

离子色谱-电感耦合等离子体质谱法测定 饮用水中痕量无机锑(III)

刘德晔, 姜新*

(江苏省疾病预防控制中心, 南京 210009)

摘要: **目的** 建立使用固相萃取(solid phase extraction, SPE)富集、在线氧化洗脱预处理, 离子色谱-电感耦合等离子体质谱联用(ion chromatography-inductively coupled plasma mass spectrometry, IC-ICP-MS)测定饮用水中痕量三价无机锑(iSb(III))的方法。 **方法** 水样中痕量 iSb(III)经过弱阳离子交换 SPE 柱富集后, 依次使用甲醇、水净化, 后使用 1% H₂O₂+1%氨水混合溶液洗脱, 洗脱液中 iSb(III)可全部转化为 iSb(V), IC-ICP-MS 测定 iSb(V)浓度间接测得饮用水中痕量 iSb(III)。水样中 iSb(V)不能被弱阳离子 SPE 富集, 因此不干扰测定。 **结果** 富集倍率为 10, 方法在 0.010~0.200 μg/L 范围内具有良好线性, 相关系数 *r* 为 0.996~0.998, 检出限 0.003~0.004 μg/L, 加标回收率 94%~102%, 日内相对标准偏差(RSD)1.7%~5.3%, 日间精密密度为 0.6%。 **结论** 本方法稳定可靠, 极低的检出限可用于饮用水中痕量甚至超痕量 iSb(III)的检测。

关键词: 离子色谱-电感耦合等离子体质谱法; 饮用水; 三价无机锑

Detection of trace inorganic antimony (III) in water by ion chromatography-inductively coupled plasma mass spectrometry

LIU De-Ye, JIANG Xin*

(Jiangsu Provincial Center of Disease Control and Prevention, Nanjing, 210009 China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of trace trivalent inorganic cerium [iSb(III)] in drinking water by solid phase extraction enrichment (SPE), online oxidation elution pretreatment, and ion chromatography-inductively coupled plasma mass spectrometry (IC-ICP-MS). **Methods** Trace iSb(III) was first enriched by a weak cationic exchange solid phase extraction (SPE) column, then purified by methanol and pure water. Finally, the enriched SPE column was eluted with 1% H₂O₂+1% NH₃. The iSb(III) in the eluent could be converted into iSb(V) completely. Since the iSb(V) could be easily detected by ion chromatography-inductively coupled plasma mass spectrometry (IC-ICP-MS) with shorter retention time and better peak shape, the iSb(III) in water was measured indirectly. The iSb(V) could not retain in a weak cationic exchange SPE column, so it brought no interfere with the method. **Results** When the enrichment factor was 10, the method had a satisfactory linearity with the curve ranging from 0.010 to 0.200 μg/L, and the linear coefficient *r* was 0.996–0.998. The LOD was of

基金项目: 江苏省“十三五”青年医学重点人才项目(QNRC2016540), 江苏省医学重点学科(实验室)项目(ZDXKA2016008)

Fund: Supported by Jiangsu Provincial Medical Youth Talent (QNRC2016540) and Jiangsu Provincial Medical Key Discipline (Laboratory) (ZDXKA 2016008)

*通讯作者: 姜新, 正高级技师, 主要研究方向为元素检测。E-mail: 345398653@qq.com

*Corresponding author: JIANG Xin, Professor, Jiangsu Provincial Center of Disease Control and Prevention, No. 172, Jiangsu Road, Nanjing 210009, China. E-mail: 345398653@qq.com

0.003–0.004 $\mu\text{g/L}$, and the recoveries were of 94%–102% with intra-day RSD of 1.7%–5.3% and inter-day RSD of 0.6%. **Conclusion** This method is stable and reliable, and the detection limit can be used for the detection of trace or even trace amounts of iSb(III) in drinking water.

