

固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱法测定 海水中 13 种三嗪类除草剂残留量

任传博^{1,2}, 田秀慧^{1,3}, 张华威^{1,2}, 刘云⁴, 孙岩^{1,3},
徐英江^{1,3}, 官向红^{1,3}, 王茂剑^{1,3}

(1. 山东省海洋水产研究所, 山东 烟台 264006; 2. 烟台山水海产有限公司, 山东 烟台 264006;
3. 山东省海洋生态修复重点实验室, 山东 烟台 264006; 4. 上海海洋大学食品学院, 上海 201306)

摘要:建立了固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱法测定海水中 13 种三嗪类除草剂, 样品抽滤后, 经 HLB 固相萃取柱浓缩净化, 洗脱液 40 °C 下氮气吹至小于 1 mL, 然后用 V(乙腈): V(水)=1:1 的溶液定容至 1 mL, 超声振荡 1 min, 样液经 0.22 μm 滤膜, 在 Acquity™ UPLC HSS C18(2.1 mm × 100 mm × 1.8 μm) 色谱柱上进行梯度洗脱分离。流动相为乙腈和含有 0.1% 甲酸的 5 mmol/L 乙酸铵溶液, 多反应监测模式下测定 13 种三嗪类除草剂残留量。13 种三嗪类除草剂的线性范围为 1~50 ng/L, 相关系数为 0.992~0.999; 检出限为 1 ng/L, 定量限为 2 ng/L, 在 2.5、10 ng/L 3 个浓度水平加标平均回收率为 65.8%~103%, 相对标准偏差 RSD 为 4.84%~15.2%。该方法灵敏度高、准确性好, 适用于海水中除草剂类药物的检测。

关键词:三嗪类; 海水; 超高效液相色谱-串联质谱; 固相萃取

中图分类号: O 657.63 **文献标志码:** A **文章编号:** 1004-2997(2013)06-0353-09

doi: 10.7538/zpxb.youxian.2013.34.0001

Determination of Triazine Herbicides in Seawater Using Solid Phase Extraction-UPLC-MS/MS

REN Chuan-bo^{1,2}, TIAN Xiu-hui^{1,3}, ZHANG Hua-wei^{1,2},
LIU Yun⁴, SUN Yan^{1,3}, XU Ying-jiang^{1,3}, GONG Xiang-hong^{1,3}, WANG Mao-jian³

(1. Marine Fisheries Research Institute of Shandong Province, Yantai 264006, China;

2. Yantai Shanshui Seafood Co. Ltd, Yantai 264006, China;

3. Shandong Province Key Laboratory of Restoration for Marine Ecology, Yantai 264006, China;

4. College of Food Science and Technology, Shanghai Ocean University, Shanghai 201306, China)

Abstract: The triazine herbicides in seawater were determined by solid phase extraction ultra performance liquid chromatography with electrospray ionization tandem mass spectrometry.

收稿日期: 2013-02-04; 修回日期: 2013-05-20

基金项目: 山东省现代农业产业技术体系刺参产业创新团队项目; 烟台市科技发展计划项目(2012134); 山东省科学技术发展计划项目(2012GHY11517); 山东省“水生动物营养与饲料”泰山学者岗位项目(2007-2012)资助

作者简介: 任传博(1982~), 男(汉族), 山东济南人, 助理工程师, 从事食品质量与安全研究。E-mail: ren0478@sina.com

通信作者: 王茂剑(1964~)男, 研究员, 从事食品科学与工程研究。E-mail: wangmaojian@126.com

网络出版时间: 2013-9-16; 网络出版地址: <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.2979.TH.20130916.1522.001.html>

try(UPLC-ESI-MS/MS). UPLC and MS/MS analytical conditions were examined and optimized critically by a series of experiments. Samples were filtrated and purified on the HLB solid phase extraction cartridges. The elution was collected and evaporated to less than 1 mL at 40 °C by nitrogen blow, then added to 1 mL acetonitrile and water (1 : 1, V/V) and ultrasonic wave extraction for 1 min. After filtrated with 0.22 μm filter membrane, the residue was separated by Acquity™ UPLC HSS C18 column (2.1 mm × 100 mm × 1.8 μm) using gradient elution separation. The mobile phase was a mixture of A (acetonitrile) and B (5 mmol/L ammonium acetate containing 0.1% formic acid) in a flow rate of 0.25 mL/min. Finally analytes were confirmed and quantified using MS/MS system in multiple reaction mode with triple quadrupole analyzer using positive polarity mode. The analytes show good linearity in the range of 1 ng/L to 50 ng/L with correlation coefficient from 0.992 to 0.999. The detection limit is 1 ng/L, and quantification limit is 2 ng/L. The average recoveries at three dose levels(2 ng/L, 5 ng/L and 10 ng/L) are 65.8%—103% with relative standard deviations from 4.84% to 15.2%. In addition, the method has merits of simplicity, sensitivity and rapidity, and can be used for simultaneous determination of triazine herbicides in seawater.

