

分析与监测

DOI: 10.19853/j.zgjsps.1000-4602.2023.14.025

## 气相色谱-串联质谱法测定饮用水中5种新污染物

于志勇, 王娟, 韩思琪, 杨陈于, 李红岩

(中国科学院生态环境研究中心 饮用水科学与技术重点实验室, 北京 100085)

**摘要:** 为满足饮用水中1,4-二噁烷、二氯乙腈、二溴乙腈、2,4,5-涕丙酸和二甲戊乐灵等新污染物的检测需求,对北京市主力水厂的污染水平进行调查,建立了气相色谱-串联质谱法同时测定生活饮用水及水源水中5种新污染物的分析方法。对前处理条件中的萃取剂种类、萃取剂体积和水样的盐度以及气相色谱质谱检测条件进行了优化,最终调节100 mL水样的盐度为2%,以25 mL二氯甲烷为萃取剂,富集浓缩后经HP-5 ms毛细管色谱柱分离,MRM模式定量分析。结果表明,5种新污染物的线性相关系数均大于0.999,加标回收率为73.3%~113%,检出限为0.002~0.06  $\mu\text{g/L}$ ,相对标准偏差为3.7%~12%。该方法适用于生活饮用水及水源水中痕量1,4-二噁烷、二氯乙腈、二溴乙腈、2,4,5-涕丙酸和二甲戊乐灵的检测,能够满足世界卫生组织(WHO)《饮用水水质准则》的检测要求。采用该方法检测了北京市主力水厂2018年—2020年的饮用水水样,结果表明5种污染物均未检出,健康风险较低。

**关键词:** 饮用水; 气相色谱-质谱; 高通量检测; 新污染物; 液液萃取

**中图分类号:** TU991 **文献标识码:** B **文章编号:** 1000-4602(2023)14-0148-07

## Gas Chromatography-Tandem Mass Spectrometry for Determination of Five Emerging Contaminants in Drinking Water

YU Zhi-yong, WANG Juan, HAN Si-qi, YANG Chen-yu, LI Hong-yan

(Key Laboratory of Drinking Water Science and Technology, Research Center for Eco-Environmental Science, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100085, China)

**Abstract:** This paper investigated the pollution of emerging contaminants in the main water supply plants in Beijing and established a gas chromatography-tandem mass spectrometry method for simultaneous determination of five emerging contaminants in drinking water and source water, so as to meet the detection demand of 1,4-dioxane, dichloroacetonitrile, dibromoacetonitrile, fenoprop and pendimethalin in drinking water. The type, volume of the extractant, salinity of water samples, and the detection conditions of gas chromatography-mass spectrometry were optimized. The salinity of water samples with volume of 100 mL was adjusted to 2%, and dichloromethane with volume of 25 mL was used as the extractant. After enrichment and concentration, the samples were separated by HP-5 ms capillary column and analyzed quantitative by MRM mode. The linear correlation coefficients of the five emerging

基金项目: 国家重点研发计划项目(2021YFC3200804); 中国科学院院所两级公共技术中心优秀集体项目(E2Y1010201)

通信作者: 李红岩 E-mail: hyli@rcees.ac.cn

contaminants were all greater than 0.999, the spiked recoveries were 73.3%–113%, the detection limits were 0.002–0.06  $\mu\text{g/L}$ , and the relative standard deviations were 3.7%–12%. The method is suitable for the determination of trace 1, 4-dioxane, dichloroacetonitrile, dibromoacetonitrile, fenoprop and pendimethalin in drinking water and source water, and meets the testing requirements of the *Guidelines for Drinking Water Quality* proposed by the World Health Organization. The method was applied to detect drinking water samples from the main water supply plants in Beijing from 2018 to 2020, and the results showed that none of the five emerging contaminants were detected, indicating that the health risk was low.

