

水质中阿特拉津含量的液相色谱分析

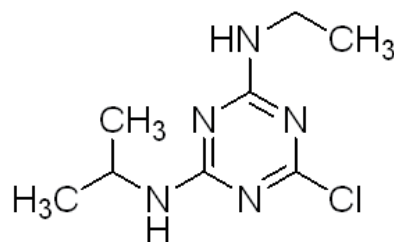
LC-066

摘要：本文使用岛津LC-30A液相色谱仪建立了水质中阿特拉津的快速检测方法。本方法采用C₁₈色谱柱，甲醇/水=65/35(v/v)为流动相，紫外检测器的检测波长为223 nm，二氯甲烷作为萃取剂。在0.03-1.00 μg/mL的浓度范围内标准品的线性相关系数r=0.9994，线性关系良好。对添加浓度为1.0 μg/L的六个平行样品进行分析，保留时间的RSD%为0.068%，浓度结果的RSD%为4.183%，结果的重现性良好，在此浓度下平均回收率为97%。方法的最低检出限为0.1 μg/L，最低定量限为0.35 μg/L，具有较高的检测灵敏度。

关键词：水质 阿特拉津 液相分析

阿特拉津，又名莠去津，是一种广泛应用的三氮苯类除草剂。我国从20世纪80年代初开始使用阿特拉津，近年来使用面积不断扩大。阿特拉津虽然是一种低毒除草剂，但它在环境中不易降解，水溶性强，持效期长，喷洒到土壤和作物表面后，仅有一小部分落到靶标上，大部分进入到土壤，易被雨水、浇灌水淋溶至较深土层，或是随地表径流进入河流、湖泊，对地下水 and 地表水造成污染。

目前的研究发现阿特拉津是一种环境雌激素，在低浓度长期暴露下会对人和生物体的内分泌系统产生干扰作用，引起一系列病症，甚至引发癌症等。因此，阿特拉津被列为环境荷尔蒙的可疑物质，受到各国政府监控的一项重要内容。由于阿特拉津对环境的危害较大，它已被我国列入水中优先控制的污染物。新修订的《生活饮用水标准检验方法》(GB/T5750.8-2006)采用固相萃取/气相色谱-质谱法对阿特拉津进行分析。卫生部卫生监督司编写的《食品中的阿特拉津残留量的测定》(GB/T16336-1996)中使用气相色谱法，电子捕获检测器测定。国家环保部编写的《水质阿特拉津的测定》(HJ 587-2010)中使用高效液相色谱法。本实验中应用岛津的超高效液相色谱LC-30A建立了一种阿特拉津的快速检测方法，并应用于水质样品的分析。



阿特拉津的化学结构式

实验部分

1.1 试剂与仪器

1.1.1 试剂

甲醇和二氯甲烷，HPLC级，超纯水。

无水硫酸钠与氯化钠：分别在400℃灼烧4小时，冷却后密闭保存。

阿特拉津标准储备液(100 μg/mL)：准确称取0.0100 g阿特拉津标准品，用少量二氯甲烷溶解后，甲醇定容至100 mL，作为阿特拉津的标准储备液，在4℃冰箱中保存。

1.1.2 仪器

LC-30A液相系统，旋转蒸发仪

1.2 分析条件

色谱柱：Shim-pack XR ODS-II (3.0 mm I.D.×75 mmL., 2.2 μm)；流动相：A：水；B：甲醇A/B=65/35 (v/v)；流速：1.5 mL/min；洗脱方式：等度洗脱；柱温：40℃；紫外检测波长：223 nm，进样量：2 μL。

1.3 样品处理

1.3.1 阿特拉津标准品的配制

取不同量的阿特拉津储备液，用甲醇稀释，配制浓度为0.030，0.050，0.100，0.500及1.00 μg/mL的标准系列，储存在棕色小瓶中，于4℃冰箱中存放。

1.3.2 试样的制备

用量筒量取100 mL样品于250 mL分液漏斗中，加入5 g氯化钠摇匀，用20 mL二氯甲烷分两次萃取，每次10 mL。将有机相通过装有无水氯化钠的漏斗，接至浓缩瓶中，合并两次二氯甲烷萃取液，用浓缩仪浓缩至近干，甲醇定容至1.00 mL，过0.45 μm滤膜后待测。