Key words: triazine; seawater; ultra performance liquid chromatography tandem mass spectrometry; solid phase extraction

三嗪类除草剂是现代除草剂中最重要的类型之一, 约占所有农用除草剂的 30%。三嗪类除草剂在农田中大量使用, 会危害生态环境和人类健康, 造成巨大损失^[1]。在这类除草剂中, 西玛津已被美国环保署列入内分泌干扰物名单; 噻草酮也已被确认是一种内分泌干扰物质; 阿特拉津可使哺乳动物乳腺癌发病率增大, 也可能引起人体垂体功能紊乱^[2-4]。各种除草剂残留最终随着径流排入大海, 对海洋环境造成污染, 同时影响人们的生产和生活。随着除草剂对人类健康和环境的毒害被人们所关注, 其限量指标更为严格。欧盟正式禁止使用扑草净、环噻酮、莠灭净、氰草津等三嗪类除草剂; 阿特拉津和西玛津被美国环保署列为优先控制污染物名单; 法国从 2002 年 9 月起禁止销售阿特拉津和西玛津, 并从 2003 年 6 月起禁止使用。我国只对饮用水中三嗪类除草剂做出标准, 如阿特拉津的限值为 3 μg/L^[5], 目前尚未制定海水中三嗪类除草剂的残留限量和标准分析方法, 因此建立海水中三嗪类除草剂多残留快速、可靠的分析方法具有重要的实际意义。

三嗪类除草剂常用的检测方法主要有气相色谱法(GC)^[6]、高效液相色谱法(HPLC)^[7]、气相色谱-质谱法(GC/MS)^[8]和高效液相色谱-串联质谱法(HPLC-MS/MS)^[9]等, 其中 GC 和

HPLC 仅以保留时间定性, 易出现假阳性结果; GC/MS 和 HPLC-MS/MS 检出限较低、定性更准确, 符合痕量检测的发展趋势。测定样品一般为土壤^[10]、谷物^[11-12]、豆类^[7]、蔬菜和水果^[13]等。样品中常用的净化方法有凝胶渗透色谱法^[14]、液液萃取法^[15]和固相萃取法^[16-17]等, 其中固相萃取法已成为检测水体中痕量除草剂残留最重要的预处理技术, 所检测除草剂类型主要有磺酰胺类^[18]、苯氧羧酸类^[19]、二苯醚类和吡啶类^[20-21]等。本研究采用固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱法测定海水中 13 种三嗪类除草剂残留, 并用于海水样品检测, 旨在满足海水样品中农药残留分析的要求。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

Quattro Premier XE 超高效液相色谱-串联质谱仪: 美国 Waters 公司产品; Milli-Q Gradient 超纯水仪: 法国 Millipore 公司产品; TGL-10C 高速离心机: 上海安亭科学仪器厂产品; KQ-600E 超声波清洗器: 昆山市超声仪器有限公司产品; N-EVAPTM112 氮吹仪: 美国 Organomation Associates 公司产品; ASPEC XL4 全自动固相萃取仪: 法国 Gilson 公司产品; HLB 固相萃取小柱(60 mg/3 mL): 美国 Waters

公司产品。

甲醇、乙腈均为色谱纯,甲酸为优级纯;13 种三嗪类除草剂(阿特拉津、扑草净、环嗪酮、扑灭津、敌草净、噻草酮、苯噻草酮、草净津、西玛津、仲丁通、莠灭净、特丁津和特丁净)标准品:纯

度均不小于 98%,结构式示于图 1;混合标准溶液:称取适量三嗪类除草剂标准品,用甲醇溶解,配成 100 mg/L 标准储备溶液,使用前用流动相稀释至所需质量浓度。