KEY WORDS: ion chromatography-inductively coupled plasma mass spectrometry; drinking water; inorganic antimony (III)

1 引言

自然界中不同形态锑毒性高低顺序依次为单质锑 > 三价无机锑 > 五价无机锑 > 有机锑^[1,2]。锑化合物作为催化剂残留可能存在于塑料涉水管材管件或其他塑料制品中^[3–5], 锑矿区附近环境中亦有锑的存在^[6–8], 几乎均以无机锑形式存在。自然状态下, iSb(V) 的稳定性高于 iSb(III) ^[9,10], 但 iSb(III) 的毒性大于 iSb(V) 约 10 倍^[1,2], 因此即便水中 iSb(III) 含量低于 iSb(V) , 其带来的风险未必低于 iSb(V) 。

在非污染地区, 痕量锑在水中主要形态为 iSb(III) 和 iSb(V) ^[11]。Reimann 等^[12]研究了 11 个国家和地区地表水中锑的含量, 范围为 0.03~0.07 $\mu\text{g/L}$, 但未对其形态进行分析。Wu 等^[13]检测了长江表层水中 iSb(III) 和 iSb(V) , 含量分别为 0.029~0.736 $\mu\text{g/L}$ 和 0.121~2.567 $\mu\text{g/L}$; 长江底层水中 iSb(III) 和 iSb(V) 含量分别为 0.023~0.116 $\mu\text{g/L}$ 和 0.047~0.441 $\mu\text{g/L}$ 。我国生活饮用水卫生标准 GB 5749-2006^[14]规定生活饮用水中锑的限量为 5 $\mu\text{g/L}$, 美国环境保护署(Environmental Protection Agency, EPA)规定限量为 6 $\mu\text{g/L}$ ^[15]。在使用塑料材质的涉水产品中可能存在痕量的锑, 《生活饮用水输配水设备及防护材料安全评价规范(2001 版)》规定涉水管材管件浸泡液中锑含量不得高于 0.5 $\mu\text{g/L}$ 。考虑到 iSb(V) 和 iSb(III) 毒性差异较大, 目前国内相关法律法规仅对锑总量进行评估而不评估毒性更大的 iSb(III) 具有一定局限性。

色谱-电感耦合等离子体质谱联用广泛用于元素形态分析中^[16–18], 也包括了锑的形态研究^[17–19]。例如 Fang 等^[19]使用电感耦合等离子体质谱联用技术(Inductively coupled plasma mass spectrometry, IC-ICP-MS)研究了大气颗粒物中锑的形态, 方法检出限为 0.12 $\mu\text{g/L}$ (iSb(III))和 0.07 $\mu\text{g/L}$ (iSb(V))。Marcinkowska 等^[20]研究了矿泉水中砷、锑、铬的形态, 方法检出限为 0.25 $\mu\text{g/L}$ (iSb(III))和 0.11 $\mu\text{g/L}$ (iSb(V))。Lorenc 等^[21]使用 HPLC-ICP-MS 同时测定了风味饮料中的砷、铬、锑形态, 方法检出限为 0.090 $\mu\text{g/L}$ (iSb(III))和 0.046 $\mu\text{g/L}$ (iSb(V))。文献表明 iSb(III) 检出限高于 iSb(V) , 由于色谱图中 iSb(III) 峰型较差, 拖尾严重, 积分相对困难导致。考虑到 iSb(III) 毒性高于 iSb(V) 10 倍左右且部分水中存在痕量 iSb(III) , 因此有必要开发一种适用于饮用水中痕量乃至超痕量 iSb(III) 的测定方法。

本研究为提高 IC-ICP-MS 检测 iSb(III) 的灵敏度采用

了固相萃取柱富集的方法, 水中痕量 iSb(III) 富集于弱阳离子交换 SPE 柱, 使用氧化性的洗脱液将 iSb(III) 在线氧化为 iSb(V) 并洗脱, IC-ICP-MS 测定, 间接得到 iSb(III) 含量, 以期为饮用水中痕量 iSb(III) 的检测提供参考。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

LC-20AB 液相色谱(日本岛津公司); 7900 型电感耦合等离子体质谱仪、Oasis(苏格兰)系列 SPE 柱(60 mg, 3 mL), 包括: MAX(混合阴离子交换)柱、WAX(弱阴离子交换)柱、MCX(混合阳离子交换)柱、HLB(碳 18)柱、60 mg 3 mL Bond Elut 氨基柱(美国安捷伦公司); PRP X100 阴离子色谱柱(4.6 mm×250 mm, 美国汉米尔顿公司); Milli-Q 纯水仪。

