

月旭科技水中微囊藻毒素的测定

1、适用范围

适用于饮用水、湖泊水、河水、地表水中的微囊藻毒素的测定（本实验选用基质为娃哈哈饮用水）

参考标准：《GB/T 20466-2006 水中微囊藻毒素的测定》

2、溶液的配制

- 1) 标准工作液：将微囊藻毒素（-RR,-LR）标准液（20 μ g/mL 1mL）用甲醇稀释至 5mL，浓度为 4 μ g/mL。
- 2) 20%甲醇水：20mL 甲醇和 80mL 水，混匀。
- 3) 酸化甲醇：用甲醇将 0.1mL 三氟乙酸定容至 100mL。
- 4) 50%甲醇水：50mL 甲醇和 50mL 水，混匀。
- 5) 流动相：0.05%三氟乙酸水溶液：量取 1000mL 水，加入 0.5mL 三氟乙酸，混匀。

3、提取步骤

量取 100mL 水样（若水样混浊，有杂质，先过滤，除去悬浮物），待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® C18E 规格： 500mg/6mL

活化：6 mL 甲醇、6mL 水，弃去；

上样：待净化液 全部上样，控制流速，不宜过快，弃去；

淋洗：10mL 20%甲醇水，弃去。

声明:除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编：321000

E-mail:Lingyuyu@Welchmat.com

洗脱：10mL 酸化甲醇洗脱，收集于 50mL 鸡心瓶中，抽干。

40℃水浴旋转蒸发至近干（留一滴左右），用 50%甲醇水定容至 1mL，上机。

5、注意事项

1) 加标水平：100mL 水样中分别加入 25μL, 50μL 4μg/mL 的标准工作液（-RR,-LR），最后定容到 1mL，机读数分别为 0.1μg/mL,0.2μg/mL；加标水平分别为 1μg/L, 2μg/L。

2) 由于微囊藻毒素（-RR,-LR）易分解，所以现用现配，并没有混成混标。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C18, 4.6*250mm, 5μm