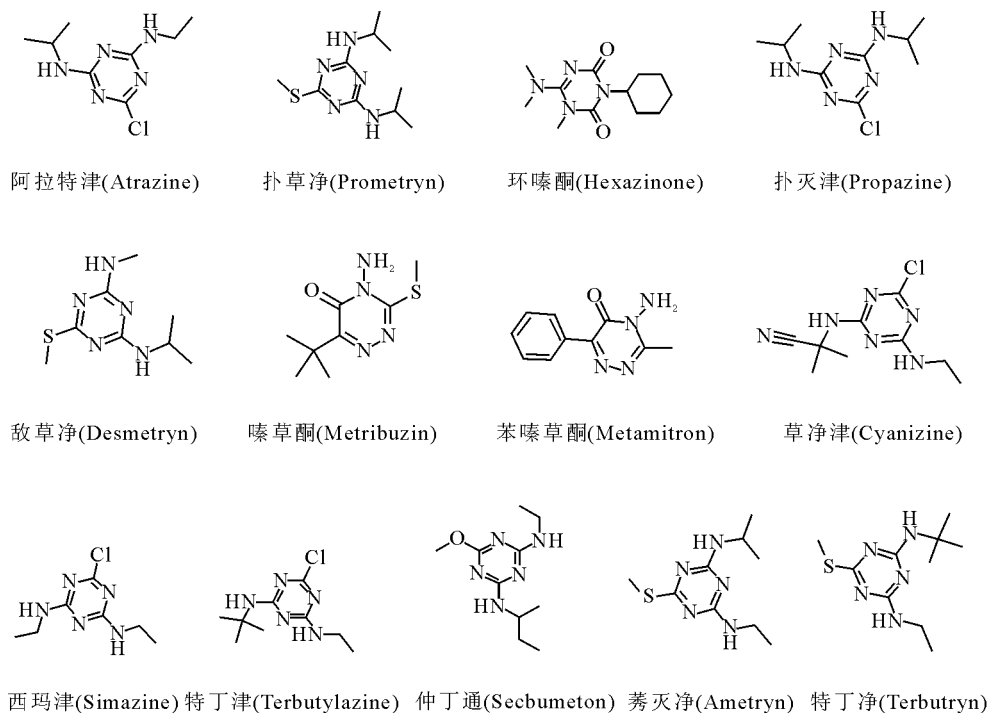


图 1 13 种三嗪类除草剂的结构式

Fig. 1 Structures of 13 kinds of triazine herbicides

1.2 样品提取与净化

准确量取 1 L 海水样品,经抽滤装置抽滤后,加入 40 mL 甲醇,用全自动固相萃取仪过活化后的 HLB 小柱(3 mL 甲醇、3 mL 水活化)进行富集,然后用 3 mL 超纯水淋洗,9 mL 甲醇洗脱,于 40 °C 下氮气吹干,用 $V(\text{乙腈}):V(\text{水})=1:1$ 的溶液定容至 1 mL,超高效液相色谱-串联质谱法测定。

1.3 色谱条件

色谱柱:Acquity™ UPLC HSS C18 (2.1 mm×100 mm×1.8 μm);色谱柱温度:40 °C;流动相:乙腈(A)和含有 0.1%甲酸的 5 mmol/L 乙酸铵溶液(B);流速:0.25 mL/min;进样量:10 μL;柱温:40 °C;梯度洗脱程序列于表 1。

1.4 质谱条件

配制 13 种三嗪类除草剂自动调谐液(均为 1 mg/L),采用蠕动泵进样方式(10 μL/min),自

动调谐。电离方式:正离子(ESI+);电离电压:2.50 kV;锥孔电压:30 V;离子源温度:110 °C;锥孔反吹气流速:50 L/h;脱溶剂气温度:350 °C;脱溶剂气流速:700 L/h;氦气流速:0.14 mL/min;其他优化的质谱参数列于表 2。

表 1 13 种三嗪类除草剂液相梯度洗脱程序
Table 1 Program of gradient elution
for 13 kinds of triazine herbicides

| 时间/min | 流速/(mL/min) | A% | B% | 曲线 |
|--------|-------------|-----|----|----|
| 0.00 | 0.25 | 5 | 95 | 0 |
| 0.25 | 0.25 | 5 | 95 | 6 |
| 7.75 | 0.25 | 100 | 0 | 6 |
| 8.50 | 0.25 | 100 | 0 | 6 |
| 8.51 | 0.25 | 5 | 95 | 6 |
| 10.00 | 0.25 | 5 | 95 | 1 |

表 2 13 种三嗪类除草剂 UPLC-ESI-MS/MS 仪器参数
Table 2 UPLC-ESI-MS/MS parameters for 13 kinds of triazine herbicides
in positive electrospray ionization mode

| 化合物 | 母离子(m/z) | 子离子(m/z) | 锥孔电压/V | 碰撞能量/eV |
|------|--------------|---------------|--------|---------|
| 阿特拉津 | 216.1 | 174.1*, 96.1 | 33 | 18,23 |
| 扑草净 | 242.0 | 158.0, 200.1* | 26 | 25,17 |
| 环嗪酮 | 253.1 | 171.1*, 71.0 | 35 | 16,30 |
| 扑灭津 | 230.2 | 146.1*, 188.1 | 40 | 24,18 |
| 敌草净 | 214.1 | 172.1*, 82.1 | 32 | 20,30 |
| 噻草酮 | 215.0 | 131.0*, 89.0 | 35 | 18,20 |
| 苯噻草酮 | 203.1 | 175.1*, 104.0 | 28 | 16,22 |
| 草净津 | 241.0 | 214.0*, 96.0 | 35 | 17,25 |
| 西玛津 | 202.0 | 134.0, 96.0* | 34 | 16,22 |
| 特丁津 | 230.0 | 174.0*, 96.0 | 28 | 16,28 |
| 仲丁通 | 226.2 | 170.2*, 100.2 | 30 | 19,28 |
| 莠灭净 | 228.1 | 186.1*, 68.1 | 32 | 18,36 |
| 特丁净 | 242.1 | 186.1*, 91.0 | 34 | 20,28 |

注: * 代表定量离子

2 结果与讨论

2.1 监测离子对的选取

根据图 1 所示的 13 种三嗪类除草剂的结构式,可知此类化合物均为含氮的碱性化合物,因此采用正离子扫描模式,这类化合物容易加和氢离子形成正电荷母离子 $[M+1]$,然后将母离子打碎,优化碰撞能量,将响应最高的两个子离子作为特征性子离子。以阿特拉津为例,其易形成 m/z 216.1 的 $[M+1]$ 正离子,碰撞后响应最高的子离子为 m/z 174.1 和 96.1,示于图 2。

