

使用新的 Agilent 反相 LC 色谱柱分析饮用水中 ppb 级阿特拉津

应用报告

环境

作者

傅荣杰
安捷伦科技有限公司
上海市浦东外高桥保税区英伦路 412 号
邮编 200131

摘要

使用新的 Agilent 反相 LC 色谱柱，分析饮用水样品中 ppb 级除草剂阿特拉津，Agilent TC-C18(2) 和 HC-C18(2) 色谱柱可以使干扰物或共流出物与目标化合物得到很好的分离，并给出高度对称的色谱峰和极好的分析结果，这一方法的检测限 (LOD) 为 0.5 ng，适应中国对饮用水标准的要求。使用这一新色谱柱的方法很适合于分析饮用水中的阿特拉津。

前言

阿特拉津是一种三嗪类除草剂（结构见图 1），是一种在美国和其他国家广泛使用的除草剂，用于控制阔叶植物和杂草的生长，阿特拉津在土壤中有很强的保留能力，并且可以直接从土壤渗透到地下水、地表水和饮用水中，阿特拉津对健康有潜在的短期和长期危害，短期对健康的影响包括对心、肺、肾充血以及低血压和肌肉痉挛，长期对健康的潜在影响包括降低体重、视网膜的衰退、心血管损伤，甚至有潜在的致癌作用。所以要采取措施控制这一化合物，并且需要检测它在饮用水中的含量，按照 EPA（美国环保局）规定的污染物水平 (MCL) 是 3 ppb [1]，在中国新的饮用水标准 MCL 定为 2 ppb [2]。

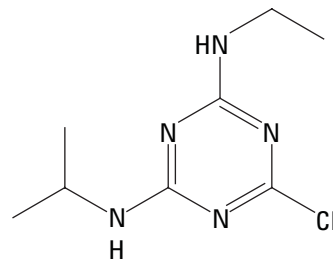


图 1. 阿特拉津的结构

这里所开发的 HPLC 方法，可适应中国新饮用水标准的要求。用于饮用水中阿特拉津的分析，我们选择 AccuBond C18 SPE 小柱进行样品制备，而不使用传统的液-液萃取，因为对阿特拉津需要进行浓缩。把水样进行富集以后，使用 Agilent TC-C18(2) 和 HC-C18(2) 柱进行分析，可以得到对称的色谱峰和很高的灵敏度。该方法是一种简单、快速、和高回收率的方法，可适应于饮用水的质量控制。

实验

用于制作校正曲线的阿特拉津标准溶液

准确称取 0.01 g 阿特拉津标准样品，溶解到甲醇里并稀释到 100 mL。这是一个 100 µg/mL 的储备溶液，取可整除的一份储备溶液用甲醇稀释成一系列标准溶液，0.05, 0.1, 0.5, 1.0, 和 5 µg/mL。



样品制备

我们使用 Yang 等所开发的样品制备方法[3]，用 AccuBond C18 SPE 小柱(Agilent 部件号 188-1356) 萃取并浓缩水样中的阿特拉津。每个小柱首先用 5 mL 甲醇分几次进行冲洗，然后再用 5 mL 试剂水进行冲洗，在用试剂水冲洗后要保持小柱湿润。把全部样品以 5 mL/min 流速进行真空过滤通过小柱，用 5 mL 试剂水洗小柱，洗后把水排除干净，然后用 5 mL 甲醇分几次洗脱样品，用氮气挥干，使甲醇蒸发到 1 mL。使用同样的步骤处理添加 5 ppb 标样的 50 mL 试剂水和自来水，获得样品的回收率。

HPLC 条件

仪器	Agilent 1200 SL 型, 配置二极管阵列检测器
色谱柱	Agilent TC-C18(2) (部件号: 588935-902) 和 HC-C18(2) (部件号: 588915-902), 4.6 mm x 150 mm, 5 μm
流动相	55% 甲醇: 45% 水
流速	1 mL/min
波长	254 nm
温度	40 °C
进样体积	10 μL

结果和讨论

取各个浓度的甲醇标准溶液 10 μL，注射到 Agilent TC-C18(2) 和 HC-C18(2) 色谱柱上进行分析。进样到 TC-C18(2)柱上的标准样品，形成图 2 所示的校正曲线，这一方法显示出具有非常好的线性，接近于 1.0 (0.9998)。阿特拉津标准样的色谱如图 3 所示，表明具有很高的柱效和对称的峰形。两支色谱柱的保留性能有所不同，因为它们的碳载量有差别 (HC-C18(2)的碳载量为 17%，而 TC-C18(2) 的碳载量较低，为 12%)，这一差别就影响了它们的保留性能，非极性和中等极性的化合物典型地在 HC-C18(2)上要比在 TC-C18(2)上的保留时间长。这一方法使用的流动相中甲醇含量为 55%。两种色谱柱当中，在 TC-C18(2)上分析时间稍短，刚刚超过 7 min，所以我们的方法选择了 TC-C18(2)。