**Key words:** drinking water; gas chromatography-mass spectrometry; high throughput analysis; emerging contaminant; liquid-liquid extraction

## 1 研究背景

随着工农业发展以及科研和检测水平的提高,越来越多与健康相关的新型毒理指标日益受到重视。其中1,4-二噁烷<sup>[1]</sup>、二氯乙腈、二溴乙腈<sup>[2]</sup>、2,4,5-涕丙酸和二甲戊乐灵<sup>[3]</sup>等被证实具有生物毒性、环境持久性或生物累积性(其来源及性质如表1所示),世界卫生组织(WHO)《饮用水水质准则》中对

此5种污染物均提出了限值标准,分别为50、20、70、9和20  $\mu\text{g/L}$ ;美国《饮用水标准和健康指导》中规定2,4,5-涕丙酸的最高浓度为50  $\mu\text{g/L}$ ;日本《饮用水水质标准》中规定1,4-二噁烷的最高浓度为50  $\mu\text{g/L}$ 。我国《生活饮用水卫生标准》(GB 5749—2006)和(GB 5749—2022)均未对这5种物质提出限值要求,尚未纳入生活饮用水的水质管理。

表1 5种新污染物的环境来源及性质

Tab.1 Environmental sources and properties of five emerging contaminants

| 化合物       | 环境来源                | 毒性             | 沸点/ $^{\circ}\text{C}$ | $\log P$ | 极性   |
|-----------|---------------------|----------------|------------------------|----------|------|
| 1,4-二噁烷   | 溶剂、乳化剂、去垢剂、化妆品表面活性剂 | 2B类致癌物         | 100 ~ 102              | -0.27    | 非极性  |
| 二氯乙腈      | 饮用水消毒副产物            | 致突变性、细胞毒性和遗传毒性 | 110 ~ 112              | 1.07     | 弱极性  |
| 二溴乙腈      | 饮用水消毒副产物            | 致突变性、细胞毒性和遗传毒性 | 67 ~ 69                | 1.30     | 弱极性  |
| 2,4,5-涕丙酸 | 除草剂和植物生长调节剂         | 2B类致癌物         | 379                    | 3.56     | 中等极性 |
| 二甲戊乐灵     | 除草剂和烟草抑芽剂           | 三级毒性物质、人类可疑致癌物 | 421                    | 5.56     | 中等极性 |

为便于开展这5种新型物质的调查研究,通常需对大量样品进行批量检测,因此要求检测方法具有高通量、高灵敏度特点。目前已发表的检测方法以气相或气质法进行单物质或同类物质检测为主,1,4-二噁烷主要采用液液萃取或吹扫捕集结合气相色谱质谱法分析<sup>[1,4]</sup>,二氯乙腈、二溴乙腈主要采用液液萃取、吹扫捕集或静态顶空结合气相色谱法分析<sup>[5-9]</sup>,2,4,5-涕丙酸主要采用固相膜萃取-衍生化或固相萃取结合气相色谱质谱法或液相色谱质谱法分析<sup>[10-12]</sup>,二甲戊乐灵主要采用液液萃取或固相萃取结合气相色谱质谱法或液相色谱法分析<sup>[3,13]</sup>,尚无不同类型目标物高通量检测的报道。

气相色谱-三重四极杆质谱法具有高效分离能力,采用母离子和子离子共同定性定量,能有效降低假阳性,避免干扰,提高检测灵敏度,适合于挥发性和半挥发性、非(弱)极性和中等极性有机污染物

的高通量分析。从表1可以看出,5种新污染物为挥发性和半挥发性物质,极性从非极性到中等极性,采用吹扫捕集、固相萃取等前处理方法均不能很好地对5种物质同时进行富集处理。液液萃取法是常用的一种前处理技术,用于水中非(弱)极性和中等极性有机化合物的提取富集。影响液液萃取效率的因素主要包括萃取剂的种类和用量,针对水体中弱极性和中等极性目标物的提取,二氯甲烷和正己烷是最常用的萃取剂。无机盐加入到水相后,引入的盐离子会显著影响分析物在水相和萃取相之间的分配系数<sup>[14]</sup>,从而改变液液萃取过程中目标物的回收率。如果条件控制不当,目标物和盐离子之间发生静电作用<sup>[15]</sup>和黏性阻力效应<sup>[16]</sup>时,则阻碍目标物向萃取相的迁移,反而导致回收率降低。

因此本研究针对萃取剂的选择、萃取剂体积、样品的盐度和仪器条件进行优化,建立液液萃取-

气相色谱-串联质谱法同时测定饮用水中的1,4-二噁烷、二氯乙腈、二溴乙腈、2,4,5-涕丙酸和二甲戊乐灵,为实现大批量同时检测饮用水中5种新污染物提供支撑。

## 2 实验部分

### 2.1 仪器与试剂

GC 2010 Plus气相色谱仪配备AOC-20i自动进样器;TQ 8040三重四极杆串联质谱仪(日本Shimadzu公司);HP-5 ms石英毛细管柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm,美国Agilent公司);液液萃取装置;SR-2DW振荡摇床(日本Taitec公司);R210旋转蒸发仪(瑞士Buchi公司)和K-D浓缩器。