2.2 提取条件的确定

本研究对比了乙酸乙酯提取法、固相萃取法和二氯甲烷提取法,在上述 3 种提取条件下,三嗪类除草剂平均回收率列于表 3。由表中可以看出,对 13 种待测物来说,二氯甲烷提取法回收率均小于 50%,乙酸乙酯提取法和固相萃取法要优于二氯甲烷提取法,且 2 种提取法的差异不显著。由于乙酸乙酯与海水有一定的混溶性,且乙酸乙酯提取法试剂用量大、操作比较繁琐,因此本研究采用固相萃取法。

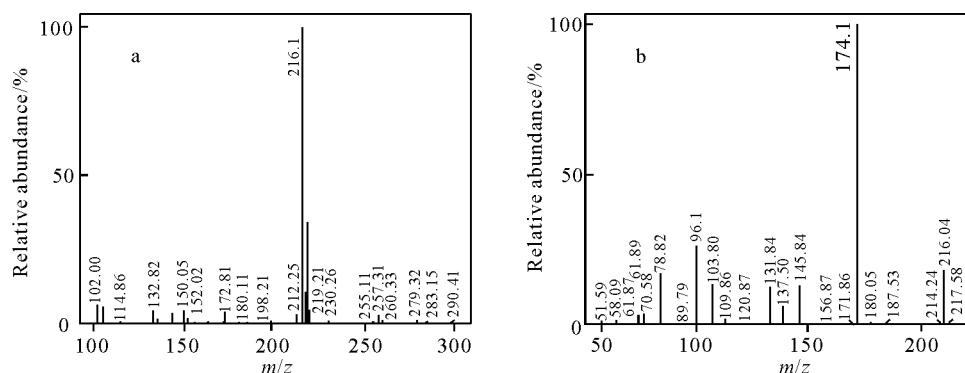


图 2 阿特拉津母离子(a)和子离子(b)扫描图

Fig. 2 Ions chromatograms of parention (a) and daughterion (b) for atrazine

表 3 13 种三嗪类除草剂 3 种提取方法的平均回收率($n=3$)Table 3 Mean recoveries of three extraction methods for the 13 kinds of triazine herbicides($n=3$)

| 化合物名称 | 乙酸乙酯提取法/% | 固相萃取法/% | 二氯甲烷提取法/% |
|-------|-----------|---------|-----------|
| 阿特拉津 | 88.2 | 82.5 | 25.6 |
| 扑草净 | 89.0 | 75.6 | 30.4 |
| 环嗪酮 | 75.3 | 69.8 | 45.6 |
| 扑灭津 | 78.5 | 66.4 | 33.6 |
| 敌草净 | 68.8 | 65.4 | 25.6 |
| 噻草酮 | 70.1 | 72.5 | 45.9 |
| 苯噻草酮 | 71.5 | 69.1 | 22.2 |
| 草净津 | 75.6 | 72.6 | 27.5 |
| 西玛津 | 78.4 | 70.7 | 59.9 |
| 特丁津 | 68.5 | 75.4 | 40.6 |
| 仲丁通 | 67.1 | 78.4 | 36.2 |
| 莠灭净 | 79.2 | 77.3 | 37.7 |
| 特丁净 | 69.1 | 66.9 | 33.2 |

2.3 流动相的确定

本研究的有机相分别实验了甲醇和乙腈,水相实验了纯水、0.1%甲酸、5 mmol/L 乙酸铵和含有 0.1%甲酸的 5 mmol/L 乙酸铵溶液作为流动相,发现采用乙腈和含有 0.1%甲酸的 5 mmol/L 乙酸铵溶液时,分离效果和响应值达到最佳。

2.4 标准曲线

分别配制一系列标准工作溶液 1.0、2.5、

5.0、10.0 和 50.0 $\mu\text{g/L}$,在优化色谱和质谱条件下进行测定,标准溶液(10 $\mu\text{g/L}$)色谱图示于图 3,13 种三嗪类除草剂药物的线性方程、线性范围和相关系数列于表 4。

