实验技术
Experimental technique

固相萃取液相色谱串联质谱法测定水中6种三嗪类除草剂

吴宇伉[1]，徐银菊[1]，王晓嫚[2a, 2b]，徐志飞[1]，梅勇[2a, 2b]

1. 无锡市疾病预防控制中心（南京医科大学附属无锡疾病预防控制中心），江苏 无锡 214023
2. 武汉科技大学 a. 医学院公共卫生学院 b. 职业危害识别与控制湖北省重点实验室，湖北 武汉 430065

摘要：

[背景] 三嗪类除草剂是我国目前生产应用较多的除草剂之一，其很难被生物降解，具有持续高生态毒性，会对环境产生影响，包括对水生生物的慢性毒性、生态系统中的蓄积以及对人体健康的危害。

[目的] 将固相萃取法和液相色谱-串联质谱法相结合，建立检测水中莠去津、草净津、异丙甲草胺、草克津、扑草净、西玛津6种三嗪类除草剂的新方法。

[方法] 优化仪器条件和前处理条件，用Waters Oasis HLB萃取小柱净化，甲醇洗脱，90%甲醇水复溶，超高效液相色谱串联质谱法用电喷雾离子化源正离子模式进行多反应检测模式监测，对质谱测定的目标离子进行选择，外标法定量。应用建立的方法检测4份太湖水样、3份水源水样和10份生活饮用水样。

[结果] 6种三嗪类除草剂在0~250.0 μg·L^{-1}范围内线性关系良好，相关系数均大于0.999，检出限为0.54~1.44 μg·L^{-1}，定量限为1.8~4.8 μg·L^{-1}，平均回收率为75.0%~93.3%，精密度为0.6%~5.0%。水源水和生活饮用水中均未检出三嗪类除草剂，某湖水样本中测得草克津质量浓度为0.16~0.17 μg·L^{-1}，其他5种物质未检出。

[结论] 方法操作简便，检出限低，灵敏度高，经实际湖水样品测试，可以满足水样中6种除草剂残留的同时分析测定。

关键词：固相萃取；液相色谱串联质谱法；水；三嗪类除草剂

Determination of six triazine herbicides in water by solid phase extraction coupled with liquid chromatography tandem mass spectrometry

WU Yukang[1], XU Yinju[1], WANG Xiaoman[2a, 2b], XU Zhifei[1], MEI Yong[2a, 2b] (1.Wuxi Center for Disease Control and Prevention (The Affiliated Wuxi Center for Disease Control and Prevention of Nanjing Medical University), WuXi, Jiangsu 214023, China; 2.a. School of Public Health, School of Medicine b. Key Laboratory of Occupational Hazards Identification and Control in Hubei Province, Wuhan University of Science and Technology, Wuhan, Hubei 430065, China)

Abstract:

[Background] Triazine herbicides are one kind of the most widely used herbicides in China. They are persistent, toxic, and bio-resistant in the environment, including chronic toxicity to aquatic organisms, accumulation in the ecosystem, and harm to human health.

[Objective] The methodological research is conducted to establish a method for determination of six triazine herbicides, including atrazine, fortrol, metolachlor, metribuzin, prometryn, and simazine, in water by solid phase extraction (SPE) coupled with liquid chromatography tandem mass spectrometry (LC-MS/MS).

[Methods] The instrument conditions and pre-treatment conditions were optimized. Samples were applied to Waters Oasis HLB extraction cartridges, eluted with methanol, and dissolved in 90% methanol. Ultra-performance liquid chromatography tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS) in multiple reaction monitoring mode with electrospray ionization source by positive ion mode was used to select target ion pairs for determination. The external standard method was also used for quantitative determination. Four samples of Taihu Lake, three samples of source water, and ten samples of drinking water were detected by the established method.

DOI 10.13213/j.cnki.jeom.2021.20579

基金项目
江南大学公共卫生研究中心青年项目（JUPH201843）

作者简介
吴宇伉（1991—），男，硕士，理化检验技师、医师；
E-mail：wuyukang@foxmail.com

通信作者
徐志飞，E-mail：41919333@qq.com

伦理审批 不需要
利益冲突 无申报
收稿日期 2020-12-14
录用日期 2021-01-20

文章编号 2095-9982(2021)06-0654-06
中图分类号 R11
文献标志码 A

▸引用
吴宇伉，徐银菊，王晓嫚，等.固相萃取液相色谱串联质谱法测定水中6种三嗪类除草剂[J].环境与职业医学，2021，38(6)：654-659.

