

岛津 Nexera LC-40 测定生活饮用水中氯硝柳胺含量

LC-226

摘要：本文建立了一种高效液相色谱法测定生活饮用水中氯硝柳胺含量的分析方法。氯硝柳胺在 0.01-25 mg/L 浓度范围内具有较好的线性关系，线性相关系数大于 0.999，检出限在 0.003 mg/L，定量限在 0.01 mg/L，加标回收实验回收率在 91.5-95.4% 之间，连续 6 次进样保留时间 RSD% 为 0.07-0.12%；峰面积 RSD% 为 0.08-0.27%，系统精密度良好。该方法准确可靠，灵敏度高，可用于实际饮用水样的检测。

关键词：高效液相色谱法 氯硝柳胺 生活饮用水

氯硝柳胺 (Niclosamide)，又名灭绦灵，其化学名称为：4-硝基-2,5-二氯水杨酰苯胺，是世界卫生组织推荐的高效灭螺剂，在我国广泛应用于血吸虫病流行区的水体滩涂灭螺、灭蚴工作。其在灭螺期间的大量使用，有可能对饮用水安全造成危害。因此，准确测定生活饮用水中氯硝柳胺的含量，对于监控水体质量，保障人体安全具有重要意义。

目前已报道的氯硝柳胺的分析方法有电位滴定法、分光光度计法和高效液相色谱法；目前尚无饮用水中氯硝柳胺含量的测定方法。在此次饮用水标准修订中，也加入了饮用水中氯硝柳胺的测定方法。

本实验使用岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱仪对生活饮用水中氯硝柳胺含量进行测定，该方法准确可靠，灵敏度高，可用于实际饮用水样的检测。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验采用岛津 Nexera LC-40 液相色谱仪，具体配置为：

系统控制器：CBM-40Lite

脱气机：DGU-405R

输液泵：LC-40B×2

自动进样器：SIL-40C×3

柱温箱：CTO-40S

色谱工作站：LabSolutions Ver. 5.97

1.2 分析条件

色谱柱：Shim-pack GIST C18 (250 mm x 4.6 mm I.D., 5 μm, P/N:227-30017-08
岛津（上海）实验器材有限公司)

流动相：A：20 mol/L 磷酸二氢钾溶液（含磷酸 0.1%）； B：甲醇

流速：1 mL/min

柱温：40°C

检测波长：330 nm

进样体积：20 μL

洗脱方式：等度洗脱，A：B=15：85



图 1 岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱仪

1.3 标准品与试剂

标准品：购于上海安谱，于 -20°C 冰箱保存，备用。

甲醇：色谱级，室温保存。

磷酸二氢钾：分析纯，室温保存。

实验用水：由 Milli-Q Plus 水净化系统经去离子与二次净化制得。

■ 样品前处理

2.1 萃取

取 200 mL 水样于 500 mL 分液漏斗中，加入 5 g 氯化钠，振摇溶解，再加入浓盐酸 2 mL，摇匀，用 20 mL 二氯甲烷分两次萃取，每次振荡 5 min，合并萃取液。

2.2 浓缩

将萃取液于 40°C 水浴中，氮吹浓缩至干，加 1 mL 甲醇，摇匀。经 0.45 μm 滤膜过滤后待测。

■ 结果与讨论

3.1 标准品溶液色谱图

精密量取氯硝柳胺标准品适量，用甲醇稀释成浓度为 1000 mg/L 的标准储备液，然后用甲醇稀释配制成浓度为 0.01、0.05、0.1、0.5、1.0、5.0、10.0、25.0 mg/L 八个浓度的标准溶液，按 1.2 中的分析条件进行测定，氯硝柳胺标准品溶液色谱图如图 2 所示。

