

高效液相色谱法测定生活饮用水中微囊藻毒素-LR 含量

LC-433

摘要： 本文使用岛津液相色谱仪，建立了生活饮用水中微囊藻毒素-LR的检测方法。在0.10 ~ 5.00 µg/mL浓度范围内，相关系数r为0.9992。取浓度为0.50 µg/mL自来水加标溶液连续6次进样，微囊藻毒素-LR峰面积RSD为0.070%，保留时间RSD为0.171%，平均回收率为98.0%。以3倍信噪比计算检出限，微囊藻毒素-LR的检出限为0.02 µg/mL，以10倍信噪比计算定量限，微囊藻毒素-LR的定量限为0.05 µg/mL，满足生活饮用水检测的要求。

关键词： 高效液相色谱法 生活饮用水 微囊藻毒素-LR

技术特点：

- ❖ 此方法灵敏度更高，线性范围的最低点优于国标要求。
- ❖ 本方法检测生活饮用水中微囊藻毒素-LR专属性好，且操作简单。

微囊藻毒素-LR是一类具有生物活性的环状七肽化合物，为分布最广泛的肝毒素，主要由淡水藻类铜绿微囊藻产生，具有相当的稳定性。它能够强烈抑制蛋白磷酸酶的活性，还是强烈的肝脏肿瘤促进剂。中国生活饮用水标准限制饮用水中该毒素含量为1 µg/L。中国疾病预防控制中心新发布的GB/T 5750-2023《生活饮用水标准检验方法》已经将微囊藻毒素-LR检验

方法纳入，其中第一法为液相色谱法，第二法为超高效液相色谱串联质谱法。

本文选用液相色谱法，参照GB/T 5750-2023《生活饮用水标准检验方法》，并参考了相关文献，采用岛津高效液相色谱仪LC-16，建立了生活饮用水中微囊藻毒素-LR含量检测方法，该方法的线性范围、相关系数、准确度、重复性、检出限等均满足标准的要求。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验采用岛津Essentia LC-16高效液相色谱系统，具体配置为：

系统控制器：	CBM-20ALite	脱气机：	DGU-20A5R
输液泵：	LC-16×2	自动进样器：	SIL-16
柱温箱：	CTO-16L	检测器：	SPD-16
色谱工作站：	LabSolutions Ver. 5.90		

1.2 色谱条件

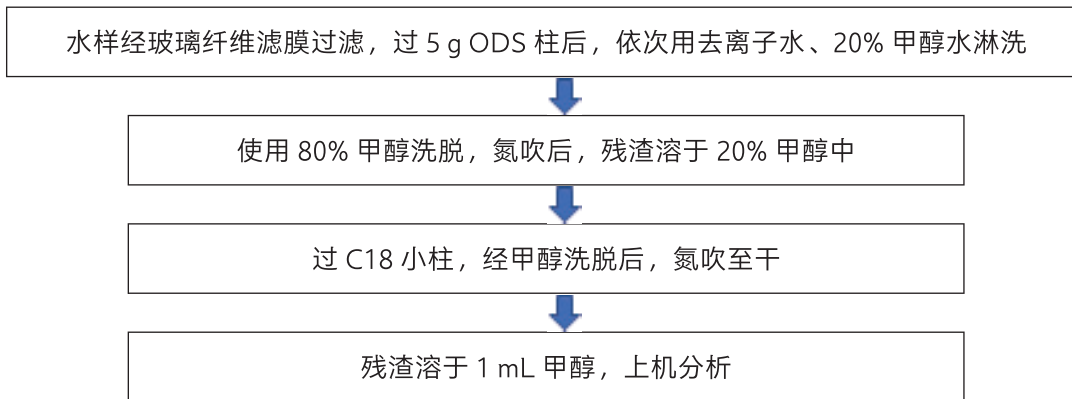
色谱柱：	Shim-pack GIST C18 (250 mm×4.6 mm I.D., 5µm) P/N: 227-30017-08, 岛津(上海)实验器材有限公司		
流动相：	乙腈 + 纯水 + 三氟乙酸 = 38+62+0.04 (V/V/V)		
流速：	1.0 mL/min	进样量：	20 µL
波长：	238 nm		

■ 样品前处理

2.1 标准溶液配制

将微囊藻毒素-LR 标准溶液配制为 0.10 $\mu\text{g/mL}$ 、0.30 $\mu\text{g/mL}$ 、0.50 $\mu\text{g/mL}$ 、1.00 $\mu\text{g/mL}$ 、2.00 $\mu\text{g/mL}$ 和 5.00 $\mu\text{g/mL}$ 的标准系列溶液。

