

- [ 5 ] KADMI Y, FAVIER L, SOUTREL I, et al. Ultratrace-level determination of *N*-nitrosodimethylamine, *N*-nitrosodiethylamine, and *N*-nitrosomorpholine in water by solid-phase extraction followed by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [ J ]. Central European Journal of Chemistry, 2014, 12(9):928-936.
- [ 6 ] ANDRZEJEWSKI P, KASPRZYK-HORDEN B, NAWROCKI J. *N*-nitrosodimethylamine (NDMA) formation during ozonation of dimethylamine-containing waters [ J ]. Water Res, 2008, 42(4/5):863-870.
- [ 7 ] JURADO-SANCHEZ B, BALLESTEROS E, GALLEGO M, et al. Fullerenes for aromatic and non-aromatic nitrosamines discrimination [ J ]. Journal of Chromatogr A, 2009, 1216(7): 1200-1205.
- [ 8 ] GREBEK J E, YOUNG C C, SUFFET I H. Solid-phase microextraction of *N*-nitrosamines [ J ]. Journal of Chromatogr A, 2006, 1117(1): 11-18.
- [ 9 ] 刘清明,张雪晨,周全,等.一种基于气相色谱-质谱检测水质 *N*-亚甲基二胺 (NDMA) 的固相萃取方法 [ J ].环境化学, 2011, 3(7):1327-1331.
- [ 10 ] FUJIOKA T, TAKEUCHI H, TANAKA H, et al. A rapid and reliable technique for *N*-nitrosodimethylamine analysis in reclaimed water by HPLC-photochemical reaction-chemiluminescence [ J ]. Chemosphere, 2016, 161(6):104-111.
- [ 11 ] 陈忠林,徐冰冰,齐虹,等.高效液相色谱测定水中痕量亚硝基二胺 [ J ].中国给水排水, 2007, 23(8):84-87.
- [ 12 ] PLUMLEE M H, LÓPEZ-MESAS M, HEIDLBERGER A, et al. *N*-nitrosodimethylamine (NDMA) removal by reverse osmosis and UV treatment and analysis via LC-MS/MS [ J ]. Water Res, 2008, 42(1/2): 347-355.
- [ 13 ] KADMI Y, FAVIER L, SIMION A I, et al. A rapid and sensitive method for the monitoring of *N*-nitrosodiphenylamine and *N*-nitrosodimethylamine in multiple water matrices [ J ]. Carpath J Earth Env, 2015, 10(1): 53-61.
- [ 14 ] WANG W F, HU J Y, YU J W, et al. Determination of *N*-nitrosodimethylamine in drinking water by UPLC-MS/MS [ J ]. Journal of Environmental Sciences, 2010, 22(10):1508-1512.
- [ 15 ] 朱翔,李伟,刘玉灿,等.超高效液相色谱-三重四级杆质谱联用仪同时检测水中 9 种亚硝胺 [ J ].分析测试学报, 2014, 33(8):866-871.

## 实验技术与方法

### 毛细管区带电泳-间接紫外检测法测定饮用水中 5 种阴离子

王心宇<sup>1,2</sup>, 田佩瑶<sup>1,2</sup>, 王萍<sup>1,2</sup>, 丁晓静<sup>1,2</sup>

(1.北京市疾病预防控制中心,北京 100013; 2.北京市预防医学研究中心,北京 100013)

**摘要:**目的 建立毛细管区带电泳-间接紫外检测法测定饮用水中 5 种阴离子的新方法。方法 样品无需滤膜过滤可直接进样。用未涂覆熔融石英毛细管(75 μm×80 cm,有效长度为 70 cm)作为分离柱。以 20 mmol/L 邻苯二甲酸、100 mmol/L 乙醇胺和 0.5 mmol/L 十六烷基三甲基溴化铵为分离缓冲体系。结果 Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>、SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>、F<sup>-</sup> 和 H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub><sup>-</sup> 这 5 种阴离子的校正峰面积与质量浓度分别在 0.5~100.0、0.2~20.0、0.5~100.0、0.2~4.0 和 0.2~5.0 mg/L 范围内呈线性相关,相关系数分别为 0.998 8、0.999 9、0.999 7、0.999 7、0.999 8。检出限均为 0.05 mg/L,定量限均为 0.15 mg/L,方法精密密度均小于 5% (n=6)。低、中 and 高质量浓度加标回收率在 81.6%~108.6% 之间,相对标准偏差在 0.6%~3.7% 之间 (n=6)。用本法分析了 7 份饮用水样品,并与离子色谱法的结果相比较,除矿泉水中 Cl<sup>-</sup> 结果偏低外,其余基本吻合。结论 本方法简单,所用试剂环保,为饮用水中 5 种阴离子的常规检测提供了一种新方法,但不适合测定水样中低浓度的 Cl<sup>-</sup>。

