

自来水中的三种磺胺类抗生素的测定

1. 原理

自来水中的磺胺类药物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 磺胺嘧啶标准物质：纯度均大于 99%
- 2.1.4 磺胺二甲基嘧啶标准物质：纯度均大于 99%
- 2.1.5 磺胺甲恶唑标准物质：纯度均大于 99%
- 2.1.6 乙酸（分析纯）

2.2 标准溶液配制

- 2.2.1 磺胺嘧啶储备液的配制：准确称取磺胺嘧啶标准品 0.025g 于 25mL 容量瓶中，用乙腈溶解并定容，配制成 1000 μ g/mL 储备液。
- 2.2.2 磺胺二甲基嘧啶储备液的配制：准确称取磺胺二甲基嘧啶标准品 0.025g 于 25mL 容量瓶中，用乙腈溶解并定容，配制成 1000 μ g/mL 储备液。
- 2.2.3 磺胺甲恶唑储备液的配制：准确称取磺胺甲恶唑标准品 0.025g 于 25mL 容量瓶中，用乙腈溶解并定容，配制成 1000 μ g/mL 储备液。
- 2.2.4 三种标准溶液的配制：将上述三种标准储备液进行适当倍数的稀释，配制成浓度分别为 0.25、0.5、1.0、2.0、5.0 μ g/mL 的三种标样的混合标准溶液。

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 μm 。

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 μm $\times$ 250 mm $\times$ 4.6mm 。

流动相 : 乙腈 + 1% 醋酸水溶液 = 25 + 75

流速 : 1.0 mL/min。

检测波长 : 270 nm。

柱温 : 35 $^{\circ}\text{C}$ 。

进样量 : 20 μL 。

4. 分析步骤及分析结果

4.1 试样处理

取 200 mL 水样 , 经 0.45 μm 滤膜过滤。HLB 固相萃取柱依次用 5 mL 甲醇、5 mL 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 5 mL 去离子水进行淋洗 , 抽干。最后用 5 mL 甲醇洗脱。将洗脱液在 40 $^{\circ}\text{C}$ 下用氮吹仪吹至近干 , 用 1 mL 流动相溶解 , 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。