▸本文链接
www.jeom.org/article/cn/10.13213/j.cnki.jeom.2021.20579

Funding
This study was funded.

Correspondence to
XU Zhifei, E-mail: 41919333@qq.com

Ethics approval Not required
Competing interests None declared
Received 2020-12-14
Accepted 2021-01-20

▸To cite
WU Yukang, XU Yinju, WANG Xiaoman, et al. Determination of six triazine herbicides in water by solid phase extraction coupled with liquid chromatography tandem mass spectrometry[J]. Journal of Environmental and Occupational Medicine, 2021, 38(6): 654-659.

▸Link to this article
www.jeom.org/article/en/10.13213/j.cnki.jeom.2021.20579

[Results] All the six triazine herbicides had good linear relationships within the range of 0-250.0 μg·L^{-1}, and the correlation coefficients were all greater than 0.999. The detection limits were 0.54-1.44 μg·L^{-1}, the quantification limits were 1.8-4.8 μg·L^{-1}, the average recovery rates were 75.0%-93.3%, and precision ranged from 0.6%-5.0%. Triazine herbicides were not detected in source water and drinking water. The concentration of metribuzin in water samples of a lake was 0.16-0.17 μg·L^{-1}, and the other five analytes were not detected.

[Conclusion] The method is simple to operate, with a low detection limit and a high sensitivity, and can meet the requirements of simultaneous determination of selected six herbicide residues in lake water samples.

Keywords: solid phase extraction; liquid chromatography tandem mass spectrometry; water; triazine herbicides

太湖是中国第三大淡水湖，太湖流域是我国经济最发达、城市化程度最高的地区之一。随着沿湖经济的快速发展和城市化，越来越多的农业、工业和城市垃圾被排放到湖中。部分湖泊污染、富营养化严重[1]。三嗪类除草剂是我国目前生产应用较多的在20世纪50年代引进的传统除草剂之一，是一类选择性芽前和芽后除草剂。它通过以D1蛋白为靶点，抑制植物发生光合作用的光合系统II发挥作用，被广泛应用于农业、工业和城市等，以控制玉米、高粱、果蔬等农作物的杂草，其在农业上使用量巨大，且很难被生物降解，具有持续高生态毒性[2-4]，地表水常因水土流失和代谢产物的生成被污染[5-7]。其在土壤中吸收率较低，容易通过土壤迁移到地表和地下水中。地表水的化学污染会对环境产生影响，包括对水生生物的慢性毒性、生态系统中的蓄积，以及对人体健康的危害。许多国家和组织制定了控制和监测三嗪类除草剂的立法，规定了水中和人类使用的最大残留水平（maximum residue level，MRL）。莠去津和西玛津被美国环境保护署（Environmental Protection Agency，EPA）列入内分泌干扰物（endocrine disrupting chemicals，EDCs），可能引起多种类型的癌症、出生缺陷、正常激素功能中断、生殖肿瘤和母亲和胚胎的体重下降等；EPA规定莠去津的MRL为3 μg·L^{-1}。欧盟规定三嗪类化合物总量的MRL为0.5 μg·L^{-1}，单个三嗪类化合物的MRL为0.1 μg·L^{-1}。欧盟第2455/2001/EC号决定已将西玛津和莠去津列入欧盟水框架指令（2000/60/EC）的33种优先物质清单中。指令2008/105/EC为地表水中的三嗪类化合物设定了环境质量标准。指令2013/39/EU修订了指令2000/60/EC和2008/105/EC，该指令规定地表水中莠去津和西玛津的最大允许浓度（为质量浓度，后均简称为“浓度”）分别为2 μg·L^{-1}和4 μg·L^{-1}。我国GB 3838—2002《地表水环境质量标准》规定在地表水中农药限值为1.0~80.0 μg·L^{-1}，其中莠去津的标准限值为3.0 μg·L^{-1}[8]。近年来，地表水中的农药残留问题引起了国内的广泛关注。在过去的50年里，农药的使用，特别是除草剂的用量大大增加。然而，迄今对地表水（太湖流域）三嗪类除草剂污染的系统研究报道较少。