3,3',5,5'-四甲基联苯胺、乙二醇四乙酸二钠、过氧化氢溶液、三氯化锑、焦锑酸钾、氨水溶液(分析纯, 南京试剂二厂); 甲醇、硝酸、盐酸(优级纯, 德国默克公司)。

2.2 实验方法

2.2.1 iSb(V) 和 iSb(III) 溶液的配制

将焦锑酸钾溶解于热水中, 稀释至合适浓度, 获得 iSb(V) 标准溶液; 将三氯化锑溶解于 20%的盐酸中, 5%盐酸稀释至合适浓度(小于 1.0 $\mu\text{g/L}$ 用 1%盐酸稀释), 获得 iSb(III) 标准溶液。

2.2.2 水样预处理

取南京市自来水一份, 采用生活饮用水标准检验方法 GB/T 5750.11-2006^[22]第二法测定余氯含量为 0.15 mg/L。将以上水样的一部分加热煮沸脱氯备用。

取 10 mL 自来水或脱氯后自来水经 SPE 柱富集, 2 mL 甲醇和纯水依次洗涤后用 1 mL 氧化性洗脱液洗脱, IC-ICP-MS 待测。

2.2.3 IC 和 ICP-MS 条件优化

IC: iSb(V) 和 iSb(III) 形态分析时流动相为 10 mmol/L 乙二醇四乙酸(ethylene diamine tetraacetic acid, EDTA), 单独测定 iSb(III) 时流动相为 3 mmol/L EDTA。流动相流速 1.0 mL/min, 进样量 50 μL 。

ICP-MS: 功率 1550 W, 冷却气流速 15.0 mL/min, 辅助气流速 0.99 mL/min, 雾化气流速 0.82 mL/min, 雾化室温度 2 $^{\circ}\text{C}$, 停留时间 100 ms, 监测同位素 Sb-121。Sb 属于质量数较大的非金属, ICP-MS 中本底极低, 色谱基线离子强度小于 100 个计数且波动小, 因此 IC-ICP-MS 分析时基线干扰可忽略。

3 结果与分析

3.1 IC-ICP-MS 分离 iSb(V)和 iSb(III)

本文研究 IC-ICP-MS 同时分离 iSb(V)和 iSb(III)的效果,如图 1 所示。

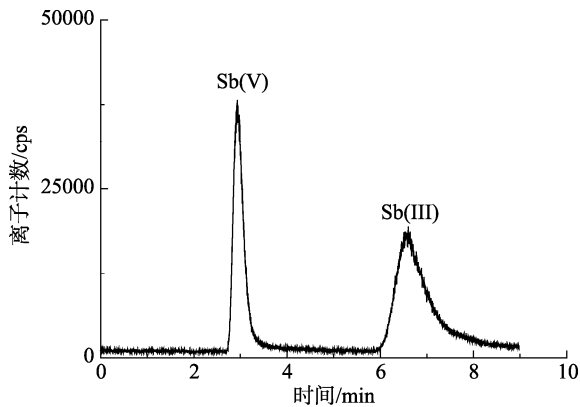
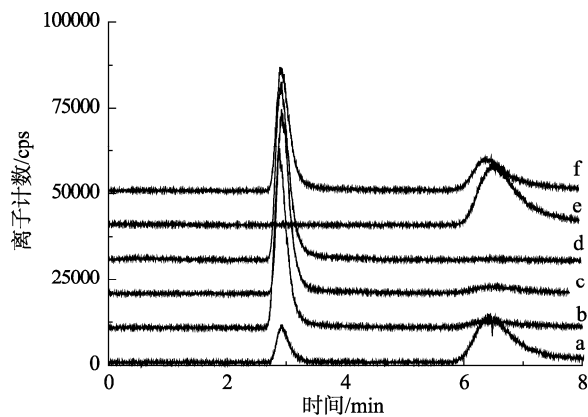


图 1 IC-ICP-MS 分离 5.0 µg/L iSb(V)+iSb(III)混合溶液图谱
Fig.1 Separation of 5.0 µg/L iSb(V)+iSb(III) by IC-ICP-MS

