

某品牌纯净水中微囊藻毒素-LR 检测

高旭，侯建军

摘要：微囊藻毒素对人体或环境有害，本文采用 C18 固相萃取小柱富集、萃取等前处理方法，高效液相色谱法检测纯净水中微囊藻毒素 LR 含量，检测灵敏度较低，检测结果较准确，检测结果很满意。

关键词：富集；液相色谱法；微囊藻毒素



检测背景

对某品牌纯净水（矿泉水）微囊藻毒素 LR 进行检测（用该品牌纯净水做微囊藻毒素等实验，包括做样品前处理及流动相的配制等，发现有背景干扰）。

参照标准

GB 8537-2018 食品安全国家标准 饮用天然矿泉水

GB/T 5750.8-2006 生活饮用水标准检验方法 有机物指标 中第 13 部分 微囊藻毒素

GB/T 20466-2006 水中微囊藻毒素的测定

1 固相萃取小柱预活化

用注射器吸取 10ml 甲醇，注入 C18 固相萃取小柱（自然滴下）。当甲醇液面接近小柱上层筛板上，加入 10ml~15ml 纯水活化。

2 富集

取 1000ml 纯净水水样，将水样依次注入预活化的 C18 固相萃取小柱，流速控制在 8ml/min~10ml/min 之间，进行样品富集。

3 洗脱

富集完成后，依次用淋洗液（10ml 纯水，10ml 20%甲醇水溶液）淋洗该 C18 固相萃取小柱，后再用 10ml 洗脱液（用甲醇将 0.1ml 三氟乙酸定容至 100ml）洗脱。洗脱液收集在广口试管中。

4 定容

在 40℃温度下，用氮吹仪浓缩至干，用 1ml 甲醇分两次（每次 0.5ml）溶解，用涡旋混合器充分混合 1min，用氮吹仪吹干，用 50%甲醇水溶液定容至 100μl。待液相色谱检测。

色谱条件

仪器：液相色谱仪，岛津 LC-2010A

色谱柱：ODS C18 色谱柱，Venusil XBP (L) 4.6mm×250mm×5μm

流动相：甲醇（色谱纯）：磷酸盐缓冲液（用体积比为 20%的磷酸溶液将 0.05mol/L 的磷酸二氢钾溶液调至 PH3.0）=57:43（V:V）

进样体积：20μl

流速：1ml/min

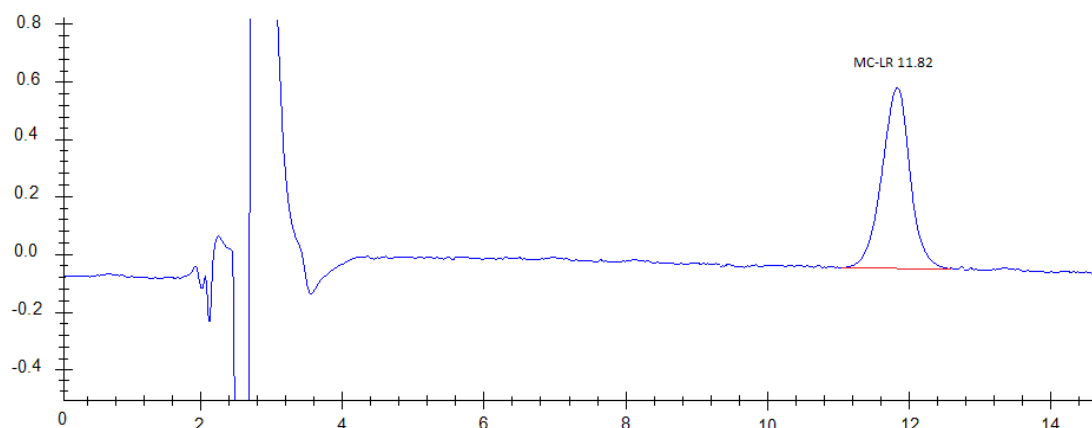
检测器：紫外检测器

检测波长：238nm

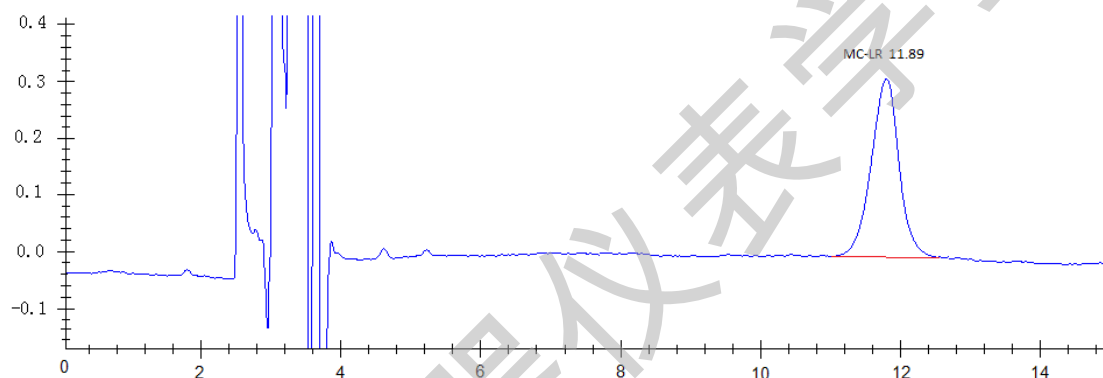
柱温：40℃

依次进样，先进 20μl 标准品样品，做标准曲线，再进 20μl 待测样品。

色谱图



微囊藻毒素-LR 标准品 10µg/ml 浓度色谱图



峰号	组分	保留时间 (min)	峰面积	理论塔板数	浓度 (µg/ml)
1	MC-LR	11.89	3974522	6873	5.31

该品牌纯净水中微囊藻毒素-LR 样品色谱图

经计算，该该品牌纯净水中微囊藻毒素-LR 样品浓度约为 0.53µg/L（样品相当于浓缩了 10000 倍，最终结果需要用仪器检测结果除以 10000）。经过多次检验，该品牌纯净水中确实含有微囊藻毒素-LR，浓度大概在（0.5~0.6）µg/L 之间。

注：

该方法是我们做水中微囊藻毒素-LR 常用的方法，检测准确度高、检出限低，用的很好，方法被多次验证过没问题。

我国纯净水、矿泉水标准目前没有针对微囊藻毒素指标的要求，GB 5749-2022 生活饮用水卫生标准，对微囊藻毒素-LR（藻类暴发情况发生时）限量要求，≤0.001mg/L，也就是 1µg/L。

微囊藻毒素有毒,对人体及其它生物体都是有一定毒害的,按道理纯净水中不应该含有,该品牌纯净水虽然满足国标 GB 5749-2022 生活饮用水卫生标准要求,但这个含量还是挺高的,它这一批次的纯净水质量应该是不太好的。

中国仪器仪表制造网