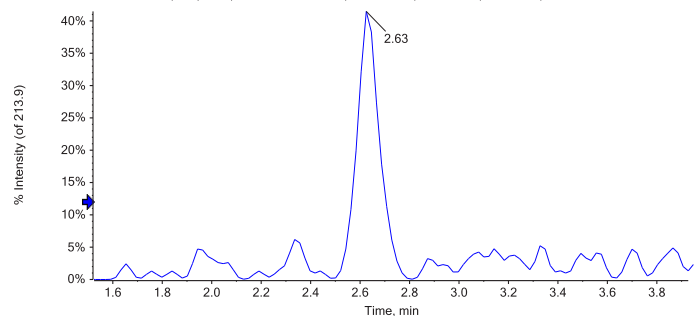


图2. 0.05 ng/L氯酸盐

XIC from 20210126 test.wiff (sample 68) - STD-0.005pre, -MRM (6 transitions): perchlorate (99.0 / 83.0)

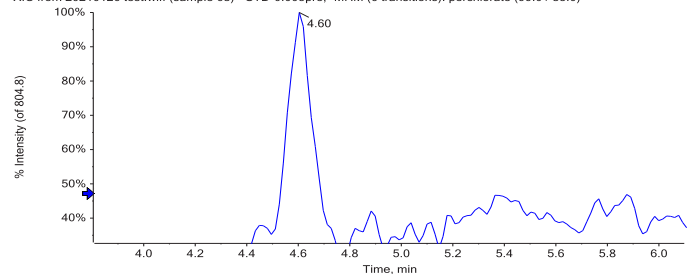


图3. 0.005 µg/L高氯酸盐

### 3 小结

本文建立了高效液相色谱串联质谱快速检测饮用水氯酸盐和高氯酸盐。在氯酸盐（0.05-10 $\mu\text{g/L}$ ）和高氯酸盐（0.005-10 $\mu\text{g/L}$ ）的浓度范围内线性相关系数 $r > 0.999$ ，在0.15 $\mu\text{g/L}$ 饮用水加标2种化合物在0.15  $\mu\text{g/L}$ 浓度下连续进样6针，所有化合RSD $< 2.5\%$ ，加标回收率在80%~120%。

本方法中氯酸盐的检测浓度分别为0.05  $\mu\text{g/L}$ ；高氯酸盐的定量限分别为0.005 $\mu\text{g/L}$ ，远低于远低于GB 5749饮用水种高氯酸盐，氯酸盐0.7mg/L的要求，完全满足检验实验的需求，为饮用水相关检测单位提供重要的参考。

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-02-13800-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](http://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