由图 1 可见, 10 mmol/L EDTA 作为流动相可在 9 min 内完成 iSb(V)和 iSb(III)的分离, iSb(V)保留时间为 2.9 min, iSb(III)保留时间为 6.5 min。与 iSb(V)相比, iSb(III)保留时间长且色谱峰拖尾, 因此定量计算时 iSb(III)积分难度大、准确度差, 检出限高于 iSb(V), 与相关研究^[17-19]结论相同。有学者研究表明^[9,10,13]自然环境水中 iSb(III)含量低于 iSb(V), 且常规 IC-ICP-MS 法检出限高, 痕量的 iSb(III)很难被准确测定。将 5.0 µg/L iSb(III)分别加入自来水和除氯自来水中研究 iSb(III)随时间的转化[加标前自来水中无 iSb(III)和 iSb(V)], 结果如图 2 所示。



注: 自来水中(a) 0 h、(b) 1.5 h、(c) 3 h、(d) 24 h, 除氯自来水中(e) 0 h、(f) 24 h。

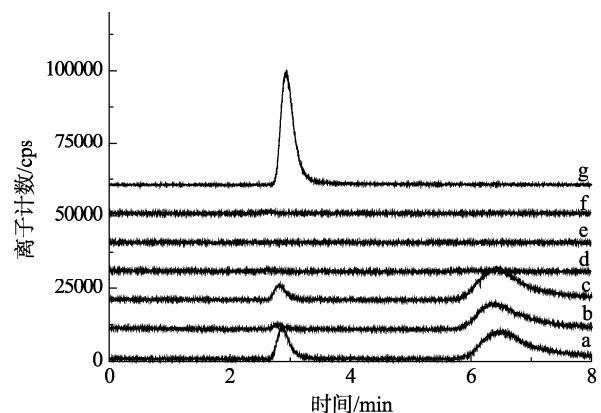
图 2 5.0 µg/L iSb(III)转化的 IC-ICP-MS 图谱
Fig.2 Chromatograms of 5.0 µg/L iSb(III)

由图 2 a 和图 2 e 可知, 5.0 µg/L iSb(III)加入自来水后转化开始, 而除氯自来水并未发生形态的转化, 这主要是因为自来水中余氯可立即氧化 iSb(III)至正五价。自来水中 iSb(III)含量随时间迅速降低, 同时 iSb(V)含量迅速升高, 24 h(图 2d)后仅存在痕量 iSb(III)。除氯自来水中 iSb(III)氧化过程相对缓慢, 24 h(图 2f)后体系中依然存在较多的 iSb(III)。图 2 证明了无论是水中添加的氧化剂(余氯)还是溶解氧的缓慢氧化均可使 iSb(III)转化为更稳定的 iSb(V)。

由图 1 和图 2 可知, 当 iSb(III)含量相对较高时, 如图 2f, 可使用 IC-ICP-MS 直接测定其含量, 但当 iSb(III)含量在方法检出限附近, 如图 2 d, 直接测定难度大、误差大, 需富集后检测。

3.2 SPE 柱富集 iSb(III)和氧化性洗脱液的选择

iSb(III)在中性溶液中以阳离子水合物的形式存在, 理论可选择阳离子交换 SPE 柱富集。考虑到 SPE 柱本身材质的复杂性和 iSb(III)本身不稳定性, 本文增加了 SPE 柱考察种类, 考察了包括碳 18(HLB)、阴离子交换(MAX)、弱阴离子交换(WAX)、阳离子交换(MCX)、弱阳离子交换(WCX)、氨基柱等小柱的富集效果, 如图 3 所示。



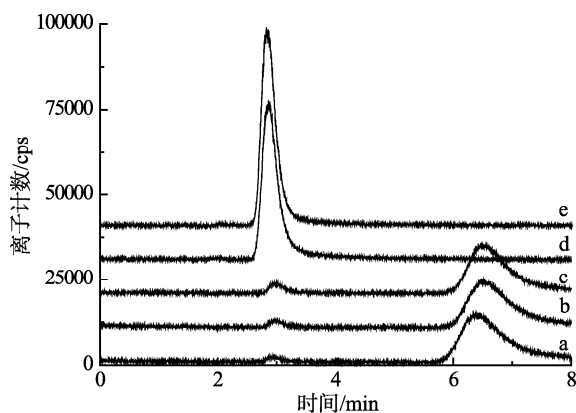
注: (a) HLB, (b) MAX, (c) WAX, (d) MCX, (e) WCX, (f) 氨基柱, (g) 1.0 mL 5.0 µg/L iSb(V)通过 WCX 柱后流出液。