目前检测水环境中三嗪类除草剂的方法有液相色谱法[5, 9]、气相色谱-质谱联用法[10-11]、液相色谱-质谱联用法[12]、液相色谱-串联质谱法[13]等。液相色谱-串联质谱法分离能力强，灵敏度高，定性定量准确，对复杂基质中痕量除草剂残留检测有技术优势。本研究将固相萃取法和液相色谱-串联质谱法相结合，建立起检测水中莠去津［化学文摘社登记号码（CAS）：1912-24-9］、草净津（CAS：21725-46-2）、异丙甲草胺（CAS：51218-45-2）、草克津（CAS：21087-64-9）、扑草净（CAS：7287-19-6）、西玛津（CAS：122-34-9）6种三嗪类除草剂的新方法。

1 材料与方法

1.1 仪器

1290高效液相色谱仪（安捷伦，美国）；质谱仪：3200 Q-TRAP（AB SCIEX，美国）；氮吹仪：N-EVAP^{TM}112（美国Organomation公司）；Milli-Q高纯水发生器（美国Millipore公司）；Waters Oasis HLB柱（3 mL/60 mg，30 μm，美国沃特世科技有限公司）；Envi-18 SPE柱（6 mL/500 mg，45 μm，美国色谱科公司）；Waters Sep-Pak Vac C18柱（6 mL/500 mg，55 μm，美国沃特世科技有限公司）。

1.2 试剂

加拿大饮用水三嗪类除草剂混合标准溶液（500 μg·mL^{-1}，美国Accustandard公司，货号CCME-CDW-TH），甲醇（色谱纯，上海默克化工技术有限公司），超纯水。

1.3 萃取条件优化

用Envi-C18柱、Waters Sep-Pak Vac C18柱、Waters Oasis HLB柱3种固体小柱分别对5.00、100.0、250.0 μg·L^{-1}含6种三嗪类除草剂（莠去津、草净津、异丙甲草胺、草克津、扑草净、西玛津）的水样进行前处理，比较不同萃取柱洗脱情况。采用二氯甲烷、丙酮、和甲醇作为

洗脱液，配制浓度为100.0 μg·L^{-1}的目标化合物模拟样品，探索不同洗脱液对萃取回收率的影响。

1.4 优化后方法

1.4.1 液相色谱条件 色谱柱：ACQUITY UPLC HSS T3柱（1.8 μm，2.1 mm×50 mm）；柱温：22.5 ℃；进样量：10 μL；流动相：0.1%甲酸水溶液（A相）和甲醇（B相），梯度洗脱条件见表1。

表1 液相色谱梯度洗脱程序

Table 1 Gradient elution system for liquid chromatography

时间/min	流速/（μL·min^{-1}）	流动相A/%	流动相B/%
0.00	200	10	90
0.80	200	10	90
3.00	400	10	90
5.00	200	10	90

1.4.2 质谱条件 电喷雾离子化源（electron spray ionization，ESI）；扫描模式：正离子模式；检测方式：多反应监测（multiple reaction monitoring，MRM）；离子源温度500 ℃；离子源电压：5 000 V；雾化气（ion source gas1，GS1）、气帘气（curtain gas，CUR）、辅助加热气（ion source gas2，GS2）和喷撞气（collision gas，CAD）均为高纯氮气。MRM监测离子对，母离子和子离子、去簇电压及碰撞电压见表2。

表2 质谱分析条件

Table 2 Mass spectrometry parameters

化合物	母离子质荷比	子离子质荷比	去簇电压/V	碰撞电压/V
莠去津	216.1	174.2*	45	22
		96.3	45	30
草净津	241.1	214.1*	48	31
		104.0	44	22
异丙甲草胺	284.0	252.3*	27	19
		176.4	35	33
草克津	215.2	187.2*	43	24
		84.1	49	28
扑草净	242.1	158.1*	46	26
		200.2	59	26
西玛津	200.0	104.1*	48	34
		132.3	46	24

[注] *：定量离子；其余为定性离子。

1.4.3 样品前处理 ①取水样200 mL，经微孔滤膜过滤后备用；②用3 mL甲醇和3 mL纯水分别活化Waters Oasis HLB萃取小柱，取上述过滤后的水样50 mL，以0.2 mL·min^{-1}的流量上样至活化后的萃取小柱中；③上样完毕，用3 mL纯水洗涤小柱以除去溶于水的杂质。连续抽真空5 min，干燥多余的水分；④最后用7 mL甲醇洗脱，收集洗脱液，氮气吹干；⑤用200 μL 90%甲醇水（体积比90∶10）复溶，再转移至内衬管中待测。

