

GCMS 法测定生活饮用水中乙草胺含量

GCMS-346

摘要：本文建立了 GCMS 检测生活饮用水中乙草胺含量的分析方法，分析结果表明：在 10~250 ng/mL 的浓度范围内，校准曲线线性良好，线性相关系数 r 为 0.9992。10 ng/mL 标准溶液重复进样 6 次，相对标准偏差为 3.67%，重复性良好。根据 10 ng/mL 标准溶液的 3 倍信噪比计算仪器检出限为 0.67 ng/mL。对实际样品加标 0.05 ng/mL，平均回收率为 92.5%，本方法可用于对生活饮用水中乙草胺含量的测定。

关键词：气相色谱质谱联用仪 生活饮用水 乙草胺

酰胺类除草剂乙草胺广泛应用于玉米、花生、豆类等阔叶类植物，是我国使用量最大的农药除草剂之一。乙草胺具有较好的水溶性和流动性，与土壤吸附作用较弱，可以通过降雨、渗透、灌溉等方式进入水体，对水体造成长期和不可逆的污染。随着饮用水进入人体后，会造成内分泌紊乱，也会对肝、肾和红细胞造成损害，其已经被美国环境保护

署列为 B2 类致癌物。因此，建立一种快速、准确、高灵敏度的检测生活饮用水中的乙草胺方法具有重要意义。

本文建立了一种测定饮用水中乙草胺残留的方法。采用 C18 固相萃取柱萃取，乙酸乙酯洗脱，洗脱液经脱水、浓缩后，用气相色谱 - 质谱法检测。

■ 实验部分

1.1 仪器及前处理耗材

气相色谱质谱联用仪：GCMS-QP2020 NX

固相萃取柱：InertSep C18(填充量 500 mg，体积 6 mL)，SGLC

1.2 分析条件

色谱柱：Rtx-5Sil MS, (30 m×0.25 mm×0.25 μm)

柱温程序：85°C_20°C/min_165°C (2 min)-5°C /
min_220°C_50°C/min_280°C

载气控制方式：恒线速度 (36.9 cm/sec)

进样方式：不分流进样

进样量：1 μL

离子源温度：230°C

接口温度：280°C

检测器电压：调谐电压 +0.2 kV

采集方式：SIM (采集离子见表 1)

1.3 样品前处理



备注：如脱水干燥时无法将 SPE 柱中水完全干燥，可在洗脱后的乙酸乙酯溶液中加入无水硫酸钠除水。

■ 结果讨论

2.1 标准品图谱

取 5 mg/L 乙草胺标准溶液，采用 GCMS 全扫描分析，确定乙草胺保留时间，并建立 SIM 采集方法。乙草胺的总离子流图见图 1，相关化合物信息见表 1，SIM 方法采集得到质量色谱图如图 2 所示。

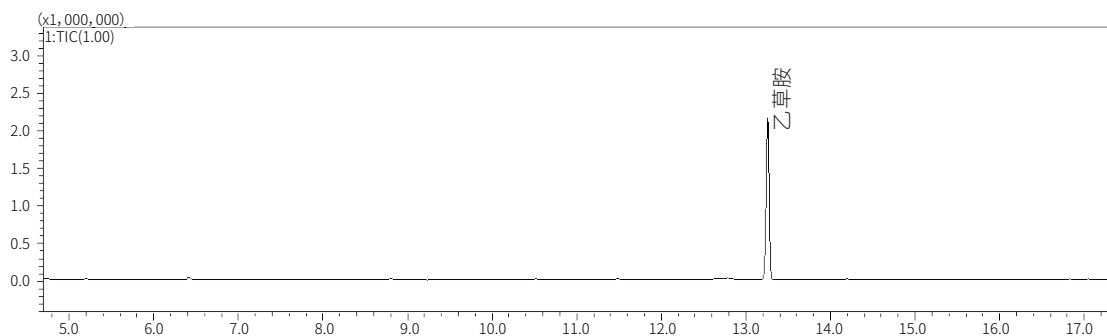


图 1 乙草胺总离子流图 (5 mg/L)

表 1 乙草胺信息

No.	化合物名称	保留时间 (min)	CAS 号	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	乙草胺	13.065	34256-82-1	146	162, 174

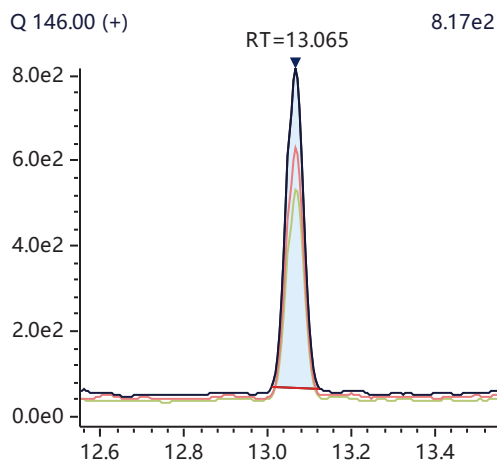


图 2 乙草胺标准溶液 (10 ng/mL) 质量色谱图

2.2 标准曲线与检出限

配制 7 个不同浓度的系列标准品溶液，制作校准曲线，浓度分别为 10、25、50、100、150、200、250 ng/mL。以目标组分浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，见图 3。线性相关系数、准确性、10 ng/mL 信噪比及检出限 (3 倍信噪比计算) 见表 2。