**关键词:**毛细管电泳; 间接紫外检测法; 饮用水; 阴离子

中图分类号:R155 文献标志码:A 文章编号:1004-8456(2019)01-0044-05

DOI:10.13590/j.cjfh.2019.01.010

#### Determination of five anions in drinking water by capillary zone electrophoresis with indirect ultraviolet detection

WANG Xinyu<sup>1,2</sup>, TIAN Peiyao<sup>1,2</sup>, WANG Ping<sup>1,2</sup>, DING Xiaojing<sup>1,2</sup>

(1. Beijing Center for Disease Control and Prevention, Beijing 100013, China;

2. Beijing Research Center for Preventive Medicine, Beijing 100013, China)

收稿日期:2018-12-29

基金项目:北京市卫生系统高层次卫生技术人才培养项目(2013-2-036)

作者简介:王心宇 女 副主任技师 研究方向为卫生理化检验 E-mail: xiruiw133@163.com

通信作者:丁晓静 女 主任技师 研究方向为卫生理化检验 E-mail: dxj666@aliyun.com

**Abstract: Objective** To develop a new method for the determination of five anions in drinking water by capillary zone electrophoresis with indirect ultraviolet detection. **Methods** The water samples were directly injected without filtration. The separation was carried out on an uncoated fused-silica capillary (75  $\mu\text{m}$ ×80 cm, effective length: 70 cm). The separation buffer consisted of 20 mmol/L phthalic acid, 100 mmol/L diethanolamine and 0.5 mmol/L cetyltrimethylammonium bromide. **Results** The corrected area and the mass concentrations had good linear relationships in the ranges of 0.5-100.0, 0.2-20.0, 0.5-100.0, 0.2-4.0 and 0.2-5.0 mg/L, with correlation coefficients of 0.998 8, 0.999 9, 0.999 7, 0.999 7 and 0.999 8, respectively for  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{F}^-$  and  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$ . The limit of detection was all 0.05 mg/L and the limit of quantitation was 0.15 mg/L for all of the five anions. The relative standard deviations of the method were all lower than 5% ( $n=6$ ). The average spiked recoveries at three concentration levels were in the ranges of 81.6%-108.6% with relative standard deviations of 0.6%-3.7% ( $n=6$ ), respectively. Seven samples were analyzed and the result were compared with those of ion chromatographic (IC) method. They agreed well except that the result of  $\text{Cl}^-$  in mineral water was lower than that of IC determination. **Conclusion** The method was simple without any consumption of organic solvents. The drinking water sample could be directly injected without filtration. It provided a new alternative method for the routine determination of five anions in drinking water. But it was not suitable for the analysis of drinking water samples with low  $\text{Cl}^-$  concentration.

**Key words:** Capillary zone electrophoresis; indirect ultraviolet detection; drinking water; anions

饮用水中阴离子的离子色谱(IC)分析法已成为非常成熟的方法而被广泛应用,并已成为我国饮用水中无机阴离子的标准检测方法<sup>[1]</sup>。然而该法的进口耗材(如 IC 柱和抑制器)成本较高,在获得同样检测结果的前提下,毛细管电泳(CE)测定阴离子的方法可明显降低检测成本,建立 CE 测定阴离子的分析方法,可为实验室提供多样化的选择,特别是当 IC 法测定有干扰的样品时,选用与 IC 法分离原理完全不同的 CE 法,可进一步对 IC 法进行确证。