1.4.4 标准系列制备及性能指标检测 取500.00 μg·mL^{-1}的6种三嗪类除草剂混合标准溶液1.00 mL于5 mL容量瓶中，用90%甲醇水定容，配制成100.00 μg·mL^{-1}的标准储备液，再取100.00 μg·mL^{-1}的标准储备液0.1 mL于10 mL容量瓶中，用90%甲醇水定容，配制成1 000.0 μg·L^{-1}的标准使用液。分别移取不同体积的标准使用液用90%甲醇水稀释成浓度0.0、15.0、25.0、50.0、100.0、200.0、250.0 μg·L^{-1}的标准系列各1 mL，现用现配。在最优萃取条件下，以浓度为横坐标，对应的各物质的峰面积为纵坐标绘制标准曲线。配制浓度为5.0 μg·L^{-1}的6种三嗪类除草剂混合加标水样，按照“1.4.3”试验方法中样品前处理步骤处理，连续进样12次，检出限为3倍标准偏差对应的浓度，定量限为10倍标准偏差对应的浓度。配制浓度为5、100、250 μg·L^{-1}的加标水样，分别在第1、3、5天，每天平行进样6次，得到6种物质平均回收率和精密度。

1.5 方法应用

应用建立的方法检测4份太湖水样、3份水源水样（锡东、苏州和太仓水厂水源水）和10份生活饮用水样。

2 结果

2.1 萃取条件优化

2.1.1 固相萃取柱的选择 表3显示了3种类型的固相萃取柱对3个浓度水样中6种物质的洗脱情况。结果表明，Waters Oasis HLB柱的洗脱效率均为最高，加标回收率均大于或等于75%。此次选择Waters Oasis HLB柱作为固相萃取柱。

2.1.2 洗脱液的选择 结果显示，3种洗脱液中甲醇的加标回收率最高（表4），因此次试验选择甲醇作为洗脱液。

2.2 方法学性能指标

2.2.1 线性范围和检出限 使用优化后的方法进行检测，6种三嗪类除草剂在各自浓度范围内线性关系良好，相关系数均大于0.999。6种物质的检出限为0.54~1.44 μg·L^{-1}，定量限为1.8~4.8 μg·L^{-1}。见表5。

2.2.2 方法的精密度、准确度 本方法平均回收率为75.0%~93.3%，精密度为0.6%~5.0%。见表6。

表3 固相萃取柱的选择

Table 3 Selection of solid phase extraction columns

化合物	Envi-C18柱			Waters Sep-Pak Vac C18柱			Waters Oasis HLB柱		
	配制浓度/(μg·L^{-1})	测得浓度/(μg·L^{-1})	加标回收率/%	配制浓度/(μg·L^{-1})	测得浓度/(μg·L^{-1})	加标回收率/%	配制浓度/(μg·L^{-1})	测得浓度/(μg·L^{-1})	加标回收率/%
莠去津	5.0	<0	—	5.0	3.1	62.0	5.0	4.4	88.0
	100.0	27.7	27.7	100.0	68.4	68.4	100.0	81.8	81.8
	250.0	61.5	24.6	250.0	160.0	64.0	250.0	191.0	76.4
草净津	5.0	2.7	17.8	5.0	1.3	26.0	5.0	4.4	88.0
	100.0	36.2	36.2	100.0	27.3	27.3	100.0	81.0	81.0
	250.0	82.4	33.0	250.0	62.9	25.2	250.0	196.0	78.4
异丙甲草胺	5.0	<0	—	5.0	1.6	32.0	5.0	4.1	82.0
	100.0	16.5	16.5	100.0	31.4	31.4	100.0	85.1	85.1
	250.0	39.4	15.6	250.0	53.6	21.4	250.0	219.0	87.6
草克津	5.0	<0	—	5.0	2.7	54.0	5.0	3.8	76.9
	100.0	7.8	7.8	100.0	37.2	37.2	100.0	75.0	75.0
	250.0	63.2	25.3	250.0	143.0	57.2	250.0	189.0	75.6
扑草净	5.0	0.4	8.0	5.0	0.8	16.0	5.0	4.1	82.0
	100.0	35.3	35.3	100.0	27.0	27.0	100.0	82.3	82.9
	250.0	81.8	32.7	250.0	61.9	24.8	250.0	195.0	78.0
西玛津	5.0	0.1	0.3	5.0	3.8	76.0	5.0	3.9	78.0
	100.0	29.3	29.3	100.0	74.9	74.9	100.0	77.5	77.5
	250.0	65.8	26.3	250.0	191.0	76.4	250.0	192.0	76.8