2.5 检测限、回收率及相对标准偏差

采用超纯水作为样品空白和基质添加,添加浓度分别为 2、5 和 10 ng/L,回收率及相对标准偏差列于表 5。

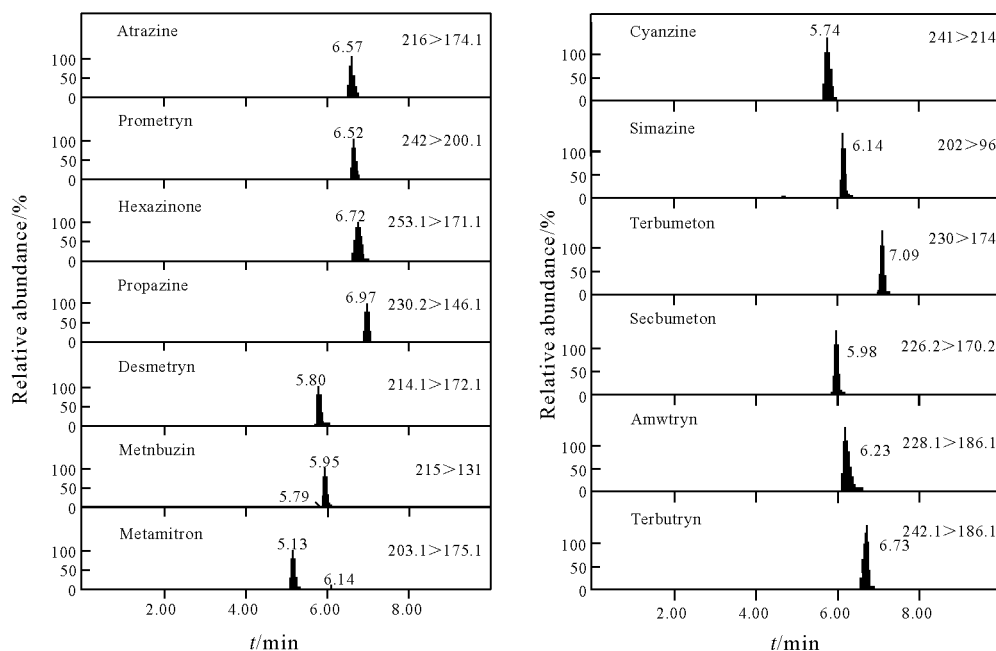
图 3 13 种三嗪类除草剂(10 $\mu\text{g/L}$)选择离子流图Fig. 3 Selected ions chromatogram of 13 kinds of triazine herbicides(10 $\mu\text{g/L}$) in MRM mode

表 4 13 种三嗪类除草剂的线性方程、线性范围和相关系数

Table 4 Linear equations, linearity range, correlation coefficient for the 13 kinds of triazine herbicides

| 化合物名称 | 线性方程 | 线性范围/(ng/L) | 相关系数 |
|-------|----------------------|-------------|-------|
| 阿特拉津 | $y=120.741x+369.296$ | 1~50 | 0.996 |
| 扑草净 | $y=921.181x+2799.24$ | 1~50 | 0.996 |
| 环嗪酮 | $y=756.882x-1702.25$ | 1~50 | 0.992 |
| 扑灭津 | $y=435.09x+255.11$ | 1~50 | 0.998 |
| 敌草净 | $y=2244.9x-244.184$ | 1~50 | 0.998 |
| 噻草酮 | $y=18.5236x-33.8529$ | 1~50 | 0.997 |
| 苯噻草酮 | $y=103.023x+246.18$ | 1~50 | 0.993 |
| 草净津 | $y=129.17x+32.8799$ | 1~50 | 0.999 |
| 西玛津 | $y=64.438x+24.9042$ | 1~50 | 0.998 |
| 特丁津 | $y=1082.77x+1488.8$ | 1~50 | 0.997 |
| 仲丁通 | $y=6641.93x+7404.64$ | 1~50 | 0.995 |
| 莠灭净 | $y=1971.74x+3342.58$ | 1~50 | 0.999 |
| 特丁净 | $y=2276.2x+5630.79$ | 1~50 | 0.998 |

表 5 13 种三嗪类除草剂类药物的回收率及相对标准偏差 ($n=3$)Table 5 Recoveries and relative standard deviation for the 13 kinds of triazine herbicides ($n=3$)

| 化合物名称 | 浓度水平加标 | | | | | |
|-------|--------|------|--------|------|---------|------|
| | 2 ng/L | | 5 ng/L | | 10 ng/L | |
| | 回收率/% | RSD% | 回收率/% | RSD% | 回收率/% | RSD% |
| 阿特拉津 | 103 | 9.02 | 89.3 | 8.11 | 88.2 | 5.99 |
| 扑草净 | 81.9 | 10.1 | 75.9 | 7.23 | 77.6 | 4.84 |
| 环嗪酮 | 73.2 | 11.5 | 69.4 | 9.54 | 71.4 | 9.54 |
| 扑灭津 | 72.6 | 10.3 | 66.8 | 5.19 | 70.2 | 8.78 |
| 敌草净 | 71.4 | 11.6 | 65.9 | 8.92 | 69.3 | 5.23 |
| 噻草酮 | 75.8 | 10.8 | 72.2 | 7.25 | 77.1 | 7.14 |
| 苯噻草酮 | 77.1 | 12.9 | 69.6 | 9.46 | 71.9 | 5.78 |
| 草净津 | 74.3 | 15.2 | 72.5 | 9.21 | 75.4 | 8.88 |
| 西玛津 | 77.5 | 11.1 | 70.9 | 8.77 | 73.8 | 8.95 |
| 特丁津 | 81.9 | 10.6 | 75.1 | 5.62 | 77.2 | 5.63 |
| 仲丁通 | 88.2 | 8.08 | 78.6 | 8.33 | 79.3 | 7.11 |
| 莠灭净 | 82.6 | 7.95 | 77.7 | 9.42 | 81.4 | 5.25 |
| 特丁净 | 74.4 | 10.1 | 66.9 | 8.49 | 65.8 | 9.61 |