图 3 1.0 mL 5.0 µg/L iSb(III)通过 SPE 柱后流出液 IC-ICP-MS 图谱
Fig.3 1.0 mL 5.0 µg/L iSb(III) through the SPE column after the outflow solution IC-ICP-MS chromatogram

图 3 a~c 可见, HLB、MAX、WAX 小柱流出液中存在大量 iSb(III), 证明碳 18 和阴离子交换小柱不能有效富集 iSb(III), 而且 iSb(V)出现在流出液中, 说明部分 iSb(III)在柱中发生了氧化, 可能是因为某些 SPE 柱填料中存在氧化性位点, 氧化了溶液中 iSb(III)。图 3 d 和图 3 f 可见, MCX 和氨基小柱可以富集 iSb(III), 但微量的 iSb(III)在柱中被氧化成 iSb(V), 造成回收率的下降, 亦不适用于富集 iSb(III)。图 3 e 中 WCX 小柱流出液中未发现 iSb(III)和 iSb(V), 表明弱阴离子交换小柱可以富集 iSb(III)且不发生氧化损失。图 3 g 中 WCX 柱流出液中 iSb(V)峰面积等于 5.0 µg/L iSb(V)峰面积,

说明 WCX 柱对 iSb(V) 不保留, 不干扰 iSb(III) 的富集。实际上除了氨基小柱对 iSb(V) 部分保留外其余小柱均不保留。

考虑到 iSb(III) 在 IC-ICP-MS 中分离时间长、峰型差、检出限高, 本方法使用氧化性洗脱液洗脱富集 iSb(III) 的 WCX 小柱, 期望将 iSb(III) 在线转化为 iSb(V) 并洗脱。为达到快速、完全氧化的目的, 本研究测试了 1% HNO₃、2% HNO₃、1% H₂O₂、0.5% H₂O₂+1% NH₃ 和 1% H₂O₂+1% NH₃ 氧化性溶液的瞬时氧化效果, 如图 4 所示。

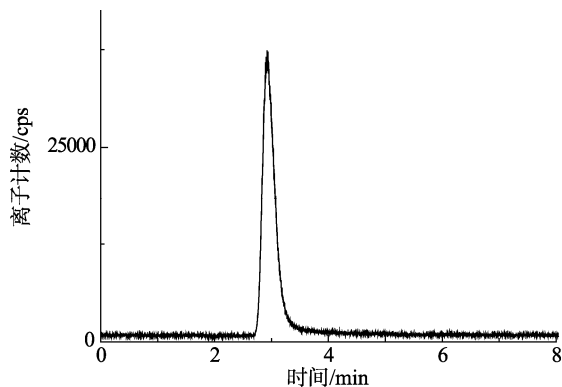


注: (a) 1% HNO₃, (b) 2% HNO₃, (c) 1% H₂O₂, (d) 0.5% H₂O₂+1% NH₃, (e) 1% H₂O₂+1% NH₃。

图 4 5.0 µg/L iSb(III) 瞬时氧化后 IC-ICP-MS 图谱

Fig.4 5.0 µg/L iSb(III) IC-ICP-MS chromatogram after instantaneous oxidation

图 4 a~c 可见 1% HNO₃、2% HNO₃、1% H₂O₂ 均不能立刻将加入的 iSb(III) 全部转化为 iSb(V), 因此不宜作为洗脱液使用。图 4 d 和图 4 e 可见碱性条件下 H₂O₂ 氧化 iSb(III) 能力增强, 0.5% H₂O₂ 即可瞬间将 iSb(III) 全部氧化为 iSb(V)。本研究采用 1% H₂O₂+1% NH₃ 作为洗脱液洗脱富集 1 mL 5.0 µg/L iSb(III) 的 WCX SPE 小柱, 洗脱前该小柱经 2 mL 甲醇和水依次净化, 结果如图 5 所示。