表4 洗脱液的选择

Table 4 Selection of eluents

化合物	丙酮		二氯甲烷		甲醇	
	测得浓度/(μg·L^{-1})	加标回收率/%	测得浓度/(μg·L^{-1})	加标回收率/%	测得浓度/(μg·L^{-1})	加标回收率/%
莠去津	39.1	39.1	17.5	17.5	84.5	84.5
草净津	47.5	47.5	24.2	24.2	84.3	84.3
异丙甲草胺	37.6	37.6	10.7	10.7	82.8	82.8
草克津	26.5	26.5	4.6	4.6	75.3	75.3
扑草净	46.4	46.4	23.2	23.2	82.9	82.9
西玛津	30.8	30.8	12.4	12.4	76.0	76.0

表5 优化后方法检测6种三嗪类除草剂的回归方程、相关系数、线性范围、检出限和定量限

Table 5 Regression equations, correlation coefficients, linear ranges, detection limits, and quantification limits of 6 kinds of triazine herbicides detected by the optimized method

化合物	回归方程	相关系数(r)	线性范围/(μg·L^{-1})	检出限/(μg·L^{-1})	定量限/(μg·L^{-1})
莠去津	y=2.7×10^4x+2.7×10^5	0.9993	0~250.0	0.54	1.8
草净津	y=4.2×10^4x+2.0×10^5	0.9992	0~250.0	1.35	4.5
异丙甲草胺	y=1.8×10^4x+1.0×10^5	0.9994	0~250.0	0.63	2.1
草克津	y=7.3×10^3x+6.0×10^4	0.9994	0~250.0	0.69	2.3
扑草净	y=4.9×10^4x+3.3×10^5	0.9991	0~250.0	1.44	4.8
西玛津	y=1.3×10^4x+9.0×10^4	0.9993	0~250.0	0.60	2.0

表6 优化后检测方法的精密度与加标回收试验结果

Table 6 Results of precision and standard recovery test for the optimized method

化合物	平均回收率/%			日内相对标准偏差/%									日间相对标准偏差/%		
				5 μg·L^{-1}			100 μg·L^{-1}			250 μg·L^{-1}					
	5 μg·L^{-1}	100 μg·L^{-1}	250 μg·L^{-1}	第1日	第3日	第5日	第1日	第3日	第5日	第1日	第3日	第5日	5 μg·L^{-1}	100 μg·L^{-1}	250 μg·L^{-1}
莠去津	86.0	83.5	76.2	2.7	1.6	1.6	0.9	1.5	0.8	0.8	0.4	0.5	5.0	2.3	1.2
草净津	90.7	82.4	84.7	1.6	0.6	1.5	1.0	0.8	0.5	1.3	0.5	1.3	3.5	2.2	2.2
异丙甲草胺	78.0	79.2	82.3	2.4	1.5	2.3	2.3	1.0	0.8	2.0	0.6	1.0	3.3	1.5	2.4
草克津	84.7	75.1	75.0	3.6	3.2	1.7	0.2	0.9	0.5	1.3	1.1	1.3	4.6	0.6	1.2
扑草净	93.3	81.8	85.3	1.1	0.6	1.1	0.6	1.5	0.6	1.6	0.6	1.1	1.3	2.8	2.6
西玛津	78.7	75.4	76.5	0.6	2.1	1.7	0.6	1.0	0.7	1.2	0.5	0.9	3.9	0.8	1.2

2.3 方法应用

应用优化后的方法进行检测，结果显示水源水和生活饮用水中均未检出三嗪类除草剂，太湖水中测得草克津浓度为0.16~0.17 μg·L^{-1}，其他5种物质未检出。分别测定三嗪类除草剂混合标准溶液、加标5 μg·L^{-1}三嗪类除草剂的混合水样、富集后太湖水样，MRM色谱图见图1。