结果讨论

2.1 阿特拉津标准曲线的结果

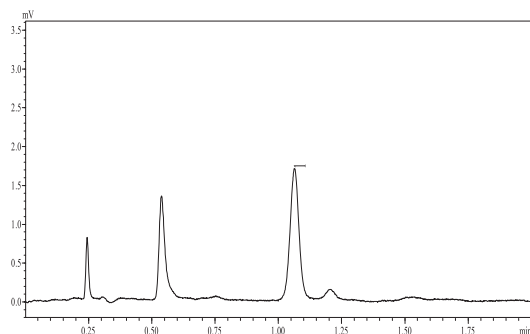


图1 (1=阿特拉津) 阿特拉津标准样品的色谱图

图1是浓度为0.5 μg/mL的阿特拉津标准品色谱图，图2是五个不同浓度的标准溶液采集得到的色谱图。阿特拉津的校准曲线及方程如图3所示。曲线的相关系数为0.9994，线性关系良好。

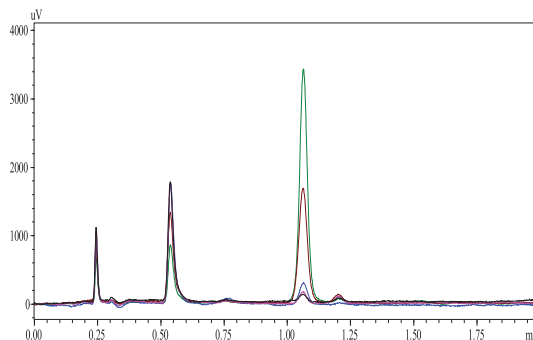
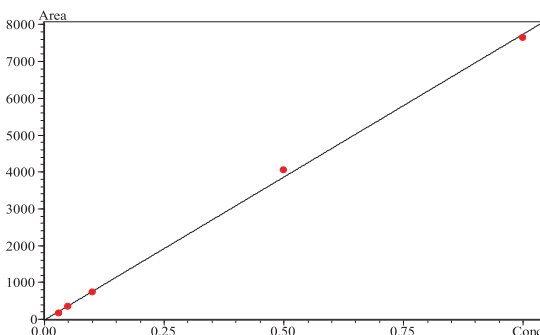


图2 五个不同浓度的阿特拉津标准样品的色谱图



$$Y=7764.17X-19.5289 \quad R=0.9994$$

图3 阿特拉津的校准曲线

2.2 方法的重现性

为了进一步考察该方法的重现性，本文分别对浓度为0.5 μg/mL的阿特拉津标准样品及添加后浓度为1.0 μg/L的水样均进行了6次重复实验，重现性结果(RSD%表示)汇总如下。标准品及样品保留时间的RSD%分别为0.097%和0.068%。标准品峰面积的RSD%为1.312%，水样浓度的RSD%为4.183%。结果的重现性良好。样品的平均回收率为97%。

表 1 阿特拉津标准溶液的保留时间和峰面积的重现性结果

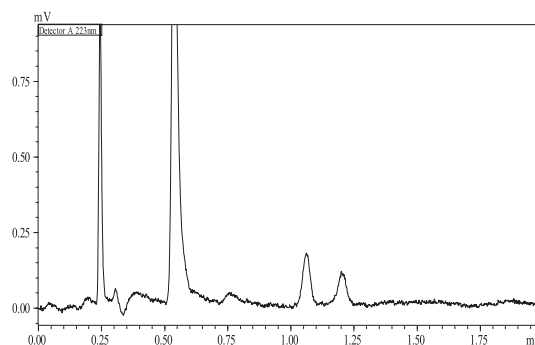
No.	保留时间(min)	峰面积
数据 1	1.062	4057
数据 2	1.064	4194
数据 3	1.064	4176
数据 4	1.065	4155
数据 5	1.064	4082
数据 6	1.065	4152
平均	1.064	4136
RSD%	0.097	1.312

表 2 样品添加的保留时间和浓度的重现性结果

No.	保留时间(min)	浓度($\mu\text{g/L}$)
数据 1	1.068	98
数据 2	1.067	91
数据 3	1.067	96
数据 4	1.067	95
数据 5	1.068	103
数据 6	1.067	99
平均	1.067	97
RSD%	0.068	4.183

2.3 方法的灵敏度

为考察方法的灵敏度,对浓度为 $0.3 \mu\text{g/L}$ 的样品进行分析,得到色谱图如图4所示,此时信噪比为9,经计算得到此分析方法的最低检出限为 $0.1 \mu\text{g/L}$,最低定量限为 $0.35 \mu\text{g/L}$ 。大大低于我国的《地表水环境质量标准》(GB/T3838-2002)规定阿特拉津的 $3 \mu\text{g/L}$ 标准限值。


 图 4 浓度为 $0.3 \mu\text{g/L}$ 样品的色谱图

结论

本实验中使用LC-30A液相系统,开发了水质中阿特拉津的检测方法。本法具有快速便捷,重现性好和灵敏度高等优点。