2.6 海水样品结果分析

通过实验发现,海水中阿特拉津、扑草净、莠灭净污染情况较多,实际样品谱图示于图 4,其中阿特拉津含量为 2.63 ng/L,扑草净含量为 4.75 ng/L,莠灭净含量为 1.88 ng/L。

本研究对渤海某海域 60 个站点的海水样品进行采样分析,阿特拉津、扑草净、莠灭净的检出率为 100%,取其中 10 个站点的测定结果列于表 6。

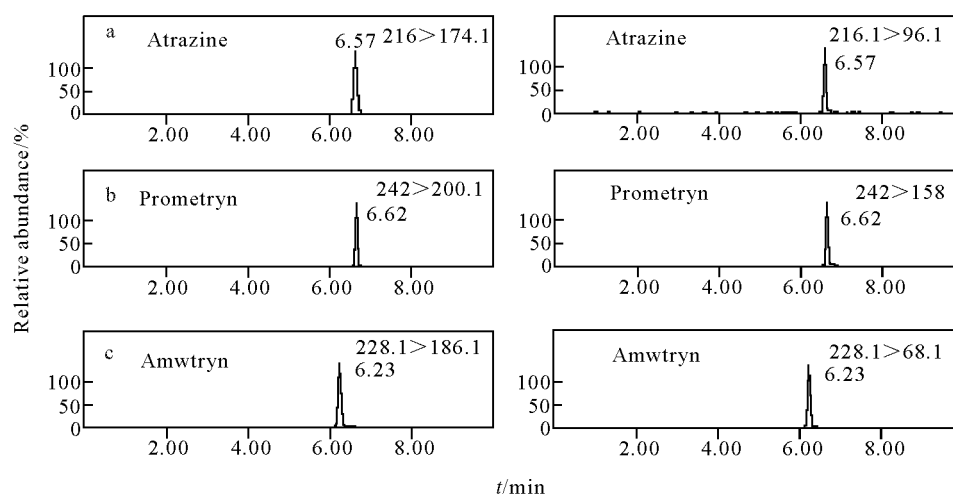


图 4 海水样品色谱图(阿特拉津(a)、扑草净(b)和莠灭净(c))

Fig. 4 Seawater sample chromatogram(atrazine(a), prometryn(b) and ametryn(c))

表 6 13 种三嗪类除草剂类药物实际样品测定结果(ng/L)

Table 6 Content of 10 seawater for the 13 kinds of triazine herbicides(ng/L)

| 待测物 | 站点 | | | | | | | | | |
|------|-------|-------|-------|-------|-------|------|-------|-------|-------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
| 阿特拉津 | 14.54 | 12.54 | 19.88 | 13.02 | 18.30 | 9.74 | 17.50 | 15.98 | 21.06 | 25.22 |
| 扑草净 | 2.58 | 0.44 | 4.16 | 2.60 | 10.58 | 1.22 | 3.06 | 4.44 | 4.08 | 6.38 |
| 莠灭净 | 5.96 | 6.74 | 11.86 | 8.40 | 11.36 | 6.12 | 7.02 | 9.48 | 10.58 | 9.32 |

3 结论

本研究发现 13 种三嗪类除草剂在海水中并无离子抑制或增强现象,因此采用超纯水作为样品空白和样品添加基质。建立了海水中 13 种三嗪类除草剂的超高效液相色谱-串联质谱法。样品经 SPE 柱净化浓缩,Acquity™ UPLC HSS C18 色谱柱分离,然后进行 MS/MS 多反应监测模式下的定性及定量分析,外标法定量。方法检出限为 1 ng/L,在 2、5 和 10 ng/L 3 个浓度水平加标平均回收率为 65.8%~103%,相对标准偏差在 16%以内。该方法灵敏度高、操作简单高效,适用于海水中 13 种三嗪类除草剂的定量及确证分析。

参考文献:

[1] 张玉聚,张德胜,张俊涛,等. 均三嗪类除草剂的药害与安全应用[J]. 农药, 2003, 42(4): 42-44. ZHANG Yuju, ZHANG Desheng, ZHANG Juntao, et al. Phytotoxicity and security application of triazine herbicides[J]. Pesticides, 2003, 42(4): 42-44(in Chinese).

[2] 苗春云,刘衍忠,谢林,等. 西玛津毒性的研究进展[J]. 环境与健康杂志, 2011, 28(6): 559-561. MIAO Chunyun, LIU Yanzhong, XIE Lin, et al. Research progress of toxicities of simazine[J]. J Environ Health, 2011, 28(6): 559-561(in Chinese).

[3] 陈春红,逯忠斌,侯志广. 嗪草酮在土壤和大豆中的残留动态研究[J]. 江苏农业科学, 2011, (1): 332-335. CHEN Chunhong, LU Zhongbin, HOU Zhiguang. Research of remains of metribuzin in soil and bean[J]. Jiangsu Agricultural Science, 2011, (1): 332-335(in Chinese).