2.2 水样的处理



■ 结果与讨论

3.1 标准样品色谱图

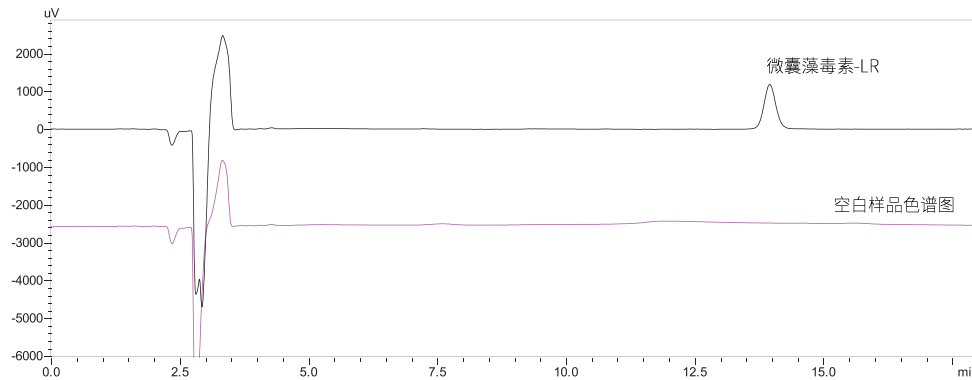


图 1 微囊藻毒素-LR 标准溶液（浓度 0.50 $\mu\text{g/mL}$ ）和空白样品色谱图

从微囊藻毒素-LR 标准样品和空白样品的谱图上看，微囊藻毒素-LR 峰形正常，未出现干扰峰，说明在本实验条件下，专属性良好。

3.2 校准曲线、检出限及定量限

采用外标法制作校准曲线，校准曲线如下图 2。以 0.10 $\mu\text{g/mL}$ 浓度点的色谱峰信噪比计算出检出限 ($S/N=3$) 和定量限 ($S/N=10$)，校准曲线信息及检出限、定量限结果见表 1。结果显示，微囊藻毒素-LR 在 0.10 ~ 5.00 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内，线性良好，相关系数 r 为 0.9992 各点准确度在 89.9% ~ 107.9% 之间，检出限为 0.02 $\mu\text{g/mL}$ ，定量限为 0.05 $\mu\text{g/mL}$ 。

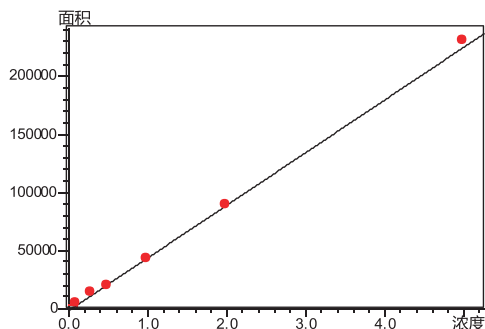


图2 微囊藻毒素-LR 校准曲线

表1 校准曲线信息及检出限、定量限

化合物名称	微囊藻毒素-LR
线性方程	$Y = 45295.4X - 1635.36$
相关系数 r	0.9992
准确度 (%)	89.9 ~ 107.9
检出限 ($\mu\text{g/mL}$)	0.02
定量限 ($\mu\text{g/mL}$)	0.05

3.3 重复性测试

取加标浓度为 $0.50 \mu\text{g/mL}$ 的自来水样品连续 6 次进样，考察仪器重复性，结果见表 2。

表2 重复性结果 (n=6)

化合物		1	2	3	4	5	6	RSD(%)
微囊藻毒素-LR	保留时间	14.007	14.033	14.028	14.021	14.017	14.012	0.070
	峰面积	18568	18585	18557	18491	18545	18548	0.171

3.4 实际样品检测

对实验室自来水进行检测。自来水样品和定量下限 $0.10 \mu\text{g/mL}$ 标准样品色谱图见图 3，检测结果为未检出。

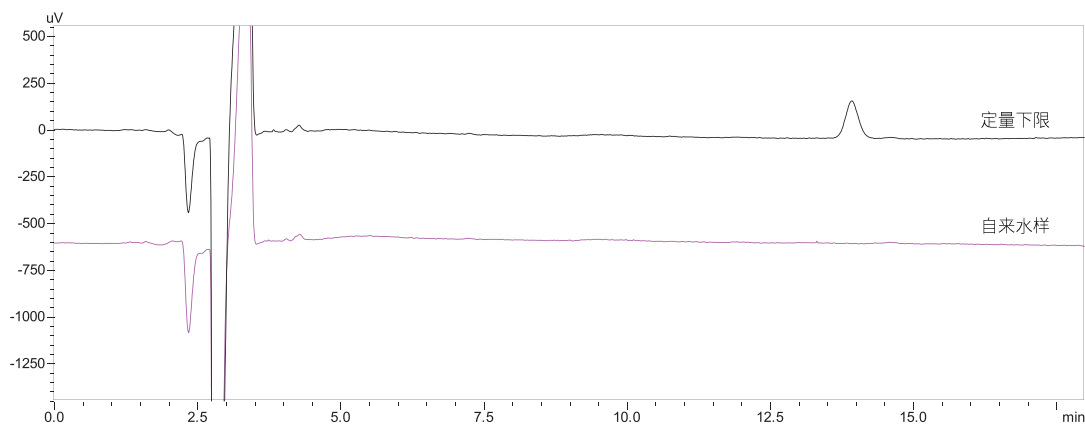


图3 实验室自来水和定量下限标准样品色谱图

3.5 回收率测试

取 4 份空白自来水样品，分别加入微囊藻毒素-LR 标准溶液，混匀配制成加标样品，根据添加量计算出微囊藻毒素-LR 的理论浓度。样品经前述的前处理后，上机测定微囊藻毒素-LR 浓度，取 4 次测定结果的平均值评估回收率，回收率结果见表 3，平均回收率为 98.0%。

表3 回收率测定结果 (n = 4)

化合物	1	2	3	4	理论浓度 (µg/mL)	平均回收率 (%)
微囊藻毒素 -LR	0.344	0.347	0.347	0.345	0.35	98.0

■ 结论

采用岛津液相色谱仪 LC-16 建立了生活饮用水中微囊藻毒素 -LR 含量的检测方法。该方法的线性范围、相关系数、重现性、加标回收率、检出限等指标满足并优于 GB/T 5750-2023 的要求，可为相关工作者检测生活饮用水中微囊藻毒素 -LR 含量提供参考。

岛津应用云