标准溶液:1,4-二噁烷(CAS:123-91-1,100 μg/mL)、二氯乙腈(CAS:3018-12-0,5 mg/mL)和二溴乙腈(CAS:3252-43-5,5 mg/mL)均购自美国AccuStandard公司;2,4,5-涕丙酸(CAS:93-72-1,100 mg)购自德国Dr. E公司;二甲戊乐灵(CAS:40487-42-1,1 000 μg/mL)购自美国O2Si公司;内标:甲苯-d8(999 μg/mL)购自中国坛墨质检科技股份有限公司;甲醇:LC-MS级(4 L,美国ThermoFisher公司);二氯甲烷:农残级(4 L,美国ThermoFisher公司);氯化钠:优级纯(500 g,中国国药集团化学试剂有限公司);无水硫酸钠:分析纯(500 g,中国国药集团化学试剂有限公司)。

### 2.2 样品采集和前处理方法

#### 2.2.1 样品采集

用预先洗涤干净并干燥的棕色玻璃瓶(250 mL)采集水样,满瓶采集,如有余氯则需加0.02 g/L抗坏血酸。采集的水样0~4℃避光保存,7 d内完成分析。

#### 2.2.2 液液萃取

量取100 mL水样于250 mL分液漏斗中,加2 g烘干后的氯化钠。加入0.5 μg/mL内标使用液20 μL后,再加入25 mL二氯甲烷进行萃取,振荡器以265 r/min的速度振荡10 min,静置分层1 h,二氯甲烷相收集于装有无水硫酸钠的锥形瓶中,再转入鸡心瓶旋转蒸发后用K-D浓缩器定容至1 mL待测。

### 2.3 仪器条件

#### 2.3.1 气相色谱分析条件

色谱柱升温程序:30℃保持5 min,以20℃/min升至260℃,保持10 min;进样口温度150℃;不分流

进样;载气:氦气,纯度为99.999%;恒流模式;CID气:氩气;载气流速1 mL/min;进样量1 μL。

#### 2.3.2 质谱条件

离子源:EI源,轰击能70 eV;离子源温度200℃;接口温度200℃;检测器电压0.96 kV;溶剂延迟时间3.5 min;扫描方式:多反应监测模式(MRM),条件见表2。

表2 5种新污染物和内标物的多反应监测条件

Tab.2 Multi-reaction monitoring conditions of MS for five emerging contaminants and internal references

| 化合物       | 定量离子对(m/z)  | 参考离子对(m/z)               | 碰撞电压/eV    |
|-----------|-------------|--------------------------|------------|
| 1,4-二噁烷   | 88.0>58.1   | 88.0>44.1, 88.0>43.0     | 9, 9, 18   |
| 二氯乙腈      | 74.0>47.0   | 82.0>47.0, 74.0>39.1     | 18, 27, 24 |
| 二溴乙腈      | 120.0>93.0  | 118.0>90.9, 120.0>39.1   | 15, 15, 24 |
| 2,4,5-涕丙酸 | 196.0>97.0  | 198.0>97.1, 196.0>131.9  | 27, 33, 18 |
| 二甲戊乐灵     | 252.0>162.1 | 162.0>147.0, 252.0>191.0 | 18, 12, 12 |
| 甲苯-d8     | 100.0>98.0  | 98.0>70.0, 100.0>70.0    | 15, 15, 27 |

### 2.4 方法验证

#### 2.4.1 线性范围

分别取一定量1,4-二噁烷、二氯乙腈、二溴乙腈、2,4,5-涕丙酸和二甲戊乐灵的标准使用液于二氯甲烷溶液中,制备6个浓度点的标准系列,各物质的浓度分别为1,4-二噁烷:0、1.0、5.0、10.0、50.0和200 μg/L,二氯乙腈:0、1.0、5.0、10.0、50.0和100 μg/L,二溴乙腈:0、10.0、20.0、100.0、500.0、1 000 μg/L,2,4,5-涕丙酸和二甲戊乐灵:0、20.0、50.0、200.0、500.0、1 000 μg/L,内标浓度为10.0 μg/L,贮存在棕色进样小瓶中,由低浓度到高浓度依次对标准系列溶液进样,1,4-二噁烷以内标法定量,其余4种物质外标法定量,建立校准曲线。

