

自来水中的氯霉素的测定

1. 原理

自来水中的氯霉素通过固相萃取柱富集，用甲醇洗脱，浓缩后经 C18 柱分离。根据保留时间定性，外标法定量。

2. 试剂及标准溶液配制

2.1 试剂

2.1.1 乙腈 (HPLC 级)

2.1.2 去离子水, 0.45 μ m 滤膜过滤

2.1.3 氯霉素标准物质：纯度均大于 95%

2.2 标准溶液配制

2.2.1 氯霉素储备液的配制：准确称取氯霉素标准品 0.025g 于 25mL 容量瓶中，用甲醇溶解并定容，配制成 1000 μ g/mL 储备液。

2.2.2 氯霉素标准溶液的配制：准确移取 100 μ g/mL 氯霉素标液 0.05、0.25、0.5、2.5、5.0mL 于 50mL 容量瓶中，甲醇定容摇匀 配制成浓度分别为 0.1、0.5、1.0、5.0、10.0 μ g/mL 的标准溶液。

3. 仪器及工作条件

3.1 仪器

3.1.1 LC5510 高效液相色谱仪 (北东西分析仪器有限公司)。

3.1.2 DM-100 在线脱气机 (北东西分析仪器有限公司)。

3.1.3 氮吹仪

3.1.4 滤膜：0.45 μ m。

3.1.5 分析天平：感量为 0.0001 g

3.2 色谱条件

色谱柱：C18 柱，5 μ m \times 250 mm \times 4.6mm。

流动相：乙腈+水=35+65

流速：1.0mL/min。

检测波长：280nm。

柱温：35°C。

进样量：20 μ L。

4. 分析步骤及分析结果

4.1 试样处理

取 200mL 水样，经 0.45 μ m 滤膜过滤。HLB 固相萃取柱依次用 5mL 甲醇、5mL 去离子水活化。将样品以 1 滴/S 的速度通过固相萃取柱，待全部通过后再用 5mL 去离子水进行淋洗，抽干。最后用 5mL 甲醇洗脱。将洗脱液在 40°C 下用氮吹仪吹至近干，用 1mL 甲醇溶解，待测。

4.2 测定

4.2.1 标准曲线的绘制

将标准系列工作液依次按上述色谱条件上机测定，记录色谱峰面积。以峰面积为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

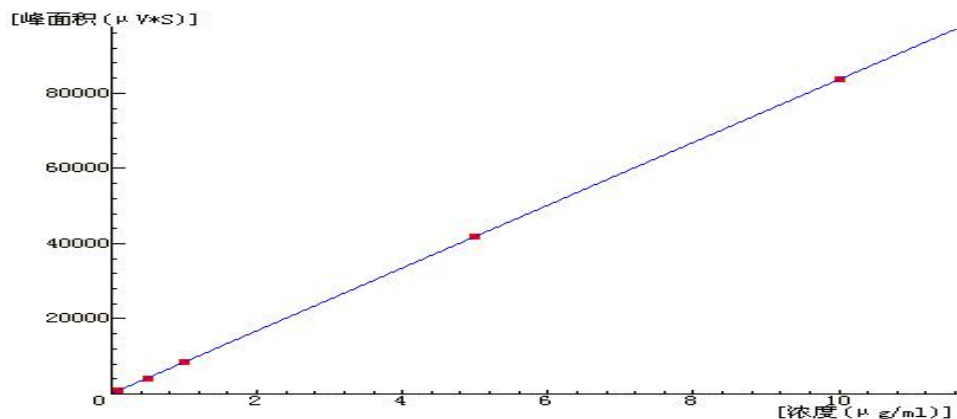


图 1 氯霉素标准曲线

浓度 (μg/mL)	0.1	0.5	1.0	5.0	10.0
线性方程	Y=8354.18X+137.93				
相关系数	0.99999				

4.2.2 样品的测定

将样品溶液按上述色谱条件上机测定，记录色谱峰面积，计算含量。

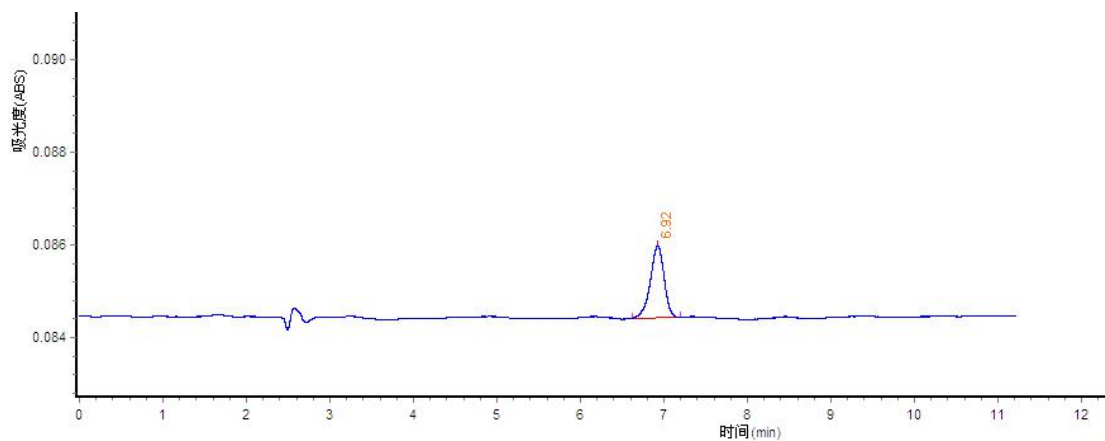


图1 氯霉素 (1.0µg/mL) 标样谱图

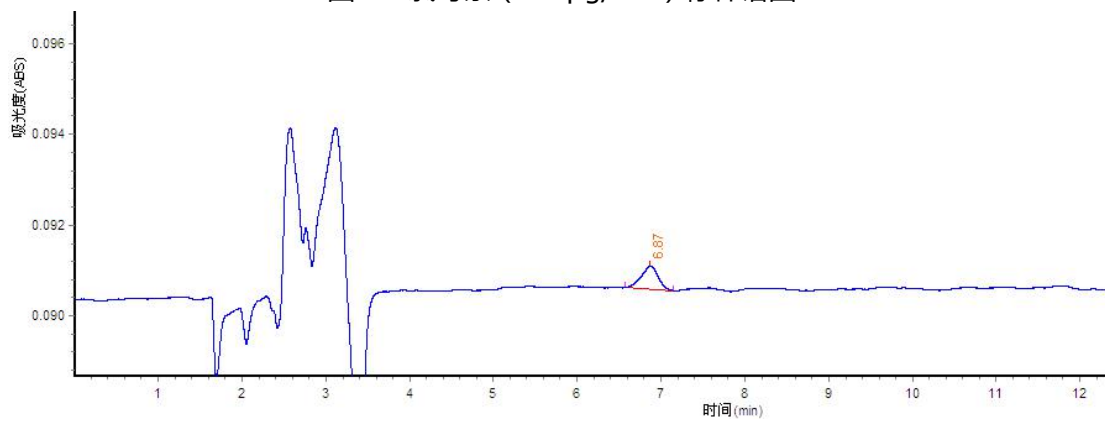


图2 加标 2.5µg/L 自来水谱图