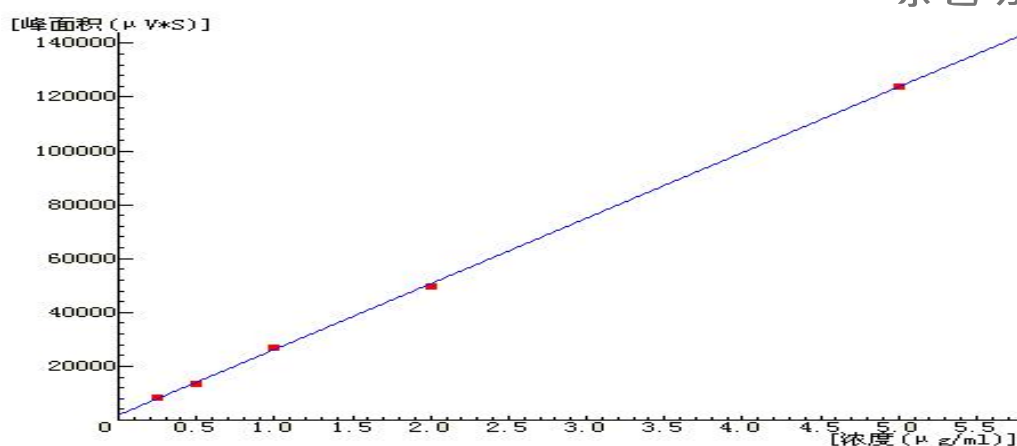


图 1 磺胺嘧啶标准曲线

浓度 (μg/mL)	0.25	0.5	1.0	2.0	5.0
线性方程	$Y=24377.50X+1887.78$				
相关系数	0.9999				

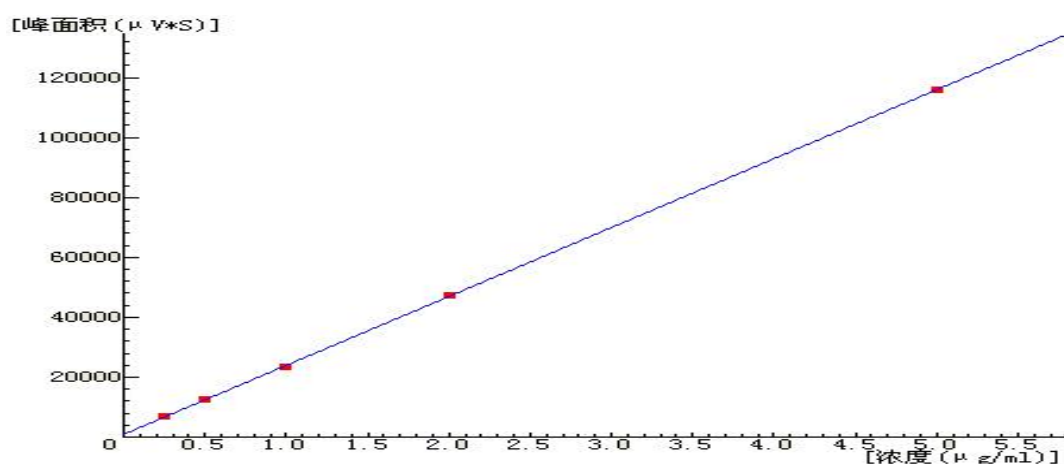


图 2 磺胺二甲基嘧啶标准曲线

浓度 (μg/mL)	0.25	0.5	1.0	2.0	5.0
线性方程	$Y=23002.58X+932.88$				
相关系数	0.99997				

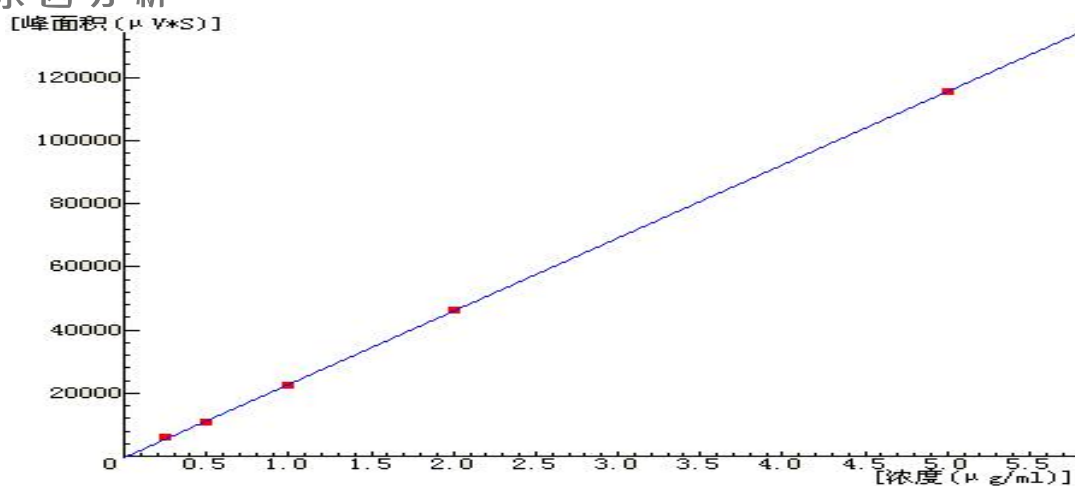


图 3 磺胺甲恶唑标准曲线

浓度 (μg/mL)	0.25	0.5	1.0	2.0	5.0
线性方程	$Y=23186.37X-428.94$				
相关系数	0.99995				

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。

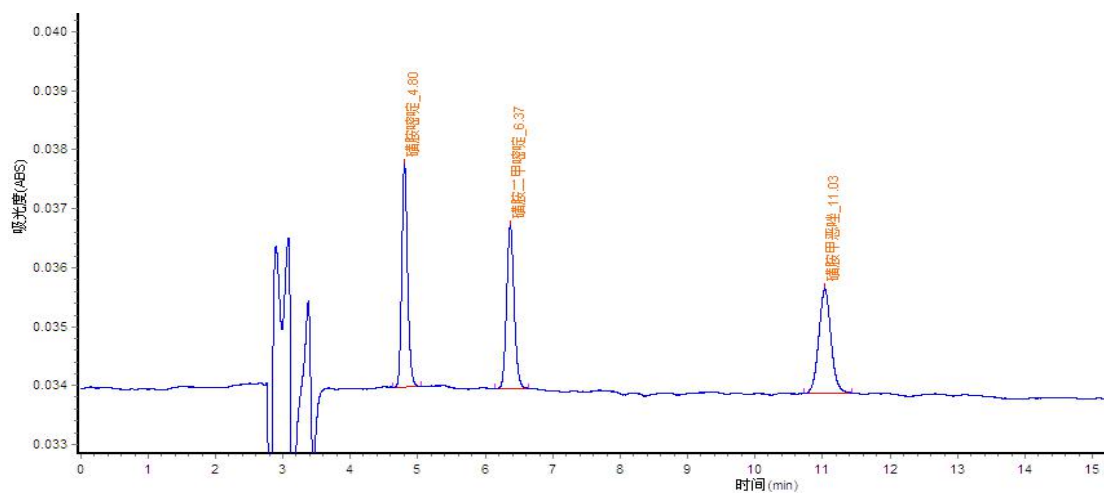


图 1 三种混合标样 (0.5μg/mL) 谱图

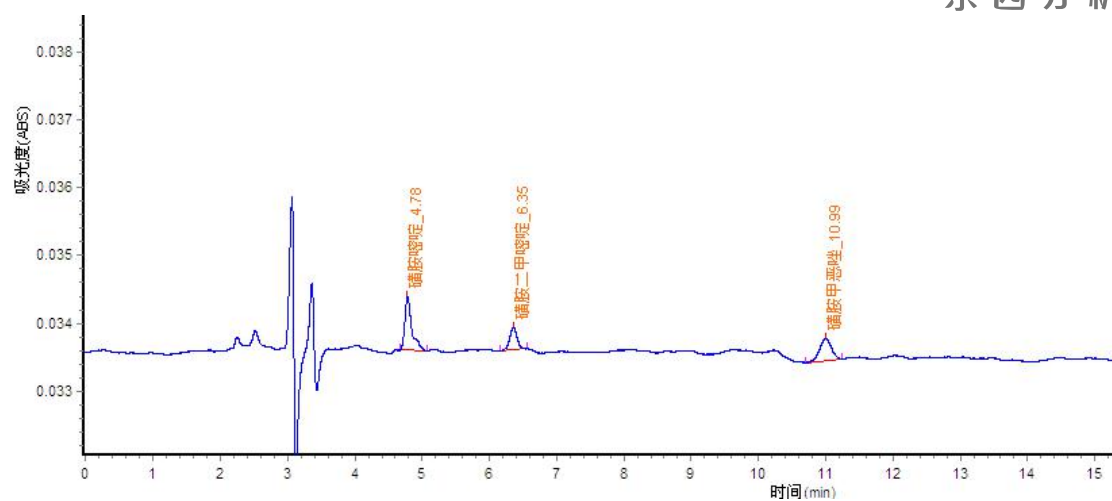


图 2 自来水加标谱图