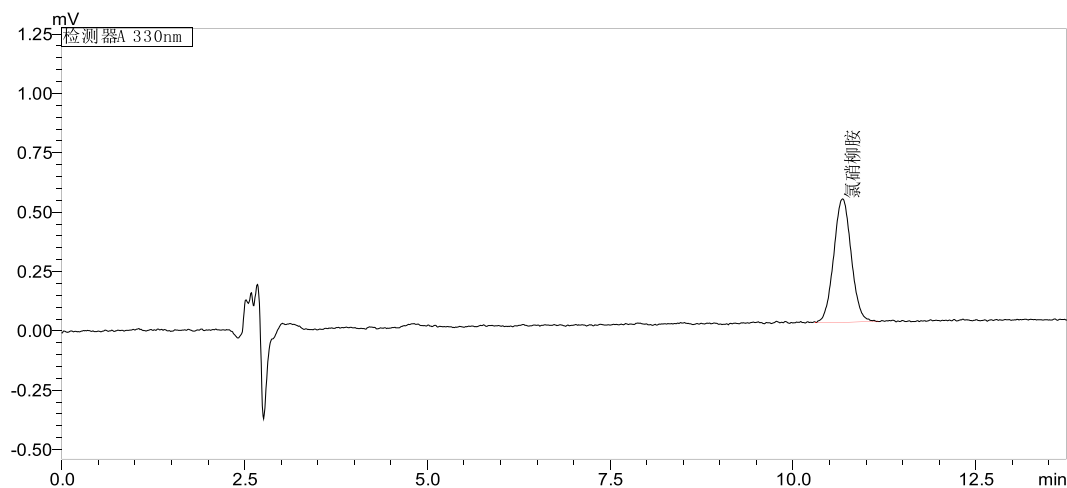


图 2 标准品溶液色谱图 (0.1 mg/L)

3.2 线性范围和灵敏度

将不同浓度的标准溶液，按 1.2 中的分析条件进行测定，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，采用外标法建立标准曲线，结果如图 3 所示。氯硝柳胺标准曲线在 0.01-25 mg/L 浓度范围内，具有较好的线性关系，线性相关系数大于 0.999。

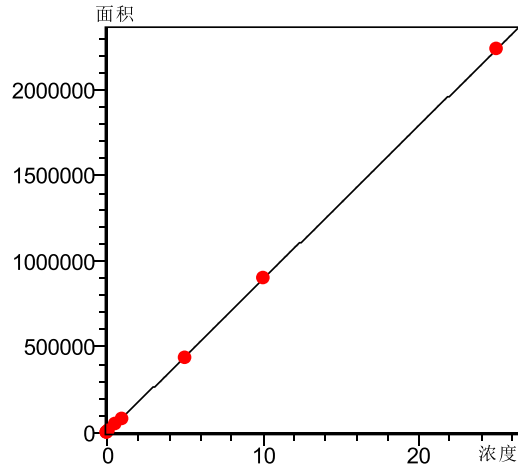


图 3 氯硝柳胺标准曲线

表 1 校准曲线参数

中文名称	标准曲线	相关系数 r^2	线性范围 (mg/L)	检出限 (mg/L)	定量限 (mg/L)
氯硝柳胺	$Y = 89596.8X - 1828.15$	0.9999	0.01-25	0.003	0.01

为了考察仪器灵敏度，选择低浓度标准溶液（见图 4），按照上述分析条件进行测定，以峰到峰作为信噪比计算方法，根据 $S/N=3$ ，确定氯硝柳胺的检出限 (LOD) 为 0.003 mg/L，具体结果如表 1，同时本实验方法的检出限为 0.015 $\mu\text{g/L}$ 。

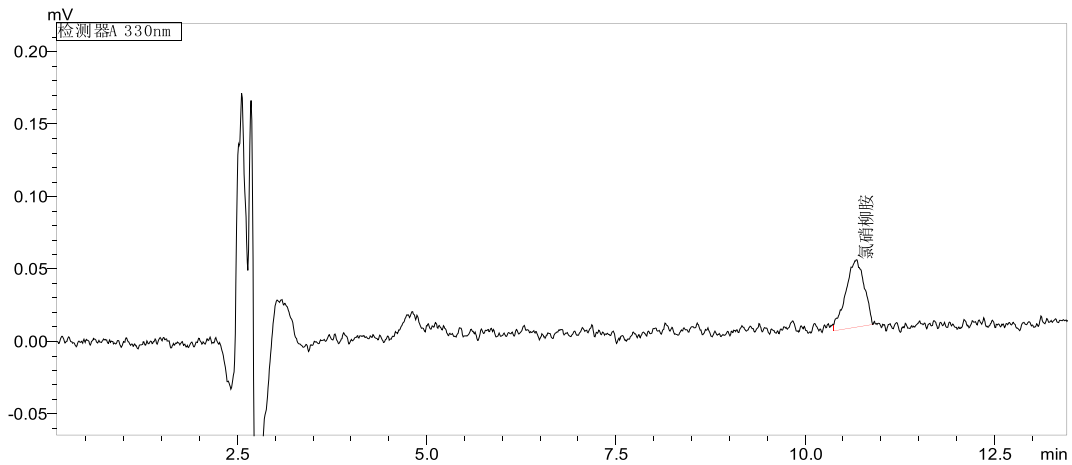


图 4 氯硝柳胺最低浓度色谱图 (0.01 mg/L)