#### 2.4.2 准确度实验

取水源水和出厂水水样分别进行加标回收和精密度实验。向100 mL样品中加入已知浓度的5种目标化合物的混合标准溶液,考察低、中、高三个浓度水平下目标化合物的测定精密度和加标回收率,平行测定7次。

#### 2.4.3 检出限和定量限

按照《环境监测分析方法标准制订技术导则》(HJ 168—2020)计算方法检出限(MDL),方法的定

量限(MQL)按4倍检出限计算。

## 2.5 实际水样测定

2018年—2020年连续3年对北京市城区5个主要水厂的出厂水和管网水中的1,4-二噁烷、二氯乙腈、二溴乙腈、2,4,5-涕丙酸和二甲戊乐灵进行检测。为验证不同基体对方法有效性的影响,分别向出厂水和管网水水样中加标进行检测。

## 3 结果与讨论

### 3.1 气相色谱和质谱条件的优化结果

分别对5种目标化合物和内标物的气相色谱条件和质谱条件进行了优化,优化结果见第2.3.1和2.3.2节,总离子流图见图1。可以看出,20 min内可以完成5种目标物的分析,且色谱峰分离度良好。对照贾静等<sup>[1]</sup>采用气相色谱-质谱法22 min分析1,4-二噁烷,詹未等<sup>[5]</sup>采用气相色谱-质谱法28 min分析6种卤乙腈,胡勇等<sup>[8]</sup>采用气相色谱法15 min分析二氯乙腈和韩典峰等<sup>[13]</sup>采用气相色谱-质谱法20 min分析二甲戊乐灵等,本实验中,性质不同的5种目标物出峰时间相对提前3~18 min。此外,本研究分别采用1对定量离子对和2对参考离子对进行定性,能有效避免假阳性的结果,适合于大批量样品的快速检测。

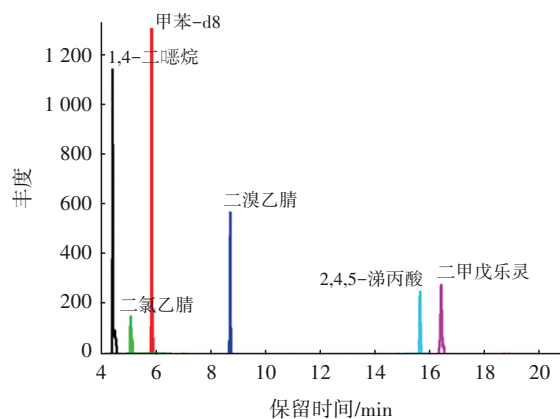


图1 5种目标化合物和内标物的总离子流图(MRM)

Fig.1 Total ion chromatogram for five target compounds and internal references (MRM)

### 3.2 萃取剂的选择

根据5种污染物的极性,本研究考察了正己烷和二氯甲烷作为提取溶剂的效果。分别用正己烷和二氯甲烷各25 mL萃取5种物质,平行测定6份,每种物质的回收率见图2。可见,二氯甲烷作为萃取剂时,1,4-二噁烷、二氯乙腈、二溴乙腈、2,4,5-涕丙酸和二甲戊乐灵的平均回收率为68.2%~

89.3%,而采用正己烷作为萃取剂时,对1,4-二噁烷和二氯乙腈没有萃取效果,二溴乙腈的平均回收率仅为28.4%。该结果与奚晔等<sup>[7]</sup>采用二氯甲烷萃取饮用水中的卤乙腈,李永新等<sup>[3]</sup>采用二氯甲烷萃取水中的二甲戊乐灵结果一致,侯秀华<sup>[4]</sup>比较了二氯甲烷和乙酸乙酯萃取废水中1,4-二噁烷的效果,也证实二氯甲烷的萃取效果是乙酸乙酯的8.3倍。因此,本研究选择二氯甲烷作为萃取剂。