CE 法具有分离效率高、样品消耗量少等特点,样品前处理仅需去除可能堵塞毛细管的颗粒物即可直接进样,特别是水样无需经滤膜过滤即可直接进样,已成为与 IC 法互补的一种新型液相分离技术,试剂和耗材成本更加低廉,是一种非常有效的测定有机或无机阴阳离子的方法,用 CE 法测定无机阴阳离子已有文献报道<sup>[2-3]</sup>,而且国外已有标准方法用于天然水、饮用水、处理过的污水等中无机阴离子的检测<sup>[4-7]</sup>。但大多数文献报道的方法,包括美国环境保护局(EPA)<sup>[4]</sup>、美国材料与试验协会(ASTM)<sup>[5]</sup>和俄罗斯<sup>[6-9]</sup>的标准方法,多采用危害环境的铬酸盐作为探针,间接紫外检测法进行测定。尽管可以采用邻苯二甲酸替代铬酸盐,实现低分子量肝素中常见阴离子的分析<sup>[10]</sup>,但无法实现硝酸盐和硫酸盐的分离。本试验在文献<sup>[10]</sup>基础上,进一步优化了分离缓冲溶液中各组分的浓度,实现了硝酸盐和硫酸盐的分离,还能够实现与磷酸盐的同时分离,弥补了 GB/T 5750.5—2006《生活饮用水标准检验方法 无机非金属指标》<sup>[11]</sup>中磷钼蓝分光光度法测定磷酸盐时需严格控制显色放置时间的不足,建立了一种准确、简便、环保且能够满足同时检测饮

用水中 5 种阴离子的新方法,将其用于水样的测定,与 IC 法结果基本吻合,证明了本方法的准确性。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料

#### 1.1.1 样品来源

CNCA-08-A08 生活饮用水中氟化物能力验证样品(KH-1 和 KH-2)、水中氯的实验室间比对样品(KH-3)均由中国疾病预防控制中心提供。水源水和出厂水采自北京市某自来水厂,末梢水采自本实验室,矿泉水为市售产品。

#### 1.1.2 主要仪器与试剂

P/ACE MDQ 型毛细管电泳仪、二极管阵列检测器均购自美国 Beckman,未涂覆熔融石英毛细管(75  $\mu\text{m}$ ×80 cm,有效长度 70 cm,河北永年锐沓色谱配件有限公司),Millipore Milli-Elix/RiOs 型超纯水器,F50 A 型酸度计,涡旋振荡器。

$\text{Cl}^-$  [1 000 mg/L, GBW (E) 080268]、 $\text{NO}_3^-$ -N (1 000 mg/L, BW3058)、 $\text{SO}_4^{2-}$  [1 000 mg/L, GBW (E) 080266]、 $\text{F}^-$  [1 000 mg/L, GBW (E) 080549]、 $\text{H}_2\text{PO}_4^-$  [1 000 mg/L, GBW (E) 080435] 标准溶液均购自中国计量科学研究院,十六烷基三甲基溴化铵(CTAB,纯度 $\geq 99\%$ ,美国 Sigma-Aldrich),二乙醇胺(纯度 99%),邻苯二甲酸(分析纯)。

### 1.2 方法

#### 1.2.1 毛细管预处理

新装毛细管在 207 kPa 压力下,分别用 1 mol/L NaOH 冲洗 20 min,超纯水冲洗 5 min,分离缓冲溶液冲洗 5 min。每次进样前,在 207 kPa 压力下依次用 1 mol/L NaOH 冲洗 1 min,超纯水冲洗 1 min,分离缓冲溶液冲洗 1 min,保证校正峰面积和迁移时间

的重现性。

### 1.2.2 样品前处理

无需经滤膜过滤即可直接进样。

### 1.2.3 仪器条件

未涂覆熔融石英毛细管(75  $\mu\text{m}\times 80\text{ cm}$ ,有效长度70 cm),分离电压25 kV,检测波长230 nm,进样时间18 s,进样压力3 448 Pa,分离温度25  $^{\circ}\text{C}$ ,分离缓冲溶液为20 mmol/L邻苯二甲酸+100 mmol/L乙二醇胺(pH=9.20)+0.5 mmol/L CTAB。