流动相：乙腈-0.05%三氟乙酸水溶液（梯度见表 1）

流速：1.0mL/min

柱温：30℃

进样量：20μL

检测波长：238nm

表 1：液相色谱梯度洗脱条件

时间/min	0.05%三氟乙酸水溶液	乙腈
0	60	40
15	60	40
16	15	85
24	15	85
24.1	60	40
30	60	40

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:Lingyuyu@Welchmat.com

7、色谱图或者加标回收率结果

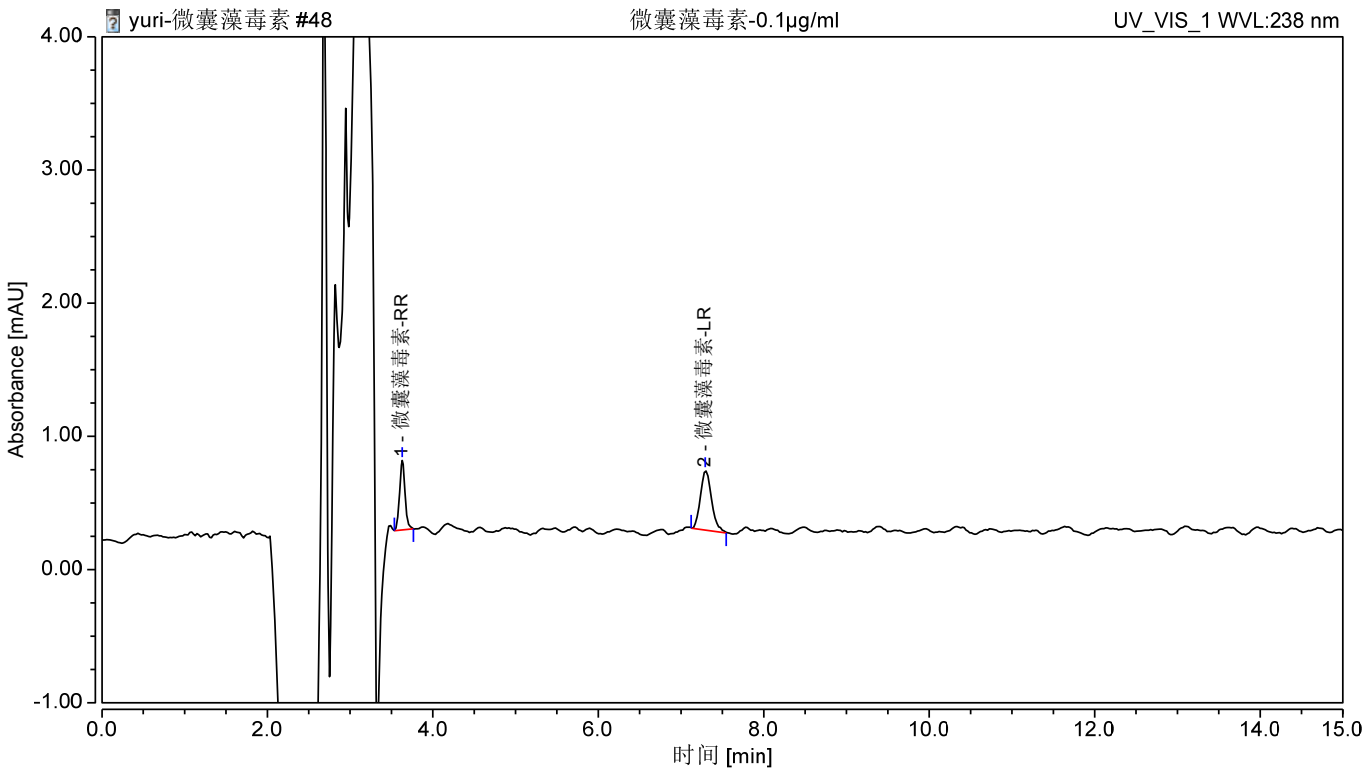


图 1.微囊藻毒素混标 0.1µg/mL 图谱

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	不对称度	分离度	塔板数
	Min	mAU*min	mAU	%		(EP)	(EP)	(EP)
微囊藻毒素-RR	3.630	0.040	0.522	36.36	1.07	1.09	20.43	15140
微囊藻毒素-LR	7.293	0.070	0.447	63.64	1.34	1.23	n.a.	14586