[4] 万年升,顾继东,段舜山. 阿特拉津生态毒性与生物降解的研究[J]. 环境科学学报, 2006, 26(4): 552-560. WAN Niansheng, GU Jidong, DUAN Shunshan. Eco-toxicity and biodegradation of atrazine in the environment[J]. Acta Scientiae Circum Stantiae, 2006, 26(4): 552-560(in Chinese).

[5] 俞志刚,刘波,姜兆华,等. SPE/RRLC-MS 法监测哈尔滨饮用水源中三嗪类除草剂多残留量[J]. 化

- 学试剂,2009,31(8): 614-618.
- YU Zhigang, LIU Bo, JIANG Zhaohua, et al. Monitoring of triazine herbicides residues in drinking water source of Harbin by SPE/RRLC-MS[J]. Chemical Reagent, 2009, 31(8): 614-618 (in Chinese).
- [6] 李卫建, 聂志强, 蔡彦明, 等. 气相色谱法同时测定土壤中 13 种三嗪类除草剂残留量的方法研究[J]. 农业环境科学学报, 2009, 28(1): 211-215.
- LI Weijian, NIE Zhiqiang, CAI Yanming, et al. Simultaneous determination of residues of 13 varieties of triazine herbicide in soil by gas chromatography[J]. Journal of Agro-Environment Science, 2009, 28(1): 211-215 (in Chinese).
- [7] 祁彦, 占春瑞, 张新忠, 等. 高效液相色谱法测定大豆中 13 种三嗪类除草剂多残留量[J]. 分析化学, 2006, 34(6): 787-790.
- QI Yan, ZHAN Chunrui, ZHANG Xinzhong, et al. Simultaneous determination of thirteen triazine herbicides residues in soybeans by high performance liquid chromatography[J]. Chinese Journal of Analytical Chemistry, 2006, 34(6): 787-790 (in Chinese).
- [8] 张新忠, 马晓东, 张伟国, 等. 气相色谱化学电离二级质谱法测定土壤中 16 种三嗪类除草剂的残留[J]. 分析化学, 2008, 36(6): 781-787.
- ZHANG Xinzhong, MA Xiaodong, ZHANG Weiguo, et al. Determination of sixteen triazine herbicide residues in soil by gas chromatography-chemical ionization tandem mass spectrometry[J]. Chinese Journal of Analytical Chemistry, 2008, 36(6): 781-787 (in Chinese).
- [9] CULLUM N, STEPPHENS P. 液相色谱/质谱用于饮用水和地下水中的苯脲及三嗪草类除草剂的确认分析[J]. 环境化学, 2003, 22(5): 516-519.
- CULLUM N, STEPPHENS P. Confirm and analysis of N-phenylurea and triazine herbicides in drinking water and ground water by liquid chromatography/mass spectrometry[J]. Environmental chemistry, 2003, 22(5): 516-519 (in Chinese).
- [10] 卜伟, 陈军. 高效液相色谱法测定土壤中均三氮苯类除草剂[J]. 农药, 2008, 47(4): 269-274.
- BU Wei, CHEN Jun. Determination of triazine herbicides in soil by HPLC[J]. Agrochemicals, 2008, 47(4): 269-274 (in Chinese).
- [11] 张敬波, 姜文凤, 董振霖, 等. 气相色谱法同时测定玉米中 12 种三嗪类除草剂的残留量[J]. 色谱, 2006, 24(6): 648-651.
- ZHANG Jingbo, JIANG Wenfeng, DONG Zhenlin, et al. Simultaneous determination of triazine herbicide residues in maize by gas chromatography[J]. Chinese Journal of Chromatography, 2006, 24(6): 648-651 (in Chinese).
- [12] 海华, 胡婕, 李光浩. 高效液相色谱-质谱法测定谷物中 11 种三嗪类农药残留[J]. 大连民族学院学报, 2011, 13(1): 12-15.
- HAI Hua, HU Jie, LI Guanghao. High performance liquid chromatography/mass spectrometry method for determination of grain of 11 kinds of triazine pesticide residues[J]. Journal of Dalian Nationalities University, 2011, 13(1): 12-15 (in Chinese).
- [13] 俞志刚, 丁为民, 何敬, 等. MSPD-RRLC-UV/MS 法同时检测果蔬中 9 种三嗪类除草剂残留量[J]. 分析实验室, 2009, 28(9): 38-42.
- YU Zhigang, DING Weimin, HE Jing, et al. Determination of nine triazine herbicides residues in fruits and vegetables by MSPD-RRLC-UV/MS[J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2009, 28(9): 38-42 (in Chinese).
- [14] 聂志强, 李卫建, 刘潇威, 等. 凝胶渗透色谱净化-气质联用法测定土壤中三嗪类除草剂[J]. 分析实验室, 2008, 27(12): 80-83.
- NIE Zhiqiang, LI Weijian, LIU Xiaowei, et al. Determination of triazine herbicides in soil by gel permeation chromatography and gas chromatography/mass spectrometry[J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2008, 27(12): 80-83 (in Chinese).
- [15] 卜伟, 陈军. 水中除草剂阿特拉津的测定[J]. 安全与环境工程, 2007, 14(3): 22-24.
- BU Wei, CHEN Jun. Arab league tela tianjin determination in water weed killer[J]. Safety and Environmental Engineering, 2007, 14(3): 22-24 (in Chinese).
- [16] 李小平, 姚浔平, 姚珊珊, 等. 固相萃取 HPLC 法测定水中 7 种除草剂[J]. 中国卫生检验杂志, 2010, 20(5): 1 040-1 042.
- LI Xiaoping, YAO Xunping, YAO Shanshan, et al. Simultaneous determination of seven herbicides in water by solid-phase extraction and high-performance liquid chromatography[J]. Chinese Journal of Health Laboratory Technology, 2010, 20(5): 1 040-1 042 (in Chinese).
- [17] 曹军, 于伯华, 陈勇, 等. 分散固相萃取-气相