## 2 结果与分析

### 2.1 分离缓冲体系的选择

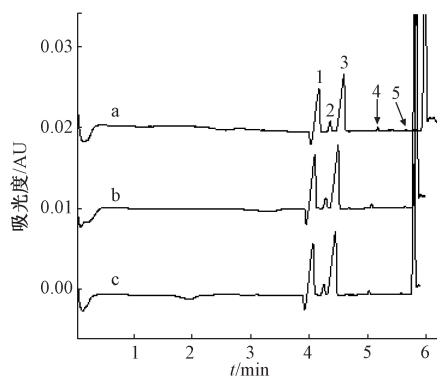
张明瑜等<sup>[10]</sup>用10 mmol/L邻苯二甲酸+10 mmol/L乙二醇胺+0.08 mmol/L CTAB为分离缓冲溶液,实现了低分子量肝素中 $\text{Cl}^-$ 、 $\text{SO}_4^{2-}$ 、 $\text{F}^-$ 和 $\text{PO}_4^{3-}$ 这4种阴离子的同时分析,其中邻苯二甲酸既为探针,也为缓冲溶液中的共轭酸,乙二醇胺为缓冲溶液中的共轭碱。本试验初期利用该分离缓冲体系并不能实现 $\text{NO}_3^-$ 与 $\text{SO}_4^{2-}$ 的分离,但本实验室以前的研究<sup>[12]</sup>表明,0.5 mmol/L CTAB足以使电渗流反转并保持稳定,故将CTAB浓度改为0.5 mmol/L。

增加分离缓冲溶液中的盐浓度,将降低电渗流,从而改善分离。探针浓度通常控制在2~20 mmol/L,低于2 mmol/L,将因电迁移扩散而导致待测物的峰展宽,高于20 mmol/L,将影响检测器的线性并增加基线噪声<sup>[13]</sup>。增加缓冲溶液乙二醇胺浓度的同时,必须同时增加邻苯二甲酸的浓度,以保持分离缓冲溶液的pH值不变。乙二醇胺浓度增加至100 mmol/L时,邻苯二甲酸浓度也相应增加至20 mmol/L,实现了 $\text{NO}_3^-$ 与 $\text{SO}_4^{2-}$ 的分离。故将20 mmol/L邻苯二甲酸+100 mmol/L乙二醇胺(pH=9.20)+0.5 mmol/L CTAB作为本试验最佳分离缓冲体系。

### 2.2 pH值的选择

pH值影响电渗流,从而影响定性和定量的重现性。将分离缓冲溶液的pH值控制在解离常数( $\text{p}K_a$ ) $\pm 1$ 范围内,特别是当缓冲溶液pH $\approx \text{p}K_a$ 时,分离缓冲溶液有最大缓冲容量,可获得极佳的定性和定量重现性。乙二醇胺 $\text{p}K_a = 9.20$ <sup>[12]</sup>,当将分离缓冲溶液pH值控制在其 $\text{p}K_a \pm 1$ ,即pH值为8.20~10.20范围内,特别是pH=9.20时(相应邻苯二甲酸和乙二醇胺的浓度分别为20和100 mmol/L)可得到极佳的定性和定量重现性,故本试验选择pH=9.20为最佳pH值。保持其他条件不变,通过微小改变乙二醇胺的浓度(80、100和110 mmol/L),则

分离缓冲溶液pH值也发生相应改变(9.19、9.20、9.32),除了各峰的迁移时间随着pH值增加而略有减少外(见图1),对加标水样的分离及定量结果无明显差异,证明了本方法的耐用性。



注:1~5分别为 $\text{Cl}^-$ 、 $\text{NO}_3^-$ 、 $\text{SO}_4^{2-}$ 、 $\text{F}^-$ 和 $\text{H}_2\text{PO}_4^-$ ;a为80 mmol/L乙二醇胺(pH=9.19);b为100 mmol/L乙二醇胺(pH=9.20);c为110 mmol/L乙二醇胺(pH=9.32)

图1 pH值对各峰分离及迁移时间影响的电泳图

Figure 1 Electropherograms of the effects of pH on the separation and migration time of the peaks

### 2.3 分离电压的选择

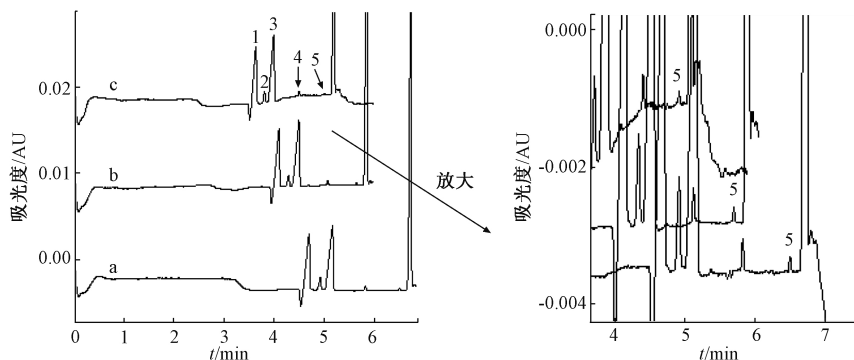
分离电压决定分离时间,电压增加,则各峰迁移时间减少,过高的电压将产生大量焦耳热,反而导致峰展宽、基线噪声增加、灵敏度下降。当分离电压分别为22、25和28 kV时,各峰的迁移时间逐渐减少, $\text{H}_2\text{PO}_4^-$ 的灵敏度下降(校正峰面积分别为52、52和49),见图2,故本试验选用25 kV为最佳分离电压。