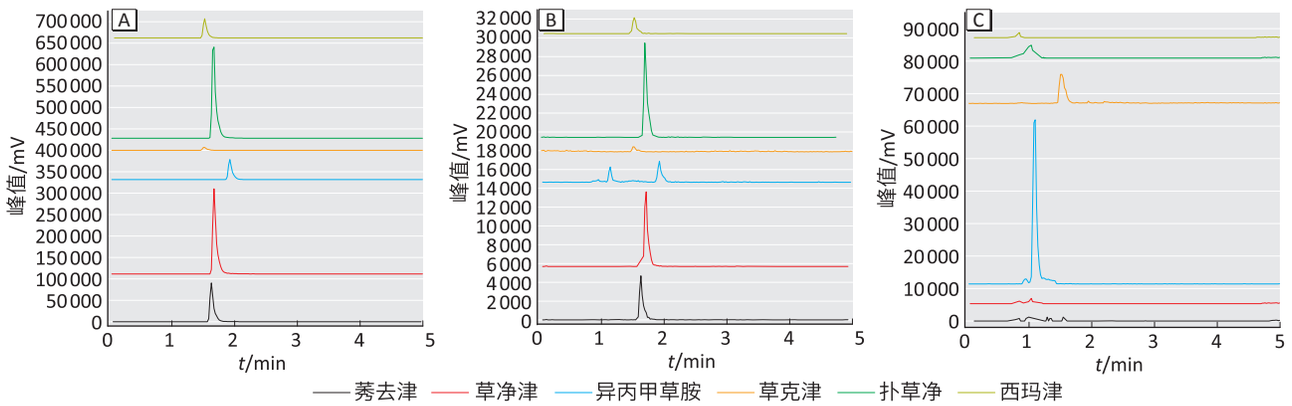


图1 三嗪类除草剂混合标准溶液（A）、加标5 ng·mL^{-1}三嗪类除草剂的混合水样（B）、富集后太湖水样（C）MRM色谱图

Figure 1 MRM chromatograms for selected triazine herbicides mixed standard solution (A), mixed water sample with 5 ng·mL^{-1} standard of triazine herbicides (B), and Taihu Lake water sample after enrichment (C)

3 讨论

本研究建立了固相萃取-液相色谱串联质谱法测定水中6种三嗪类除草剂残留的新方法。Waters Oasis HLB柱是由亲水性和亲脂性的两种单体按照一定比例聚合成的大孔共聚物，保留机理为反相，对极性物质的保留提供很好的水浸润性，与C18柱相比，Oasis吸附剂的表面积增大2~3倍，吸附能力大大提高。甲醇作为洗脱液效果最好，原因是甲醇的极性更高，相对于二氯甲烷、丙酮的黏度更低，这导致它可更有效地穿透吸附剂的孔隙，增大与分析物的接触面积，从而增加了分析物的回收量。选择Waters Oasis HLB柱作为固相萃取柱，甲醇作为洗脱液时，检测结果显示6种三嗪类除草剂在0~250.0 μg·L^{-1}浓度范围内线性关系良好，相关系数均大于0.999，检出限为0.54~1.44 μg·L^{-1}，定量限为1.8~4.8 μg·L^{-1}，平均回收率为75.0%~93.3%，精密度为0.6%~5.0%。方法操作简便，检出限低，灵敏度高，精密度和准确度良好，测定三嗪类除草剂加标混合水样，各物质分离效果较好，经实际太湖水样测试，可以满足水样中6种除草剂残留的同时分析测定。

参考文献

[1] SHEN J H，GUTENDORF B，VAHL H H，et al. Toxicological profile of pollutants in surface water from an area in Taihu Lake，Yangtze Delta [J]. Toxicology，2001，166 (1/2)：71-78.

[2] 苏趋，刘彬，洪军，等. 加速溶剂萃取-高效液相色谱法测定土壤中11种三嗪类除草剂 [J]. 环境化学，2017，36 (3)：628-634.
SU Q，LIU B，HONG J，et al. Determination of eleven triazine pesticides in soil samples by accelerated solvent extraction-high performance liquid chromatography [J]. Environ Chem，2017，36 (3)：628-634.