色谱-质谱法测定农产品及产地土壤中均三氮苯类除草剂残留量[J]. 理化检验-化学分册,2012, 48: 959-961.

CAO Jun, YU Bohua, CHEN Yong, et al. GC-MS determination of residual amounts of s-triazine herbicides in agricultural products and soil of their producing area with dispersive solid phase extraction[J]. Ptca(Part B: Chem Anal), 2012, 48: 959-961(in Chinese).

[18] 刘锦霞,张莹,丁利,等. 高效液相色谱串联质谱法测定动物源性食品中 20 种磺酰脲类除草剂残留[J]. 分析化学,2011,39(5): 664-669.

LIU Jinxia, ZHANG Ying, DING Li, et al. Determination of 20 sulfonylurea herbicides residues in animal origin foods by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Chinese Journal of Analytical Chemistry, 2011, 39(5): 664-669(in Chinese).

[19] 程静,丁磊,蒋俊树,等. 液相色谱串联质谱法测定谷物类农产品中苯氧羧酸类除草剂多残留[J]. 食品科学,2010,31(20): 389-393.

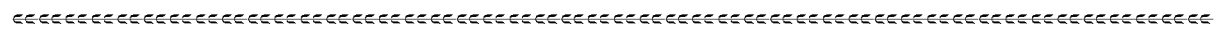
CHENG Jing, DING Lei, JIANG Junshu, et al. Determination of multi-residues of phenoxy acid herbicides in cereals by liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Food Science, 2010, 31(20): 389-393(in Chinese).

[20] 何成艳,黎源倩,王慎骄,等. 浊点萃取-高效液相色谱法同时测定水中多种二苯醚类除草剂残留[J]. 四川大学学报:医学版,2010,41(1): 148-152.

HE Chengyan, LI Yuanqian, WANG Shenjiao, et al. Determination of biphenyl ether herbicides in water using hplc with cloud-point extraction[J]. J Sichuan Univ(Med Sci Edi), 2010, 41(1): 148-152(in Chinese).

[21] 陈波,靳保辉,谢丽琪,等. 液相色谱-串联质谱法对植物源性食品中 4 种吡啶类除草剂残留量的测定[J]. 分析测试学报,2008,27(10): 1 080-1 083.

CHEN Bo, JIN Baohui, XIE Liqi, et al. Determination of four pyridine herbicides residues in food of plant origin by HPLC-MS/MS[J]. Journal of Instrumental Analysis, 2008, 27(10): 1 080-1 083 (in Chinese).



第 33 届中国质谱学会学术年会通知(第一轮)

为加强国内学者与亚洲和大西洋地区质谱工作者的学术交流与合作,推动我国质谱及相关科研领域的发展,由中国质谱学会主办,北京大学化学与分子工程学院承办的“第 33 届中国质谱学会学术年会”和“5th Asia Oceania Mass Spectrometry Conference (第五届亚洲与大西洋洲质谱会议)”将于 2014 年 7 月 16~19 日在北京大学召开。

本次会议将以大会报告、主题报告和墙报形式开展多领域质谱同行间的学术交流。会议将邀请亚洲和大西洋地区以及国际质谱专家参会并作报告。会议为鼓励青年质谱工作者和研究生参会交流,特设立青年报告专场,并评选优秀青年论文奖(第一作者年龄不大于 35 岁)和优秀墙报奖,并颁发奖金和证书。

会议论文征文范围:质谱相关领域尚未发表的研究成果和综述报告,具体为(包括但不限于):1)质谱基础研究;2)有机质谱技术及应用;3)生物质谱技术及应用;4)质谱技术及其仪器研发;5)无机质谱技术及应用;6)同位素质谱技术及应用;7)质谱在其他方面的应用。

通知下载:<http://www.antpedia.com/attachments/d15/pdf/5thAOMSCtongzhi.pdf>

报名回执下载:<http://www.antpedia.com/attachments/d15/word/5thAOMSCHuizhi.docx>

中国物理学会质谱分会
北京大学化学与分子工程学院
2013 年 11 月 21 日