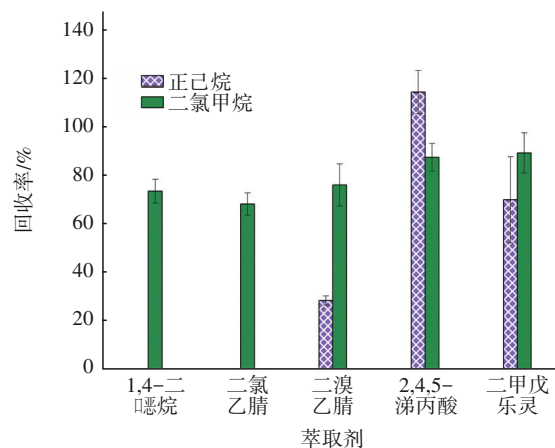


图2 不同萃取剂的影响

Fig.2 Influence of different extractants

### 3.3 萃取剂体积的影响

采用液液萃取法时,萃取剂的体积一般为样品体积的1/10~1/3。结合WHO《饮用水水质准则》中的限值标准要求,本方法将富集水样的体积设为100 mL,探索了15~30 mL不同体积的二氯甲烷对目标物回收率的影响,结果见图3。

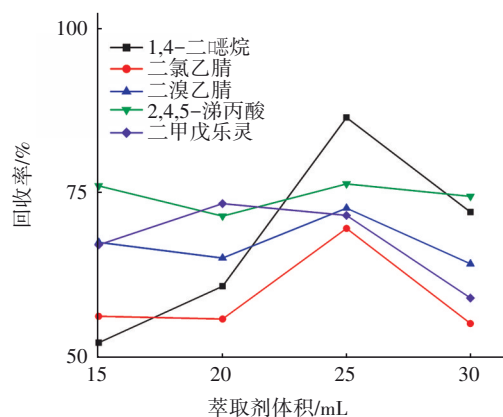


图3 萃取剂体积的影响

Fig.3 Influence of extractant volume

由图3可见,1,4-二噁烷、二氯乙腈、二溴乙腈和2,4,5-涕丙酸的回收率在二氯甲烷体积为25 mL时最高,30 mL时降低,二甲戊乐灵回收率在二氯甲



烷体积为 20 mL 后逐渐降低。综合考虑 5 种目标物的回收率,选择萃取剂体积为 25 mL。

3.4 盐度的影响

分别将不同量的氯化钠(0%~5%)加入去离子水中,考察盐度对目标化合物回收率的影响,结果见图 4。

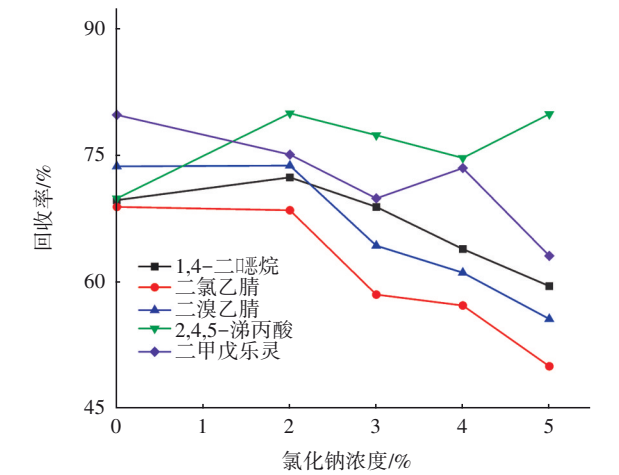


图 4 盐度的影响  
Fig.4 Influence of salinity

表 3 水源水和出厂水加标回收率(SR)、标准偏差(SD)、相对标准偏差(RSD)以及方法检出限(MDL)和定量限(MQL)  
Tab.3 Spiked recovery (SR)、standard deviation (SD)、relative standard deviation (RSD)、method detection limit (MDL) and method quantification limit (MQL) of source water and drinking water samples