### 2.4 标准曲线、线性方程、检出限及定量限

将5种阴离子的标准溶液分别配成混合中间液(100 mg/L  $\text{Cl}^-$ ,20 mg/L  $\text{NO}_3^-$ -N,100 mg/L  $\text{SO}_4^{2-}$ ,4 mg/L  $\text{F}^-$ ,5 mg/L  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$ ),用超纯水逐级稀释成标准系列,依次进样。在CE分析中,为获得准确定量结果,一般以校正峰面积(A,峰面积除以迁移时间)与质量浓度( $\rho$ ,mg/L)进行线性回归,计算回归方程及相关系数。5种阴离子的线性方程、线性范围及相关系数见表1,以3倍信噪比( $S/N=3$ )计算的检出限均为0.05 mg/L,定量限( $S/N=10$ )均为0.15 mg/L。

### 2.5 加标回收率

为验证该方法的准确性,选择本实验室的自来水样品为本底,分别在低、中和高质量浓度水平进行加标回收率试验,结果见表2,回收率在81.6%~108.6%之间,方法精密度均小于5%。自来水样品本底、自来水样品本底加标和5种阴离子混合标准溶液的电泳图见图3。



注:1~5 分别为  $\text{Cl}^-$ 、 $\text{NO}_3^-$ 、 $\text{SO}_4^{2-}$ 、 $\text{F}^-$  和  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$ ; a、b、c 分别表示分离电压为 22、25、28 kV

图 2 分离电压优化的电泳图

Figure 2 Electrophoregrams of the optimization of separation voltage

表 1 5 种阴离子的线性方程、线性范围、相关系数、检出限及定量限

Table 1 Linear equation, linear range, correlation coefficient, limits of detection and limits of quantitation

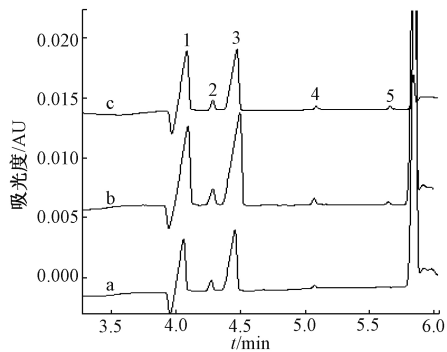
| 待测离子                      | 线性方程                      | 线性范围/(mg/L) | 相关系数    | 检出限/(mg/L) | 定量限/(mg/L) |
|---------------------------|---------------------------|-------------|---------|------------|------------|
| $\text{Cl}^-$             | $A = 153.12\rho + 399.30$ | 0.5~100.0   | 0.998 8 | 0.05       | 0.15       |
| $\text{NO}_3^-$           | $A = 343.05\rho + 10.01$  | 0.2~20.0    | 0.999 9 | 0.05       | 0.15       |
| $\text{SO}_4^{2-}$        | $A = 117.44\rho + 55.33$  | 0.5~100.0   | 0.999 7 | 0.05       | 0.15       |
| $\text{F}^-$              | $A = 328.24\rho + 10.81$  | 0.2~4.0     | 0.999 7 | 0.05       | 0.15       |
| $\text{H}_2\text{PO}_4^-$ | $A = 123.89\rho + 2.29$   | 0.2~5.0     | 0.999 8 | 0.05       | 0.15       |

表 2 5 种阴离子的加标回收率 (n=6)