注: 1 mL 1% H₂O₂+1% NH₃ 洗脱图 3 e 中 WCX SPE 柱。

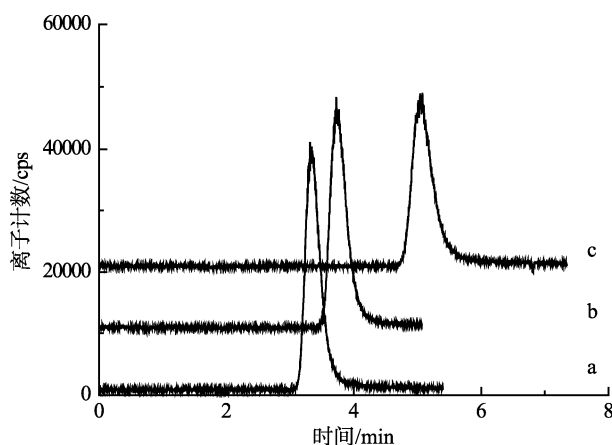
图 5 洗脱液的 IC-ICP-MS 图谱

Fig.5 The chromatogram of the washed out eluent

图 5 中, 富集 iSb(III) 的 WCX SPE 小柱经过氧化性洗脱液洗脱后, 峰面积计算证明 iSb(III) 已全部转化为 iSb(V) 并洗脱。平行实验 ($n=6$) 表明该过程平均回收率为 99%, RSD 2.4%。

3.3 IC 流动相优化

若 IC-ICP-MS 使用高浓度缓冲盐作为流动相, 难分解的金属盐类易在 ICP-MS 采样锥和截取锥表面沉积, 导致维护频次增加和锥使用寿命的缩短, 因此在满足检测要求的基础上应尽量减少流动相中缓冲盐的浓度。本方法水样中的 iSb(III) 经前处理后全部转化为保留时间更短、峰型更好的 iSb(V), 因此原色谱流动相可进一步优化, 优化时仅针对 iSb(V) 即可, 如图 6 所示。



注: (a) 5 mmol/L EDTA, (b) 3 mmol/L EDTA, (c) 1 mmol/L EDTA。

图 6 5.0 µg/L iSb(V) 在不同流动相中 IC-ICP-MS 图谱

Fig.6 The chromatograms of 5.0 µg/L iSb(V) in different mobile phases

图 1 和图 6 a~c 可见随着流动相中 EDTA 浓度的降低, iSb(V) 保留时间逐步延长, 分别为 2.9、3.3、3.7、5.0 min。综合考虑, 选择 3 mmol/L EDTA 作为流动相即可保证单个样品在 5 min 完成分析。

3.4 方法学数据和饮用水的检测

经优化, 本研究方法为: 取 10 mL 水样通过 WCX SPE 小柱富集, 小柱经过 2 mL 甲醇及 2 mL 纯水净化后, 1.0 mL 1% H₂O₂+1% NH₃ 混合溶液洗脱。流动相为 3 mmol/L EDTA, IC-ICP-MS 定量测定洗脱液中 iSb(V) 间接得到 iSb(III) 含量。

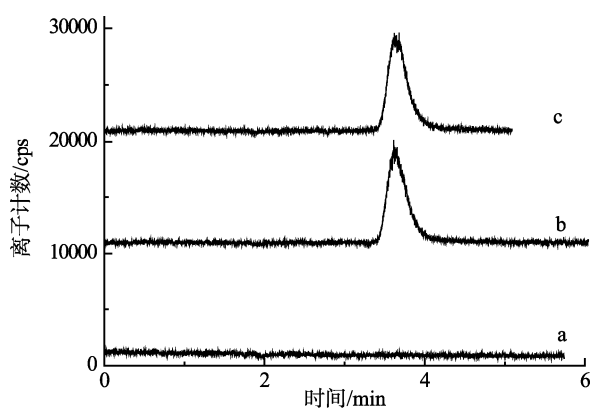
配制浓度为 0.010~0.200 µg/L 的 iSb(III) 标准系列按照与水样相同的前处理方式处理, 同时在除氯自来水中加标 0.100 µg/L iSb(III) 获得方法学数据, 该试验于 1、2、3 日重复, 获得日内和日内间精密度和稳定性数据, 如表 1 所示。

表1 方法学数据($n=6$)
Table 1 Method validation ($n=6$)