| 化合物       | 加标浓度/<br>( $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ ) | 水源水            |       |   |   | 出厂水            |       |   |   |
|-----------|--|----------------|-------|---|---|----------------|-------|---|---|
|           |  | SR $\pm$ SD/%  | RSD/% | MDL/<br>( $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ ) | MQL/<br>( $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ ) | SR $\pm$ SD/%  | RSD/% | MDL/<br>( $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ ) | MQL/<br>( $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ ) |
| 1,4-二噁烷   | 0.01   | 91.6 $\pm$ 7.7 | 8.4   | 0.002                                       | 0.008                                       | 82.9 $\pm$ 9.5 | 12    | 0.003                                       | 0.02  |
|           | 0.5  | 82.2 $\pm$ 9.9 | 12    |   |   | 88.6 $\pm$ 7.1 | 8.1   |   |   |
|           | 2.0  | 97.4 $\pm$ 4.4 | 4.5   |   |   | 82.3 $\pm$ 4.5 | 5.4   |   |   |
| 二氯乙腈      | 0.05   | 93.8 $\pm$ 11  | 12    | 0.02  | 0.08  | 106 $\pm$ 13   | 12    | 0.02  | 0.08  |
|           | 0.1  | 81.0 $\pm$ 9.8 | 12    |   |   | 77.3 $\pm$ 9.2 | 12    |   |   |
|           | 1.0  | 73.8 $\pm$ 4.7 | 6.4   |   |   | 82.5 $\pm$ 4.4 | 5.3   |   |   |
| 二溴乙腈      | 0.1  | 93.7 $\pm$ 8.5 | 9.1   | 0.03  | 0.2   | 93.9 $\pm$ 7.5 | 8.0   | 0.02  | 0.08  |
|           | 1.0  | 74.1 $\pm$ 8.3 | 11    |   |   | 73.3 $\pm$ 7.9 | 11    |   |   |
|           | 10.0   | 78.5 $\pm$ 4.8 | 6.1   |   |   | 83.7 $\pm$ 8.5 | 10    |   |   |
| 2,4,5-涕丙酸 | 0.2  | 90.5 $\pm$ 8.8 | 9.8   | 0.06  | 0.3   | 84.5 $\pm$ 6.5 | 7.7   | 0.04  | 0.2   |
|           | 1.0  | 98.7 $\pm$ 6.4 | 6.5   |   |   | 91.2 $\pm$ 6.0 | 6.5   |   |   |
|           | 10.0   | 94.7 $\pm$ 5.3 | 5.7   |   |   | 102 $\pm$ 3.8  | 3.7   |   |   |
| 二甲戊乐灵     | 0.2  | 102 $\pm$ 9.0  | 8.8   | 0.06  | 0.3   | 89.0 $\pm$ 6.9 | 7.8   | 0.04  | 0.2   |
|           | 1.0  | 86.8 $\pm$ 8.4 | 9.7   |   |   | 91.1 $\pm$ 6.7 | 7.3   |   |   |
|           | 10.0   | 94.2 $\pm$ 9.0 | 9.6   |   |   | 113 $\pm$ 8.8  | 7.8   |   |   |

由表 3 可见,水源水和出厂水中 5 种新污染物的检出限分别为 0.002~0.06  $\mu\text{g/L}$  和 0.003~0.04  $\mu\text{g/L}$ ,优于贾静等<sup>[1]</sup>和侯秀华<sup>[4]</sup>测定 1,4-二噁烷的检出限(分别为 1.02 mg/L 和 0.36  $\mu\text{g/L}$ )及奚晔等<sup>[7]</sup>

由图 4 可见,随着 NaCl 浓度从 0% 增加到 2%,2,4,5-涕丙酸的回收率从 69.8% 升高到 79.9%,其他 4 种化合物的回收率变化不明显。而当 NaCl 浓度从 2% 增加到 5% 时,2,4,5-涕丙酸的回收率无明显变化,1,4-二噁烷、二氯乙腈、二溴乙腈和二甲戊乐灵的回收率均比 0% 和 2% 氯化钠时逐渐下降,静电相互作用和黏性阻力效应占主导地位。本实验液液萃取时采用比奚晔等<sup>[7]</sup>的实验低的盐度,盐析效应较好,获得了相似的萃取效果。因此,本方法选择氯化钠浓度为 2%。

3.5 方法的线性、检出限、精密度和准确度

结合 WHO 等标准中 5 种物质的限值要求及水体中的污染水平,以及前期实验 5 种目标物在质谱上的响应差异,本研究确定了 5 种新污染物的线性范围:1,4-二噁烷在 0~200  $\mu\text{g/L}$ ,二氯乙腈在 0~100  $\mu\text{g/L}$ ,二溴乙腈、2,4,5-涕丙酸和二甲戊乐灵在 0~1 000  $\mu\text{g/L}$  范围内具有良好的线性关系,线性相关系数为 0.999 4~0.999 9。

方法的检出限和定量限结果见表 3( $n=7$ )。

测定饮用水中二溴乙腈的检出限(0.065~2.1  $\mu\text{g/L}$ )。水源水和出厂水中 5 种新污染物的定量限分别为 0.008~0.3  $\mu\text{g/L}$  和 0.02~0.2  $\mu\text{g/L}$ ,均低于 WHO《饮用水水质准则》中限值标准的 1/10。水源水和出厂