[3] ABDULRA'UF L B，SIRHAN A Y，TAN G T. Recent developments and applications of liquid phase microextraction in fruits and vegetables analysis [J]. J Sep Sci，2012，35 (24)：3540-3553.

[4] AKDOGAN A，DIVRIKLI U，ELCI L. Determination of triazine herbicides and metabolites by solid phase extraction with HPLC analysis [J]. Anal Lett，2013，46 (15)：2464-2477.

[5] 李竺，陈玲，郜洪文，等. 固相萃取-高效液相色谱法测定环境水样中的三嗪类化合物 [J]. 色谱，2006，24 (3)：267-270.
LI Z，CHEN L，GAO H W，et al. Determination of triazines in surface water using solid phase extraction-high performance liquid chromatography [J]. Chin J Chromatogr，2006，24 (3)：267-270.

[6] AMADORI M F，CORDEIRO G A，REBOUÇAS C C，et al. Extraction method for the determination of atrazine，deethylatrazine，and deisopropylatrazine in agricultural soil using factorial design [J]. J Braz Chem Soc，2013，24 (3)：483-491.

[7] ZOU N，YUAN C，LIU S，et al. Coupling of multi-walled carbon nanotubes/polydimethylsiloxane coated stir bar sorptive extraction with pulse glow discharge-ion mobility spectrometry for analysis of triazine herbicides in water and soil samples [J]. J Chromatogr A，2016，1457：14-21.

[8] HUANG S D，HUANG H I，SUNG Y H. Analysis of triazine in water samples by solid-phase microextraction coupled with

high-performance liquid chromatography [J]. Talanta, 2004, 64 (4): 887-893.

[9] ZHAO G, SONG S, WANG C, et al. Determination of triazine herbicides in environmental water samples by high-performance liquid chromatography using graphene-coated magnetic nanoparticles as adsorbent [J]. Anal Chim Acta, 2011, 708 (1/2): 155-159.

[10] 张贵江, 臧晓欢, 周欣, 等. 磁性石墨烯纳米粒子固相萃取与气相色谱-质谱相结合测定环境水样中的三嗪类除草剂 [J]. 色谱, 2013, 31 (11): 1071-1075.
ZHANG G J, ZANG X H, ZHOU X, et al. Extraction of triazine herbicides from environmental water samples with magnetic graphene nanoparticles as the adsorbent followed by determination using gas chromatography-mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogra, 2013, 31 (11): 1071-1075.

[11] PASSEPORT E, GUENNE A, CULHAOGLU T, et al. Design of experiments and detailed uncertainty analysis to develop and validate a solid-phase microextraction/gas chromatography-mass spectrometry method for the simultaneous analysis of 16 pesticides in water [J]. J Chromatogr A, 2010, 1217 (33): 5317-5327.

[12] 俞志刚, 刘波, 姜兆华, 等. SPE/RRLC-MS 法监测哈尔滨饮水源中三嗪类除草剂多残留量 [J]. 化学试剂, 2009, 31 (8): 614-618.
YU Z G, LIU B, JIANG Z H, et al. Monitoring of triazine herbicides residues in drinking water source of Harbin by SPE/RRLC-MS [J]. Chem Reag, 2009, 31 (8): 614-618.

[13] 吴春英, 白鹭, 谷风, 等. 固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱法同时测定水中27种三嗪类除草剂 [J]. 环境化学, 2016, 35 (1): 26-34.
WU C Y, BAI L, GU F, et al. Simultaneous determination of 27 triazine herbicides in water using solid phase extraction-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Environ Chem, 2016, 35 (1): 26-34.

（**英文编辑**：汪源；**责任编辑**：王晓宇）

·告知栏·

关于《特殊工作环境下军人睡眠质量与职业倦怠、职业压力的关系》一文的更正

《环境与职业医学》2021年第5期《特殊工作环境下军人睡眠质量与职业倦怠、职业压力的关系》一文，由于作者的疏漏，需对基金项目信息进行更正。将第500页基金项目中的“全国大学生创新创业训练计划项目（2013900350210）；战略支援部队特色医学中心医药卫生军事医学研究课题（19ZX16）”更改为“战略支援部队特色医学中心医药卫生军事医学研究课题（19ZX16）”。特此说明，并向读者致歉。

《环境与职业医学》编辑部

2021年6月25日