为了评估这一方法的重现性，在 TC-C18(2)柱上注射 5 ng 阿特拉津标准样 10 次，峰面积的重现性为 2.7%，保留时间的重现性为 0.03%。所以 TC-C18(2)柱具有很好的重现性。

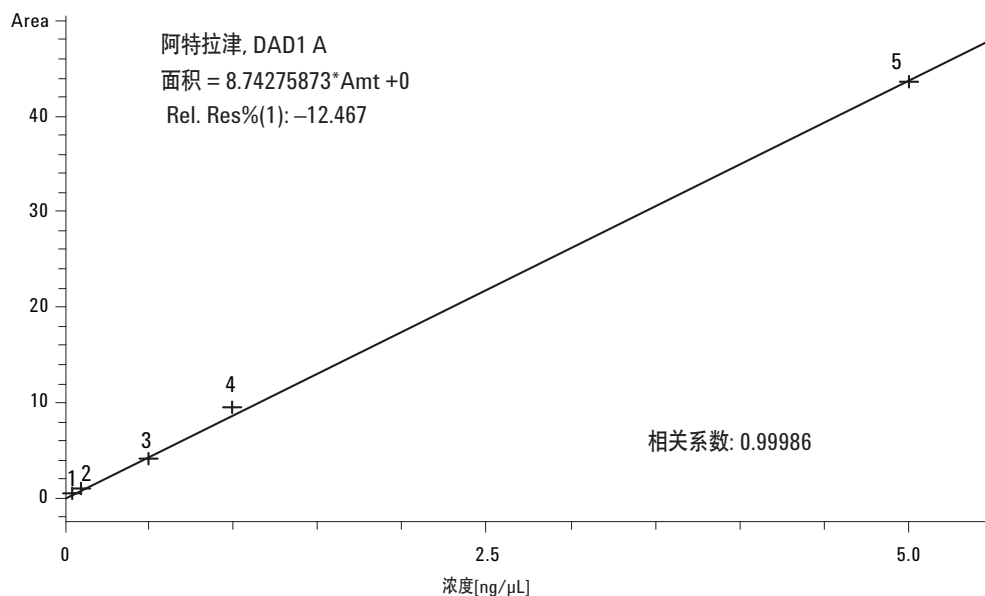


图 2. 阿特拉津在 TC-C18(2)和 HC-C18(2) (4.6 mm x 150 mm, 5 μm) 柱上的校正曲线

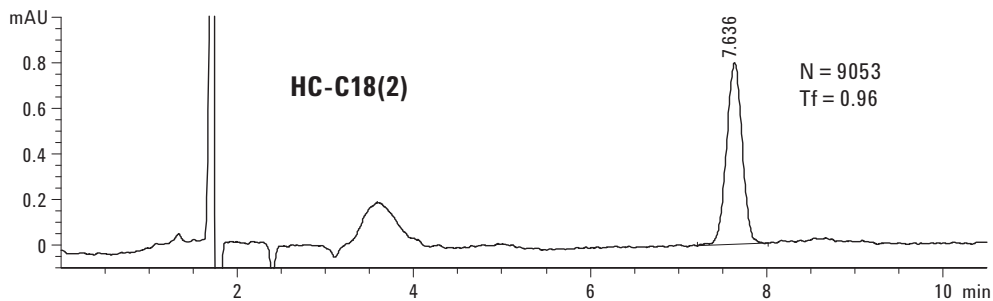
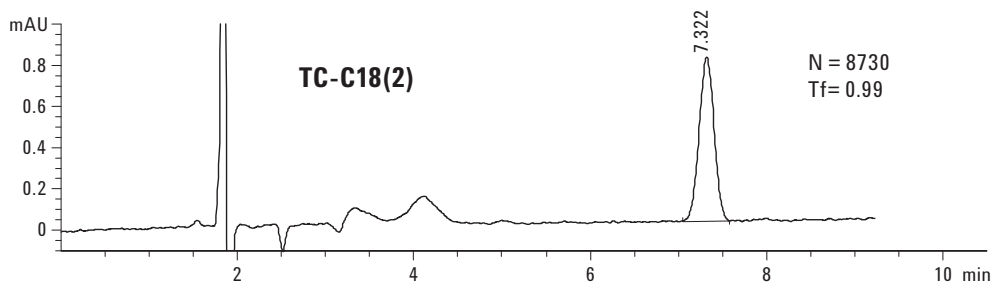