水中5种新污染物的回收率分别为73.8%~102%和73.3%~113%,尽管1,4-二噁烷的回收率低于50%,但通过内标校正后仍然可以获得满意的回收率(82.2%~97.4%)。本方法同时萃取富集5种不同类型目标物的回收率和文献<sup>[6,13]</sup>中富集单类物质的回收率处于相当水平。

### 3.6 实际样品测定

对北京市城区5座水厂的出厂水和管网水中的1,4-二噁烷、二氯乙腈、二溴乙腈、2,4,5-涕丙酸和二甲戊乐灵进行检测,5种目标物均未检出,表明北京市城区主要水厂的5种新污染物的健康风险较小。为验证不同基体对方法有效性的影响,分别向出厂水和管网水水样中加入0.3 μg/L的1,4-二噁烷、二氯乙腈、二溴乙腈和二甲戊乐灵,2 μg/L的2,4,5-涕丙酸,加标回收率分别为83.2%~89.3%和79.7%~94.1%。结果表明,水中基体未对定量结果造成干扰,可以进行准确检测。

### 4 结语

建立了液液萃取-气相色谱-串联质谱法检测生活饮用水及水源水中的1,4-二噁烷、二氯乙腈、二溴乙腈、2,4,5-涕丙酸和二甲戊乐灵的分析方法。在优化仪器分析条件的基础上,对样品前处理的萃取溶剂、萃取剂体积和水样盐度进行了优化,最终取25 mL二氯甲烷在2%的盐度下进行萃取,5种目标物低、中、高3个加标水平下的回收率为73.3%~113%,定量限为0.008~0.3 μg/L。本方法能够满足国外法规的要求,可用于环境水体中的相关监测与分析。北京市主力水厂2018年—2020年饮用水中5种新污染物均未检出,健康风险较低。

### 参考文献:

- [1] 贾静,杨志鹏. 吹扫捕集-气相色谱/质谱法测定地下水中1,4-二噁烷[J]. 岩矿测试, 2014, 33(4): 556-560. JIA Jing, YANG Zhipeng. Determination of 1, 4-dioxane in groundwater by purge and trap-gas chromatography/mass spectrometry [J]. Rock and Mineral Analysis, 2014, 33(4): 556-560 (in Chinese).
- [2] 陈雪曼,江学顶,张永利. 饮用水中消毒副产物处理技术的研究进展[J]. 佛山科学技术学院学报(自然科学版), 2020, 38(2): 53-57. CHEN Xueman, JIANG Xueding, ZHANG Yongli. Research progress of disinfection by-products treatment technology in drinking water [J]. Journal of Foshan University (Natural Sciences Edition), 2020, 38(2): 53-57 (in Chinese).
- [3] 李永新,李倩,潘红梅,等. 高效液相色谱法测定水中二甲戊乐灵[J]. 现代预防医学, 2006, 33(5): 786-789. LI Yongxin, LI Qian, PAN Hongmei, et al. Determination of trace pendimethalin in water by high performance liquid chromatography [J]. Modern Preventive Medicine, 2006, 33(5): 786-789 (in Chinese).
- [4] 侯秀华. 煤制乙二醇工艺废水中1,4-二噁烷的测定[J]. 石油化工, 2019, 48(6): 596-599. HOU Xiuhua. Determination of 1, 4-dioxane in wastewater from coal-to-ethylene glycol process [J]. Petrochemical Technology, 2019, 48(6): 596-599 (in Chinese).
- [5] 詹未,韩志宇,李勇,等. 吹扫捕集-气相色谱-三重四极杆质谱法同时测定饮用出厂水中6种卤乙腈[J]. 色谱, 2021, 39(7): 758-763. ZHAN Wei, HAN Zhiyu, LI Yong, et al. Simultaneous determination of six haloacetonitriles in finished water for drinking by purge and trap-gas chromatography-triple quadrupole mass spectrometry [J]. Chinese Journal of Chromatography, 2021, 39(7): 758-763 (in Chinese).
- [6] 裴赛峰,金成龙,俞超,等. 液液萃取气相色谱法测定饮用水中的25种消毒副产物[J]. 卫生研究, 2021, 50(6): 993-999, 1005. PEI Saifeng, JIN Chenglong, YU Chao, et al. Determination of 25 disinfection by-products in drinking water using liquid-liquid extraction and gas chromatography [J]. Journal of Hygiene Research, 2021, 50(6): 993-999, 1005 (in Chinese).
- [7] 奚晔,于娟,赵宜静,等. 气相色谱法测定饮用水中卤乙腈[J]. 实用预防医学, 2019, 26(3): 301-303. XI Ye, YU Juan, ZHAO Yijing, et al. Determination of halogenated nitrile in drinking water by gas chromatography [J]. Practical Preventive Medicine, 2019, 26(3): 301-303 (in Chinese).
- [8] 胡勇,李卓君,陈圆圆,等. 毛细管气相色谱法检测管网末梢水中二氯乙腈[J]. 邵阳学院学报(自然科学版), 2019, 16(6): 76-80. HU Yong, LI Zhuojun, CHEN Yuanyuan, et al. Determination of dichloroacetonitrile in the terminal tap water by capillary gas chromatography [J]. Journal of

