

迅速发现你周围水中的潜在风险

——莱伯泰科水中抗生素解决方案

北京莱伯泰科仪器股份有限公司应用部

2014年12月



近日来，关于河流和自来水中“发现大量抗生素”的新闻突然席卷全国媒体，引发了公众对饮水安全的担忧。一些涉嫌污染的制药企业被曝光，人们对水质标准、排污标准的质疑也成为热点。作为一种潜在风险，环境中抗生素的长期作用可能诱导产生具有抗药性的超级微生物，也可能诱发高等生物体对抗生素的依赖乃至遗传基因改变。

从指标项目数量上说，我国的饮用水标准比起国外的指标体系确实落后很多年。我国的指标只有106项，而其他一些国家的标准则多达300多项。而抗生素标准正是我国标准中缺失的。

对于水中污染物检测，特别是微量抗生素类药物检测，固相萃取技术越来越多地得到应用，同时液相色谱则是抗生素类物质检测的必备仪器。莱伯泰科公司拥有多年相关产品和技术的开发、推广和应用经验。特别是近年由 Labtech Inc. (MA, USA)发布的 Sepaths 产品，特别适合环境水样品的前处理固相萃取。Sepaths 固相萃取系统采用全自动处理方式，既可使用常规固相萃取小柱，也可以采用固相萃取盘，可使用各种溶剂，自动淋洗样品瓶，并可同时处理多个样品。对于体积多达 1L 或更多的环境水样品来说，能够自动同时处理多个样品可大大节约操作时间和人力。Sepaths 仅使用很少的电力，并以气体为上样动力源，因此适合污染检测现场的样品处理。