方法学数据	第1 d	第2 d	第3 d
标准曲线	$Y=147522X-1074$	$Y=129102X+2145$	$Y=152166X-821$
相关系数	0.998	0.996	0.997
LOD/($\mu\text{g/L}$)	0.003	0.004	0.003
加标/($\mu\text{g/L}$)($n=6$)		0.100	
平均值/($\mu\text{g/L}$)	0.098	0.097	0.098
回收率/(%)($n=6$)	96~102	94~101	97~99
日内 RSD/%	4.50	5.30	1.70
日间 RSD/%		0.60	

本研究中检出限计算参考国际理论和应用化学联合会(international union of pure and applied chemistry, IUPAC)规定的方法^[23]。表1中线性方程斜率大意味着本方法灵敏度高,以基线 $3S/N$ 计算得到检出限为 $0.003\sim 0.004\ \mu\text{g/L}$ 。若提高色谱进样量或富集倍数,该检出限可小于 $0.001\ \mu\text{g/L}$,可用于饮用水中超痕量 iSb(III)的检测。本方法获得如此低检出限的原因有二:一是使用了 SPE 柱富集,二是当 iSb(III)转化为 iSb(V)时, iSb(V)尖锐和对称的色谱峰型有利于检出限的进一步降低。需说明的是,水中 iSb(V)无法通过本方法富集,因此 iSb(V)的检出限与仪器检出限相同为 $0.030\ \mu\text{g/L}\sim 0.040\ \mu\text{g/L}$,考虑到水体中 iSb(V)相对含量较高,该检出限可满足大部分检测要求。

本文检测了南京市饮用水以及图2 d中 iSb(III)含量,结果如图7所示。



注: (a)南京市饮用水, (b)除氯水加标 $0.1\ \mu\text{g/L}$ iSb(III), (c)图2 d中 iSb(III)含量测定。

图7 iSb(III)含量检测

Fig.7 iSb(III) content detection

经计算,南京市饮用水中未检出 iSb(III),图2 d中 iSb(III)含量为 $0.112\ \mu\text{g/L}$ 。

4 结论

本研究建立的 SPE 柱富集、氧化性洗脱剂在线洗脱,通过 IC-ICP-MS 测定 iSb(V)间接测得 iSb(III)的方法应用于饮用水中痕量 iSb(III)分析时获得了良好的效果。若增加进样量、增加富集倍数进一步降低检出限则可用于样品中超痕量 iSb(III)的分析。

参考文献

- [1] Filella M, Belzile N, Lett MC. Antimony in the environment: A review focused on natural waters Part 2. relevant solution chemistry [J]. *Earth Sci Rev*, 2003, 59(1): 265-285.
- [2] Druzicka J, Craw D. Metalloid attenuation from runoff waters at an historic orogenic gold mine, new Zealand [J]. *Mine Water Environ*, 2014, 34(4): 1-13.
- [3] Zietz BP, Richter K, Lass J. Release of metals from different sections of domestic drinking water installations [J]. *Water Qual Exposure Health*, 2015, 7(2): 193-204.
- [4] Biro, Shannon M, Bridgewater, *et al.* Antimony ethylene glycolate and catecholate compounds: Structural characterization of polyesterification catalysts [J]. *Inorg Chem*, 2002, 41(15): 4051-4057.
- [5] Aharoni SM. The cause of the grey discoloration of PET prepared by the use of antimony-catalysts [J]. *Polym Eng Sci*, 2010, 38(7): 1039-1047.
- [6] 何孟常, 季海冰, 赵承易, 等. 锑矿区土壤和植物中重金属污染初探 [J]. *北京师范大学学报(自然科学版)*, 2002, 38(3): 417-420.
He MC, Ji HB, Zhao CY, *et al.* Pollution of heavy metals in soil and plants in antimony deposit area [J]. *J Beijing Norm Univ (Nat Sci Ed)*, 2002, 38(3): 417-420
- [7] 杨子杰, 宋波, 王佛鹏, 等. 广西西江流域土壤 Sb 含量特征分布与污染评价 [J]. *环境污染与防治*, 2018, 40(12): 113-119, 125.
Yang ZJ, Song B, Wang FP, *et al.* Characteristic distribution and pollution evaluation of Sb content in soil in Xijiang river basin, Guangxi [J]. *Environ Poll Control*, 2018, 40(12): 113-119, 125.
- [8] 张未利, James B, 陈炎辉, 等. 不同南方水稻品种对土壤锑的富集及其健康风险评估环境化学 [J]. *环境化学*, 2018, 37(3): 544-551.
Zhang WL, James B, Chen YH, *et al.* Enrichment of soil antimony in