3.3 精密度实验

按照 1.2 分析条件测定，选择浓度为 0.05、0.5 和 5.0 mg/L 的标准品溶液分别连续进样测定 6 次，重复性色谱图如图 5 所示。氯硝柳胺标准品的保留时间 RSD% 为 0.07-0.12%；峰面积 RSD% 为 0.08-0.27%，结果见表 2。精密度实验结果表明，Nexera LC-40 高效液相色谱仪具有良好的精密度。

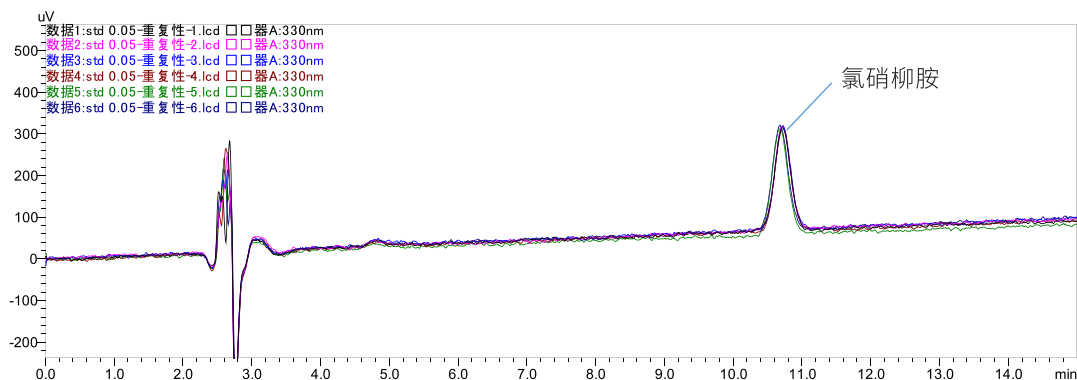


图 5 标准品溶液 6 针重复性色谱图 (浓度 0.05 mg/L)

表 2 保留时间和峰面积重复性结果 (n=6)

名称	RSD% (0.05 mg/L)		RSD% (0.5 mg/L)		RSD% (5.0 mg/L)	
	R.T.	Area	R.T.	Area	R.T.	Area
氯硝柳胺	0.07	0.27	0.07	0.23	0.12	0.08

3.4 回收率实验

以空白样品水溶液进行加标回收实验，分别添加 0.02 mg/L、0.2 mg/L 和 1.0 mg/L 浓度水平的氯硝柳胺标准品溶液，按照 1.2 中条件进行测试，计算平均回收率。空白样品色谱图见图 6，空白基质中未检出氯硝柳胺含量；0.02 mg/L 加标样品的色谱图见图 7，各添加水平的平均回收率在 91.5-95.4% 之间，结果详见表 3。

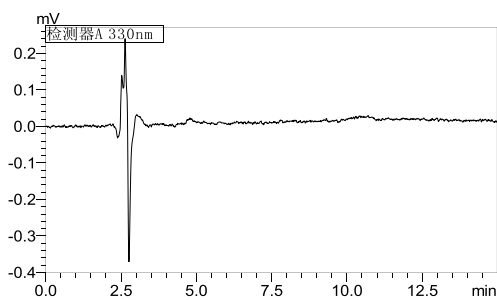


图 6 空白样品色谱图

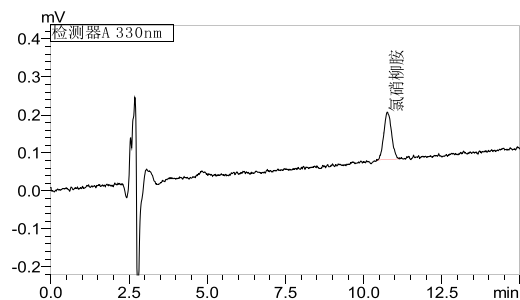


图 7 加标样品色谱图 (加标量 0.02 mg/L)

表 3 加标回收率 (n=3)

名称	加标水平 (mg/L)	平均回收率 %	RSD (%)
氯硝柳胺	0.02	92.9	1.98
	0.2	91.5	0.45
	1.0	95.4	1.55

■ 结论

本文采用岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱系统对生活饮用水中的氯硝柳胺含量进行测定。氯硝柳胺在 0.01-25 mg/L 浓度范围内均具有较好的线性关系，线性相关系数大于 0.999，检出限在 0.003 mg/L，定量限在 0.01 mg/L，加标回收实验回收率在 91.5-95.4% 之间，连续 6 次进样保留时间 RSD% 为 0.07-0.12%；峰面积 RSD% 为 0.08-0.27%，系统精密度良好。该方法准确可靠，灵敏度高，可用于实际饮用水样的检测。

岛津应用云