Table 2 Recovery results of the five anions

| 待测离子                      | 本底/(mg/L) | 加标量/(mg/L) | 测定结果/(mg/L) | 回收率/%       | 相对标准偏差(RSD)/% |      |
|---------------------------|-----------|------------|-------------|-------------|---------------|------|
|                           |           |            |             |             | 测定结果          | 迁移时间 |
| $\text{F}^-$              | 0.20      | 0.2        | 0.39~0.40   | 95.0~100.0  | 1.5           | 0.04 |
|                           |           | 0.5        | 0.69~0.73   | 98.0~106.0  | 1.8           | 0.05 |
|                           |           | 1.0        | 1.19~1.24   | 98.8~103.7  | 1.7           | 0.05 |
| $\text{Cl}^-$             | 16.1      | 10.0       | 24.3~25.1   | 81.6~89.5   | 1.2           | 0.07 |
|                           |           | 20.0       | 34.5~35.1   | 85.2~95.1   | 2.5           | 0.05 |
|                           |           | 40.0       | 52.9~54.3   | 91.9~95.4   | 1.2           | 0.02 |
| $\text{NO}_3^-$           | 1.58      | 0.5        | 2.06~2.10   | 95.4~104.0  | 0.8           | 0.06 |
|                           |           | 1.0        | 2.41~2.46   | 82.9~88.4   | 1.0           | 0.05 |
|                           |           | 2.0        | 3.64~3.75   | 103.0~108.6 | 1.0           | 0.06 |
| $\text{SO}_4^{2-}$        | 31.6      | 15.0       | 45.1~45.7   | 89.6~93.7   | 0.6           | 0.07 |
|                           |           | 30.0       | 60.6~62.3   | 96.6~102.2  | 0.7           | 0.06 |
|                           |           | 60.0       | 89.7~90.7   | 96.7~98.5   | 0.6           | 0.00 |
| $\text{H}_2\text{PO}_4^-$ | /         | 0.5        | 0.47~0.48   | 94.0~96.0   | 1.2           | 0.05 |
|                           | /         | 1.0        | 0.91~0.98   | 91.0~98.0   | 3.7           | 0.09 |
|                           | /         | 2.0        | 1.80~1.86   | 90.0~93.0   | 1.3           | 0.05 |

注:/表示小于检出限



注:1~5 分别为  $\text{Cl}^-$ 、 $\text{NO}_3^-$ 、 $\text{SO}_4^{2-}$ 、 $\text{F}^-$  和  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$ ; a 为自来水样品

本底; b 为自来水样品本底加标; c 为 5 种混合阴离子标准溶液

图 3 自来水样品本底、自来水样品本底加标和 5 种混合阴离子标准溶液的电泳图

Figure 3 Electrophoregrams of tap water sample, spiked tap water sample and mixed standard solution of five anions

## 2.6 实际样品测定

将水源水、出厂水、末梢水、矿泉水、2 份能力验证样品 (KH-1 和 KH-2) 及 1 份实验室间比对样品 (KH-3) 直接进样, 分别进行 3 次平行测定, 并与 IC 法的结果进行比较, 除矿泉水中低含量的  $\text{Cl}^-$  结果偏低外, 其余基本吻合, 进一步证明了本方法的准确性, 见表 3, 说明本方法不适合  $\text{Cl}^-$  浓度低的水样的测定。

## 3 小结

该法具有前处理简单、样品用量少、分析结果准确等优点, 与 IC 法明显不同的是  $\text{F}^-$  远离负峰, 能够满足实际样品分析的要求; 且分析成本低,

表3 CE和IC方法测定结果的比较

Table 3 Comparison of the CE and IC method for the determination of five anions

| 样品   | CE法测定结果/(mg/L)  |                                 |                               |                |   | IC法测定结果/(mg/L)  |                                 |                               |                |   |
|------|-----------------|---------------------------------|-------------------------------|----------------|---|-----------------|---------------------------------|-------------------------------|----------------|---|
|      | Cl <sup>-</sup> | NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> -N | SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> | F <sup>-</sup> | H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> <sup>-</sup> | Cl <sup>-</sup> | NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> -N | SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> | F <sup>-</sup> | H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> <sup>-</sup> |
| 水源水  | 9.47            | 0.75                            | 31.3                          | 0.21           | /   | 9.25            | 0.79                            | 33.1                          | 0.21           | /   |
| 出厂水  | 22.8            | 0.84                            | 32.8                          | 0.20           | /   | 21.9            | 0.87                            | 33.8                          | 0.21           | /   |
| 末梢水  | 20.3            | 1.20                            | 31.6                          | 0.18           | /   | 19.6            | 1.22                            | 32.8                          | 0.20           | /   |
| 矿泉水  | 1.22            | 0.21                            | 52.8                          | 0.20           | <0.15                                       | 1.56            | 0.21                            | 56.0                          | 0.21           | <0.15                                       |
| KH-1 | —               | —                               | —                             | 0.33           | /   | —               | —                               | —                             | 0.33           | /   |
| KH-2 | —               | —                               | —                             | 1.41           | /   | —               | —                               | —                             | 1.44           | /   |
| KH-3 | 383             | /                               | /                             | /              | /   | 382             | /                               | /                             | /              | /   |