- different indica rice varieties from southern China and environmental chemistry for health risk assessment [J]. *Environ Chem*, 2018, 37(3): 544–551.
- [9] Shan C, Ma ZY, Tong MP. Efficient removal of trace antimony (III) through adsorption by hematite modified magnetic nanoparticles [J]. *J Hazardous Mater*, 2014, 268: 229–236.
- [10] Rakshit S, Sarkar D, Punamiya P, *et al.* Antimony sorption at gibbsite-water interface [J]. *Chemosphere*, 2011, 84(4): 480–483.
- [11] Yang X, Shi Z, Liu L. Adsorption of Sb(III) from aqueous solution by QFGO particles in batch and fixed-bed systems [J]. *Chem Eng J*, 2015, 260: 444–453.
- [12] Reimann C, Matschullat J, Birke M, *et al.* Antimony in the environment: Lessons from geochemical mapping [J]. *Appl Geochem*, 2010, 25(2): 175–198.
- [13] Wu F, Fu Z, Liu B, *et al.* Health risk associated with dietary co-exposure to high levels of antimony and arsenic in the world's largest antimony mine area [J]. *Sci Total Environ*, 2011, 409(18): 3344–3351.
- [14] GB 5749–2006 中国国家标准化管理委员会 生活饮用水卫生标准[S]. GB 5749–2006 China National Standardization Administration–Hygienic standard for drinking water [S].
- [15] Environmental Protection Agency. National primary drinking water regulations (NPDWR) [Z].
- [16] Liu DY, Chen G, Huo ZL, *et al.* Sensitive detection of cyanide in urine by hplc esi–ms/ms combined with derivatization pretreatment [J]. *Chromatographia*, 2019, 82: 927–934.
- [17] 赵艳芳, 宁劲松, 尚德荣, 等. 高效液相色谱-电感耦合等离子体质谱法测定海水贝类中无机离子镉[J]. *分析化学*, 2016, 44(8): 1277–1280. Zhao YF, Ning JS, Shang DR, *et al.* Determination of inorganic ion cadmium in Marine shellfish by high performance liquid chromatography-inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. *Chin J Anal Chem*, 2016, 44(8): 1277–1280.
- [18] Klencsar B, Sanchez C, Balcaen L, *et al.* High-performance liquid chromatography coupled to inductively coupled plasma-mass spectrometry (HPLC–ICP–MS) for quantitative metabolite profiling of non-metal drugs [J]. *J Pharm Biomed Anal*, 2018, 153: 135–144.
- [19] Fang LY, Zhang YM, Lu BB, *et al.* A study on the extraction and quantitation of total arsenic and arsenic species in seafood by HPLC–ICP–MS [J]. *Microchem J*, 2019, 146: 1269–1275.
- [20] Marcinkowska M, Lorenc W, Baralkiewicz D. Impact of temperature and storage time on the migration of antimony from polyethylene terephthalate (PET) containers into bottled water in Qatar [J]. *Microchem J*, 2017, 132: 1–7.
- [21] Lorenc W, Markiewicz B, Kruszka D, *et al.* Study on speciation of As, Cr, and Sb in bottled flavored drinking water samples using advanced analytical techniques IEC/SEC–HPLC/ICP–DRC–MS and ESI–MS/MS [J]. *Molecules*, 2019, 24: 668.
- [22] GB 5750–2006 中国国家标准化管理委员会 生活饮用水卫生标准检验方法[S]. GB 5750–2006 China National Standardization Administration–Method for testing sanitary standards for drinking water [S].
- [23] Thompson M, Ellison SLR, Wood R. Harmonized guidelines for single-laboratory validation of methods of analysis (IUPAC technical report) [J]. *Pure Appl Chem*, 2009, 74(5): 835–855.

(责任编辑: 王 欣)

作者简介

刘德晔, 副主任技师, 主要研究方向为元素分析等。
E-mail: 452930291@qq.com

姜 新, 主任技师, 主要研究方向为元素分析等。
E-mail: 345398653@qq.com