图 3. 阿特拉津标准样在 TC-C18(2) 和 HC-C18(2) (4.6 mm x 150 mm, 5 μm) 柱上的色谱图

图 4 是进样 0.5 ng 阿特拉津的色谱，信噪比为 3:1，所以这一方法的 LOD 约为 0.5 ng，可以适应中国新的饮用水的标准。

这一方法使用 AccuBond C18 SPE 小柱来萃取水样中痕迹量的阿特拉津。平均回收率达到 88.2% (n = 3, RSD = 4.1%)。这种样品制备简单、快速，只消耗少量的有机溶剂，使样品制备方法更为经济。

图 5 和图 6 是在试剂水和自来水中添加样品得到的色谱图。所有来自试剂水和自来水中的主要干扰物，全都可以与目标化合物阿特拉津得到很好的分离，所以这一方法具有良好的选择性。

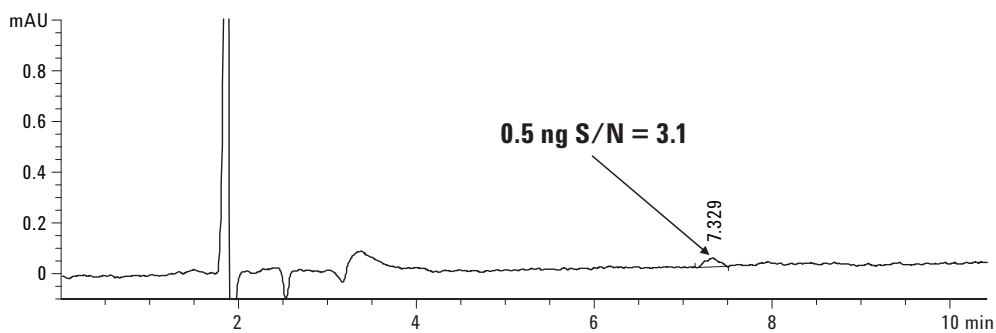


图 4. 在 TC-C18(2) (4.6 mm x 150 mm, 5 μm) 柱上进样 0.5 ng 标样得到的色谱图

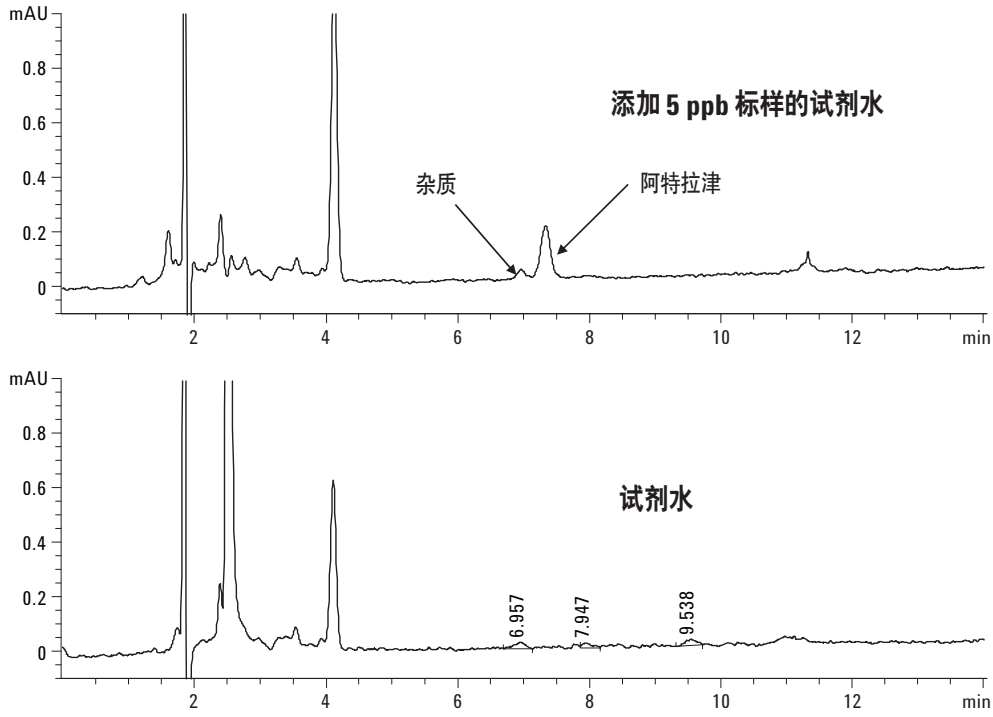


图 5. 在 TC-C18(2) (4.6 mm x 150 mm, 5 μ m)上试剂水和试剂水中添加样品的色谱图

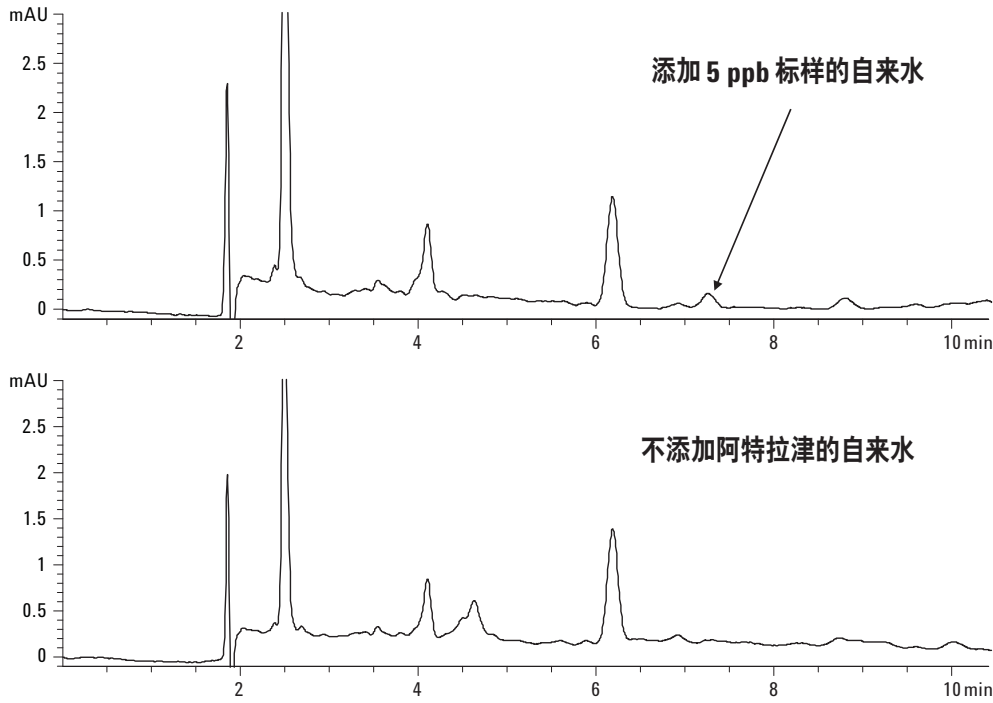


图 6. 在 TC-C18(2) (4.6 mm x 150 mm, 5 μ m) 柱上自来水和其中添加样品的色谱图

结论

使用新的 Agilent TC-C18(2) 色谱柱可以很容易地分析饮用水中低含量的除草剂阿特拉津，可以很好地和主要干扰物分离开，约在 7 min 内可以完成分析。使用 C18 SPE 小柱进行样品制备并浓缩被分析物，可以适应柱上检测限 0.5 ng 的要求。整个方法可有效地用于饮用水中阿特拉津的快速测定。

参考文献

1. United States Environmental Protection Agency, "Determination of Chlorinated Pesticides, Herbicides, and Organohalides by Liquid-Solid Extraction and Electron Capture Gas Chromatography," Method 508.1, 1995, EPA Environmental Monitoring Systems Laboratory, Office of Research and Development, Cincinnati, Ohio 45268.
2. Standards of People's Republic of China, Standard Examination Methods for Drinking Water- Pesticides, GB/T 5750.9-2006:26
3. Lifang Yang, et al, "Solid Phase Extraction-HPLC Determination of Atrazine in Drinking Water, Chemical Measure and Analysis," 2007, 16(2):53

要获得更多的信息

要获得我们产品和服务的更多的信息，请访问我们的网站 www.agilent.com/chem/cn。

安捷伦公司对本手册中可能有的错误或与装置、性能及材料使用有关内容而带来的意外伤害和问题不负任何责任。

本手册中的信息、说明和技术规格如有变动，恕不另行通知。

© 安捷伦科技有限公司，2008

在中国印刷
2008年4月1日
5989-8328CHCN