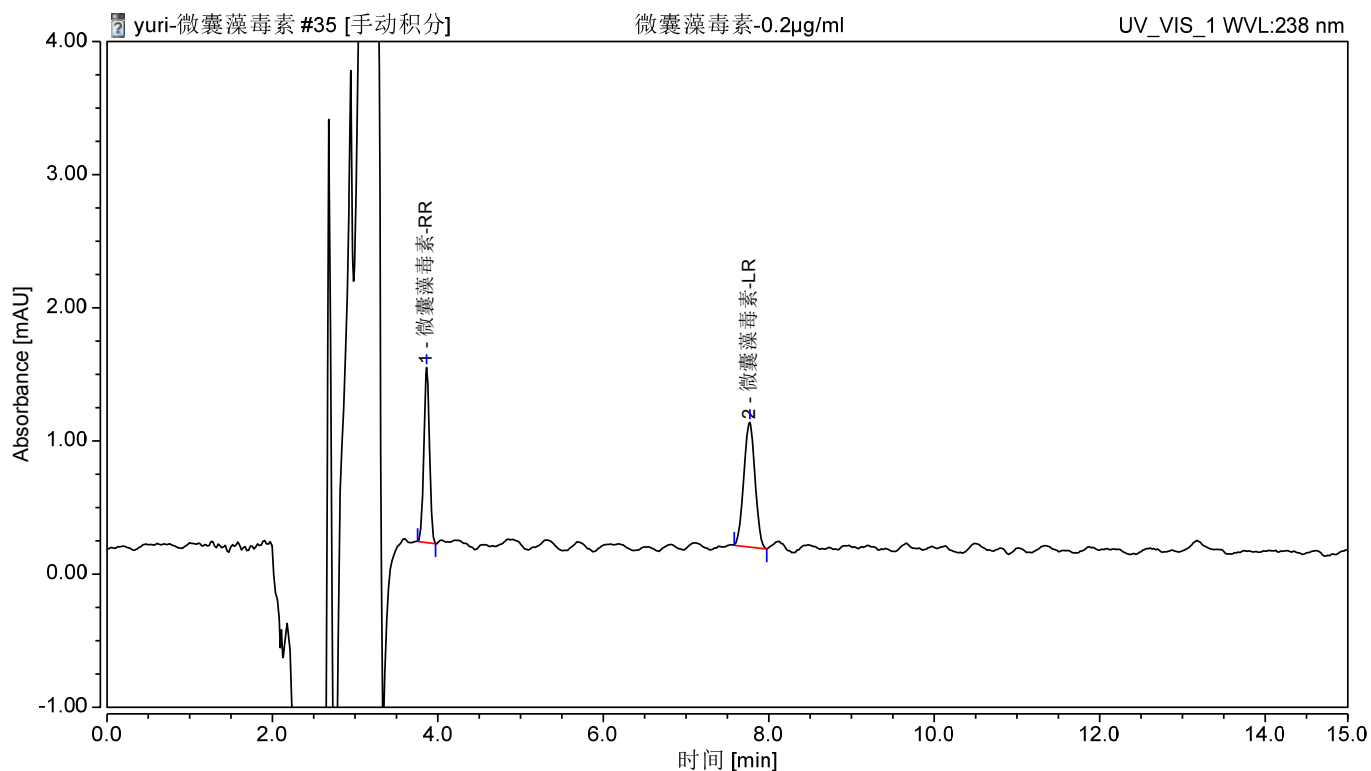


图 2.微囊藻毒素混标 0.2 μ g/mL 图谱

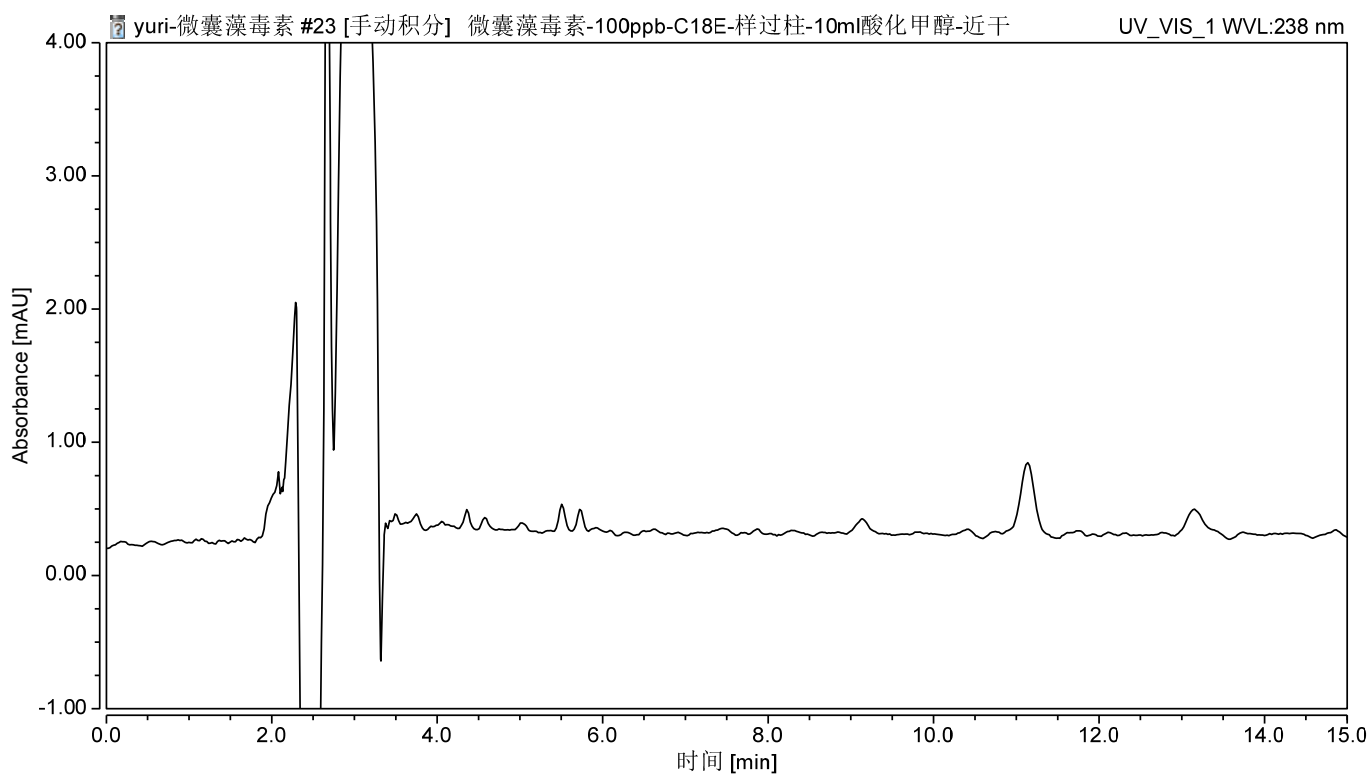


图 3.样过柱图谱

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:Lingyuyu@Welchmat.com

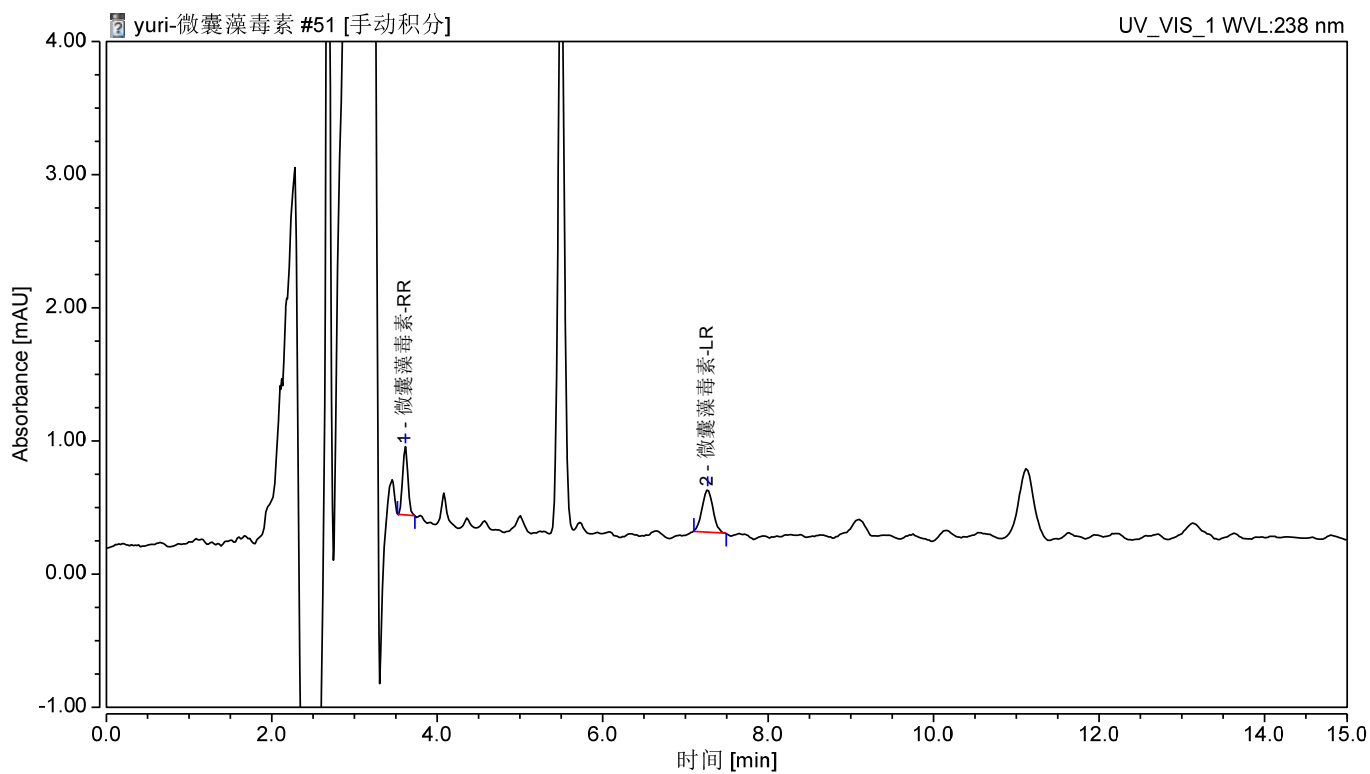


图 4 样加标 1 μ g/L 图谱

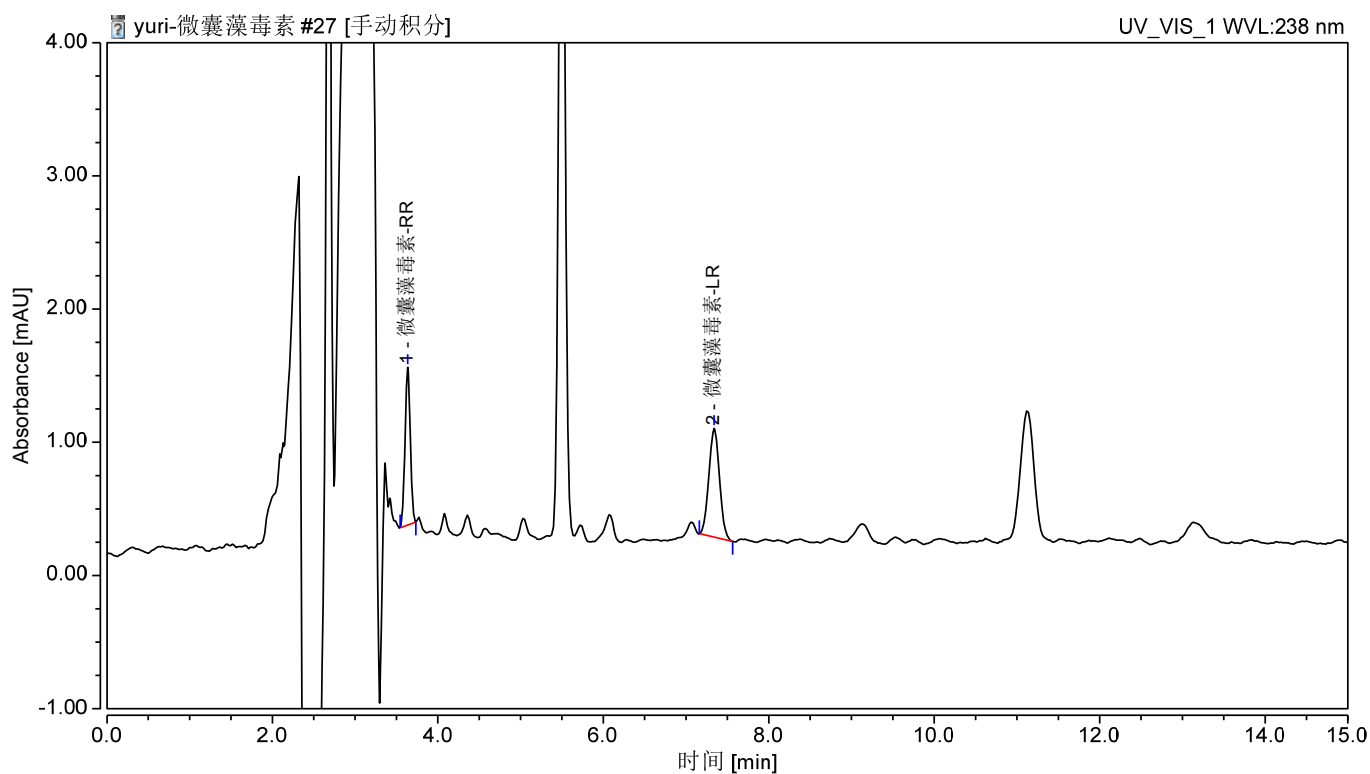


图 5 样加标 2 μ g/L 图谱

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:Lingyuyu@Welchmat.com

表 2. 小柱加标回收表

名称	加标水平 $\mu\text{g/L}$	回收率%		平均回收率%	RSD% (n=2)
微囊藻毒素-RR	1	99%	103%	101%	2.68%
微囊藻毒素-LR		86%	86%	86%	0.44%
微囊藻毒素-RR	2	85%	81%	83%	3.08%
微囊藻毒素-LR		83%	84%	83%	0.81%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00559-11006	SPE 小柱	Welchrom® C18E ,500mg/6mL, 30pk
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2mL 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00201-31043	液相色谱柱	Ultimate® XB-C18, 4.6×250mm,5 μm
	微囊藻毒素-RR	CAS:111755-37-4
	微囊藻毒素-LR	CAS:101043-37-2

声明:除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:Lingyuyu@Welchmat.com