注:—表示含有该离子但未定量;/表示小于检出限

方法简单,易推广到食品、环境、生物等样品中阴离子的分析,有广阔的应用前景。

## 参考文献

- [1] 中华人民共和国卫生部,中国国家标准化管理委员会.生活饮用水标准检验方法 感官性状和物理指标:GB/T 5750.4—2006[S].北京:中国标准出版社,2006.
- [2] RÖDER A, BÖCHMANN K. Simultaneous determination of organic and inorganic anions in the sub- $\mu\text{mol/L}$  range in rain water by capillary zone electrophoresis [J]. J Chromatogr A, 1995, 689(2): 305-311.
- [3] PIROGOV A V, YUR'EV A V, SHPIGUN O A. Use of ionenes as capillary modifiers in the simultaneous determination of azide, chlorate, and perchlorate ions by capillary electrophoresis [J]. J Anal Chem, 2003, 58(8): 781-784.
- [4] Environmental Protection Agency. Determination of dissolved inorganic anions in aqueous matrices using capillary ion electrophoresis: SW-846 EPA 6500[S]. 1998.
- [5] American Society for Testing Materials. Standard test method for determination of dissolved inorganic anions in aqueous matrices using capillary ion electrophoresis and chromate electrolyte: ASTM D6508-15[S]. 2015.
- [6] GOST. Drinking water. Determination of anions content by

chromatography and capillary electrophoresis method: GOST 31867-2012[S]. 2012.

- [7] GOSR. Feedstuffs, compound feeds, feed raw materials. Determination of mass fraction of chloride, sulfate, nitrate and phosphate ions using capillary electrophoresis: GOSR 56375-2015[S]. 2015.
- [8] DSTU. Vodkas and special vodkas. Determination of mass concentration of fluorides, chlorides, nitrites, nitrates, phosphates, sulphates by capillary electrophoresis method: DSTU 4932; 2008[S]. 2008.
- [9] GOST. Milk and milk products. Determination of phosphates content: GOST 33500-2015[S]. 2015.
- [10] 张明瑜,康经武.邻苯二甲酸为背景吸收电解质的毛细管电泳法测定低分子量肝素中的阴离子[J].色谱,2017,35(1): 59-64.
- [11] 中华人民共和国卫生部,中国国家标准化管理委员会.生活饮用水标准检验方法 无机非金属指标:GB/T 5750.5—2006[S].北京:中国标准出版社,2006.
- [12] XIE N, DING X J, WANG X Y, et al. Determination of thioglycolic acid in cosmetics by capillary electrophoresis [J]. J Pharmaceut Biomed, 2014, 88(10): 509-512.
- [13] 丁晓静,郭磊.毛细管电泳实验技术[M].北京:科学出版社,2015.

## · 资讯 ·

# 欧盟修订氯虫苯甲酰胺等 11 种物质的最大残留限量

2019年1月14日,欧盟发布条例(EU)2019/50,修订条例(EC)No 396/2005附件II、III、IV、V中关于氯虫苯甲酰胺(chlorantraniliprole)、广灭灵(clomazone)、环溴虫酰胺(cyclaniliprole)、喹螨醚(fenazaquin)、杀菌剂(flupicoxamid)、氟嘧菌酯(fluxastrobin)、高效氯氟氰菊酯(lambda-cyhalothrin)、甲哌(mepiquat)、洋葱油(onion oil)、噻虫啉(thiacloprid)和缬菌胺(valifenalate)在多种产品中的最大残留限量。

本条例自发布之日起生效,从2019年1月1日起实施,其中高效氯氟氰菊酯在黑麦上的残留限量从2019年1月26日起实施。

(来源食品伙伴网,相关链接:<http://news.foodmate.net/2019/01/502914.html>)