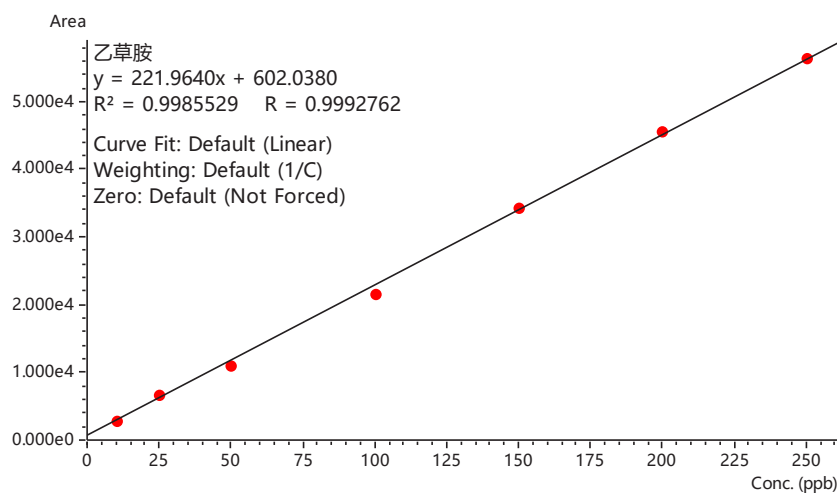


图 3 乙草胺校准曲线

表 2 乙草胺线性相关系数和检出限

No.	化合物名称	相关系数 r	准确性	S/N (10 ng/mL)	检出限 (ng/mL)
1	乙草胺	0.9992	93~108%	44.91	0.67

2.3 重复性结果

取 10 ng/mL 的标准溶液，重复进样 6 次，考察仪器重复性，具体结果见表 3。

表 3 乙草胺标准溶液重复性实验 (10 ng/mL)

No.	化合物名称	峰面积						RSD%
		1	2	3	4	5	6	
1	乙草胺	2122	2164	2229	2182	2288	2341	3.67

2.4 回收率结果

对实际饮用水样品进行加标实验，加标量为 0.05 ng/mL，实际上机浓度为 25 ng/mL，平行两次，考察回收率，实际样品 TIC 图见图 4，样品测试结果及加标回收率见表 4。

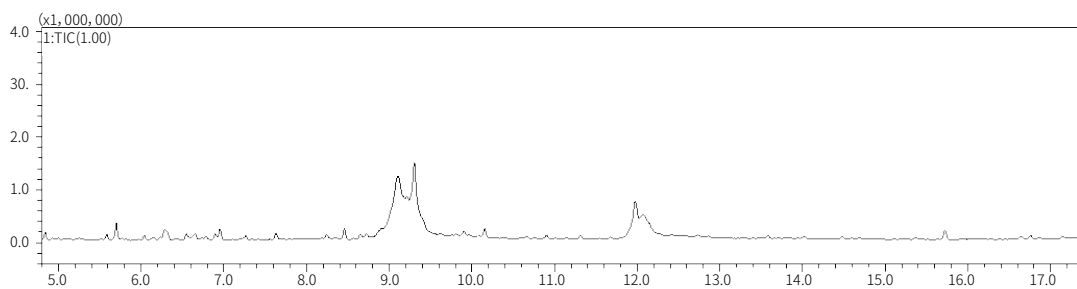


图 4 实际样品 TIC 图

表 4 加标回收率及重复性实验结果

化合物名称	样品浓度	加标后浓度 (ng/mL)		平均回收率 (%)
		1	2	
乙草胺	N.D	0.0464	0.0479	92.5

注：N.D 为未检出

■ 结论

本文建立了生活饮用水中乙草胺含量的分析方法，分析结果表明：在 10~250 ng/mL 的浓度范围内，校准曲线线性良好，线性相关系数 r 为 0.9992。10 ng/mL 标准溶液重复进样 6 次，相对标准偏差为 3.67%，重复性良好。根据 10 ng/mL 标准溶液的 3 倍信噪比计算仪器检出限为 0.67 ng/mL。对实际样品加标 0.05 ng/mL，平均回收率为 92.5%，本方法前处理简单、灵敏度高，可用于对生活饮用水中乙草胺含量的测定。

岛津应用云