- Shaoyang University (Natural Science Edition), 2019, 16(6):76-80 (in Chinese).
- [9] 张丰, 樊灿辉, 刘晓颖. 顶空-气相色谱法测定水中新兴消毒副产物[J]. 供水技术, 2019, 13(1): 53-55.
- ZHANG Feng, FAN Canhui, LIU Xiaoying. Determination of emerging disinfection by-products in water by headspace-gas chromatography [J]. Water Technology, 2019, 13(1):53-55(in Chinese).
- [10] 张莉, 桂建业, 赵国兴, 等. 固相萃取-超声洗脱-原位衍生法分析水中不同极性农药残留[J]. 分析化学, 2014, 42(4): 592-596.
- ZHANG Li, GUI Jianye, ZHAO Guoxing, *et al.* Determination of different polarity pesticide residues in water by solid phase membrane extraction-ultrasonic assisted elution-in situ derivatization method [J]. Chinese Journal of Analytical Chemistry, 2014, 42(4): 592-596 (in Chinese).
- [11] 桂建业, 张莉, 刘继华, 等. 固相萃取衍生气相色谱-负化学源质谱法检测水中酸性除草剂[J]. 分析化学, 2010, 38(8): 1177-1181.
- GUI Jianye, ZHANG Li, LIU Jihua, *et al.* Determination of acidic herbicide in water by derivatization gas chromatography-negative chemical ionization mass spectrometry with solid phase extraction [J]. Chinese Journal of Analytical Chemistry, 2010, 38(8): 1177-1181 (in Chinese).
- [12] 张蓓蓓, 胡冠九, 赵永刚, 等. 在线固相萃取-液相色谱-四极杆/飞行时间质谱法快速筛查水体中60种有机毒物[J]. 环境化学, 2018, 37(10):2159-2170.
- ZHANG Beibei, HU Guanjiu, ZHAO Yonggang, *et al.* Rapid screening and confirmation of 60 organic contaminants in water by online solid phase extraction and liquid chromatography-quadrupole/time-of-flight mass spectrometry [J]. Environmental Chemistry, 2018, 37(10):2159-2170 (in Chinese).
- [13] 韩典峰, 宫向红, 刘小静, 等. 固相萃取/气相色谱-质谱法测定海水中16种除草剂[J]. 分析测试学报, 2016, 35(7): 839-843.
- HAN Dianfeng, GONG Xianghong, LIU Xiaojing, *et al.* Determination of 16 herbicides in seawater by solid phase extraction/gas chromatography-mass spectrometry [J]. Journal of Instrumental Analysis, 2016, 35(7): 839-843 (in Chinese).
- [14] HAYAMA T. Development of analytical methods utilizing selectivity of fluoros affinity and their applications [J]. Chromatography, 2016, 37(1): 1-8.
- [15] GUO L, LEE H K. Ionic liquid based three-phase liquid-liquid-liquid solvent bar microextraction for the determination of phenols in seawater samples [J]. Journal of Chromatography A, 2011, 1218(28): 4299-4306.
- [16] REGUEIRO J, LLOMPART M, GARCIA-JARES C, *et al.* Ultrasound-assisted emulsification microextraction of emergent contaminants and pesticides in environmental waters [J]. Journal of Chromatography A, 2008, 1190(1/2): 27-38.

作者简介:于志勇(1976- ),男,河南西平人,博士,高级工程师,主要研究方向为水质有机分析。

E-mail:zyz@rcees.ac.cn

收稿日期:2022-05-26

修回日期:2022-06-16

(编辑:孔红春)

做好水文监测分析预报,保障国家水安全