Sepaths 柱盘通用自动固相萃取系统, LabTech Inc., Hopkinton, MA, USA

莱伯泰科还致力于其他各种可移动现场检测产品的开发与推广。

ET 移动式氮吹仪体型小巧，使用固体加热方式便于携带和现场操作，并特别适合与 Sepaths 一起使用。

移动式液相色谱既可在实验室用作常规检测仪器，也可以移到车辆上迅速机动至检测现场。由于采用内部减震装置，移动式液相色谱的分析性能没有任何损失。



莱伯泰科移动式 ET 氮吹仪



莱伯泰科移动式液相色谱

应用方法和效果

一、水中头孢类抗生素（头孢克洛）的 SPE-HPLC 分析：

1. 实验仪器与试剂

Sepaths 多通道全自动固相萃取系统，Labtech Inc., Hopkinton, MA, USA

液相色谱，北京莱伯泰科公司

固相萃取小柱，HLB，1g，6mL

EDTA-Na₂

盐酸

2. 样品

采集每 200mL 自动来水作为一个样品，装入 Sepaths 样品瓶中

加入 100mg EDTA-Na₂，混匀

用 20% 盐酸调节 pH=2.0±0.5，平衡 30min

3. 固相萃取与浓缩

装载 HLB 萃取柱

活化：10mL 甲醇

活化：6ml 纯水

活化：6mL pH=2.0±0.5 水

上样：200mL，约 10mL/min

淋洗：6mL 纯水，洗脱 EDTA-Na₂

干燥：氮气 5min

洗脱：6mL 甲醇

洗脱：6mL 甲醇

干燥：1min

浓缩：浓缩至近干，以液相色谱流动相定容至 1mL

4. 液相色谱分析

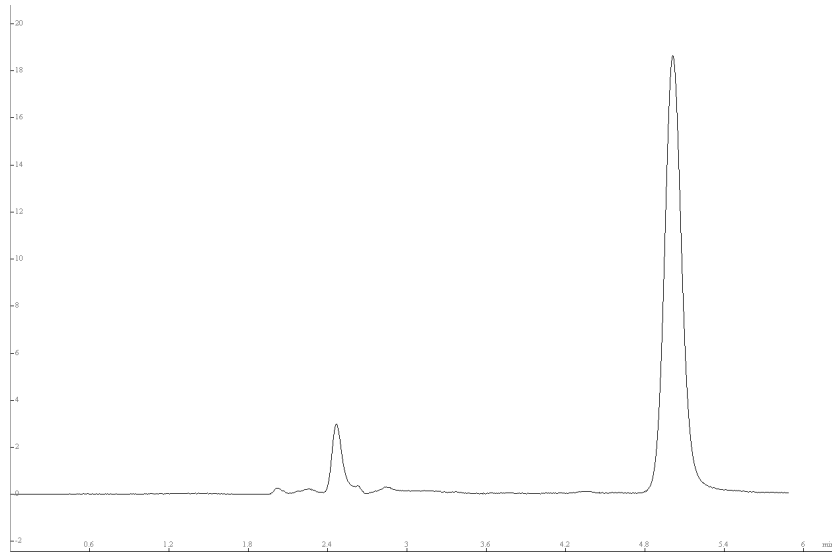
色谱柱：C18 柱，4.6mmx25cm

流动相：A-0.1%乙酸水，B-甲醇，A:B = 65:35

5. 加标回收率

加标量：水中 9.4 ppb

经检测和计算，回收率：102.3%，RSD=3.2%



头孢克洛 HPLC 谱图

二、水中四环素类抗生素（土霉素）的 SPE-HPLC 分析：

1. 实验仪器与试剂

Sepaths 多通道全自动固相萃取系统，Labtech Inc., Hopkinton, MA, USA

液相色谱，北京莱伯泰科公司

固相萃取小柱，HLB，500mg，6mL

EDTA-Na₂

盐酸

2. 样品

采集每 500mL 自动来水作为一个样品，装入 Sepaths 样品瓶中

加入 250mg EDTA-Na₂，混匀

用 20% 盐酸调节 pH=2.0±0.5，平衡 30min

3. 固相萃取与浓缩

装载 HLB 萃取柱

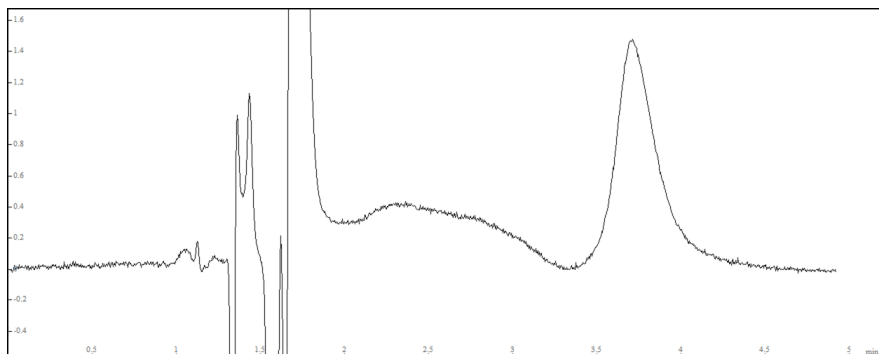
活化: 7mL 甲醇
活化: 10mL pH=2.0±0.5 水
上样: 500mL, 约 10mL/min
淋洗: 10mL pH=2.0±0.5 水, 洗脱 EDTA-Na₂
干燥: 氮气 5min
洗脱: 7mL 甲醇
洗脱: 7mL 甲醇
干燥: 1min
浓缩: 浓缩至近干, 以液相色谱流动相定容至 1mL

4. 液相色谱分析

色谱柱: C18 柱, 4.6mmx25cm
流动相: A-水 (磷酸二氢钠调 pH=3.5), B-乙腈, A:B = 85:15

5. 加标回收率

加标量: 水中 1.0 ppb
经检测和计算, 回收率: 87.5%, RSD = 4.2%



土霉素 HPLC 谱图

三、水中磺胺类抗生素(磺胺嘧啶、磺胺二甲基嘧啶、磺胺甲恶唑)的 SPE-HPLC 分析:

1. 实验仪器与试剂

Sepaths 多通道全自动固相萃取系统, Labtech Inc., Hopkinton, MA, USA

液相色谱, 北京莱伯泰科公司

固相萃取小柱, HLB, 500mg, 6mL

EDTA-Na₂

盐酸

2. 样品

采集每 500mL 自动来水作为一个样品, 装入 Sepaths 样品瓶中

加入 250mg EDTA-Na₂, 混匀

用 20% 盐酸调节 pH=2.0±0.5, 平衡 30min

3. 固相萃取与浓缩

装载 HLB 萃取柱

活化: 7mL 甲醇

活化: 10mL pH=2.0±0.5 水

上样: 500mL, 约 10mL/min

淋洗: 10mL pH=2.0±0.5 水, 洗脱 EDTA-Na₂

干燥: 氮气 5min

洗脱: 7mL 甲醇

洗脱: 7mL 甲醇

干燥: 1min

浓缩: 浓缩至近干, 以液相色谱流动相定容至 1mL

4. 液相色谱分析

色谱柱: C18 柱, 4.6mmx25cm

流动相: A-0.3% 乙酸水, B-乙腈, A:B = 25:75

5. 加标回收率

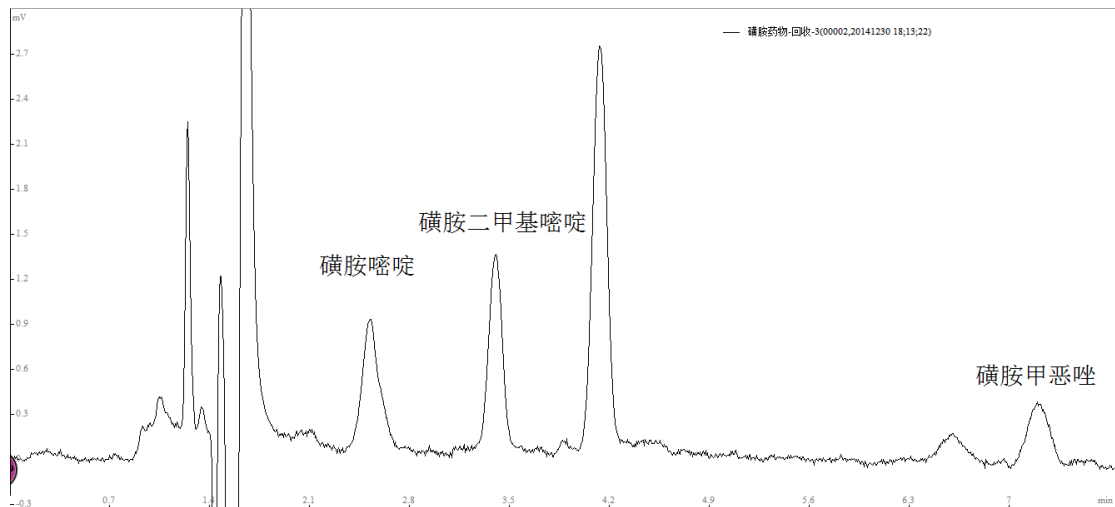
加标量: 三种磺胺类药物, 水中各 1.0 ppb

经检测和计算, 回收率:

(1) 磺胺嘧啶: 104.2%, RSD = 3.9%

(2) 磺胺二甲基嘧啶: 82.3%, RSD = 6.3%

(3) 磺胺甲恶唑: 76.1%, RSD = 5.8%



三种磺胺药物 HPLC 谱图

四、盘式固相萃取-HPLC 分析水中多种抗生素

1. 实验仪器与试剂

Sepaths 多通道全自动固相萃取系统, Labtech Inc., Hopkinton, MA, USA

液相色谱, 北京莱伯泰科公司

固相萃取膜, HLB, 47mm

EDTA-Na₂

盐酸

2. 样品

采集每 500mL 自动来水作为一个样品，装入 Sepaths 样品瓶中

加入 250mg EDTA-Na₂，混匀

用 20% 盐酸调节 pH=2.0±0.5，平衡 30min

3. 固相萃取与浓缩

装载 HLB 膜片

活化：7mL 甲醇

活化：10mL pH=2.0±0.5 水

上样：500mL，约 20mL/min

淋洗：10mL pH=2.0±0.5 水，洗脱 EDTA-Na₂

干燥：氮气 5min

洗脱：7mL 甲醇

洗脱：7mL 甲醇

干燥：1min

浓缩：浓缩至近干，以液相色谱流动相定容至 1mL

4. 液相色谱分析

4.1 土霉素分析

色谱柱：C18 柱，4.6mmx25cm

流动相：A-水（磷酸二氢钠调 pH=3.5），B-乙腈，A:B = 85:15

4.2 磺胺分析

色谱柱：C18 柱，4.6mmx25cm

流动相：A-0.3% 乙酸水，B-乙腈，A:B = 25:75

4.3 氯霉素分析

色谱柱：C18 柱，4.6mmx25cm

流动相：A-水，B-乙腈，A:B = 40:60

4.4 头孢克洛分析

色谱柱：C18 柱，4.6mmx25cm

流动相：A-0.1% 乙酸水，B-甲醇，A:B = 65:35

5. 加标回收率

加标量：水中磺胺类和土霉素各 1.0 ppb，头孢 3.72 ppb，氯霉素 5.0ppb

经检测和计算，回收率：

- | | |
|--------------|-------------------|
| (1) 磺胺嘧啶： | 88.5%，RSD = 3.6% |
| (2) 磺胺二甲基嘧啶： | 84.9%，RSD = 5.3% |
| (3) 磺胺甲恶唑： | 77.6%，RSD = 6.5% |
| (4) 氯霉素： | 115.6%，RSD = 3.2% |
| (5) 土霉素： | 79.3%，RSD = 6.6% |
| (6) 头孢克洛： | 87.5%，RSD = 7.2% |

结论:

莱伯泰科公司的 Sepaths 固相萃取系统、ET 氮吹仪与液相色谱产品组合可为检测水中微量抗生素提供有力的手段。在 Sepaths 上既可使用传统小柱 SPE，也可使用膜片式 SPE 以提高水样处理速度。方法简捷，自动化处理时间短，既可用于实验室常规检测，更方便用于污染现场取样和即时处理与检测。现场检测可以显著避免水样在长时间运输和储存过程发生改变而得到错误检测结果。



保护你周围的水环境和水源，及时检测和发现潜在污染风险非常重要！



参考文献:

[1] EPA Method 1694, Pharmaceuticals and Personal Care Products in Water, Soil, Sediment, and Biosolids by HPLC/MS/MS, December 2007.