

# SCIEX LC-MS/MS系统快速定量测定饮用水中5种微囊藻毒素

## Rapid Identification and Quantification of Five Microcystins in Drinking Water by SCIEX LC-MS/MS System

马小锋, 刘冰洁, 郭立海

Ma Xiaofeng, Liu Bingjie, Guo Lihai

SCIEX应用支持中心, 中国

SCIEX, China

**Keywords:** LC-MS/MS, Microcystins, Drinking Water

随着水体富营养化程度的加剧, 蓝藻水华的发生时常发生, 蓝藻水华后会产生次生代谢产物——微囊藻毒素 (Microcystins, MCs)。MCs 是一类具有生物活性的环状七肽化合物, 具有明显的肝细胞毒性, 加热煮沸不能将其破坏。为了保障饮用水安全, 即将发布的 GB/T 5750《生活饮用水标准检验方法》中给出了 5 种微囊藻毒素 MC-LR、MC-RR、MC-YR、MC-LW、MC-LF 的检测方法, 并在《生活饮用水卫生标准》(GB 5749-2022) 明确规定了饮用水中 MC-LR 的浓度限值为 1  $\mu\text{g/L}$ 。

本实验采用 SCIEX LC-MS/MS 系统 (图 1) 并基于新 GB/T 5750《生活饮用水标准检验方法》建立了方法中的 5 种微囊藻毒素 LC-MS/MS 定量解决方案。

### 本实验方法具有如下特点:

- 时间短, 7分钟完成5种微囊藻毒素分析 (图2)。
- 拿来即用, 完全符合新GB/T 5750《生活饮用水标准检验方法》中5种微囊藻毒素的方法要求。



图1 SCIEX LC-MS/MS系统

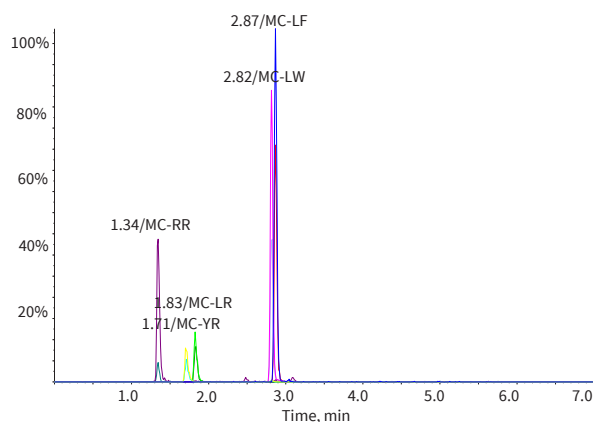


图2 5种微囊藻毒素色谱图

### 1. 样品前处理

取适量自来水过膜后上机测试。

### 2. 实验方法

#### 2.1 液相方法

液相: SCIEX ExionLC™ 系统

色谱柱: Phenomenex Kinetex, F5 (2.6  $\mu\text{m}$ , 2.1  $\times$  100 mm)

流动相: A 相: 水 (含 0.2% 甲酸) B 相: 乙腈

流速: 0.4 mL/min

进样量: 20  $\mu\text{L}$

洗脱程序：梯度洗脱（表1）

表1 液相洗脱程序

时间（分钟）	A相(%)	B相(%)
0.0	60	40
3.0	20	80
5.0	20	80
5.1	60	40
7.0	60	40

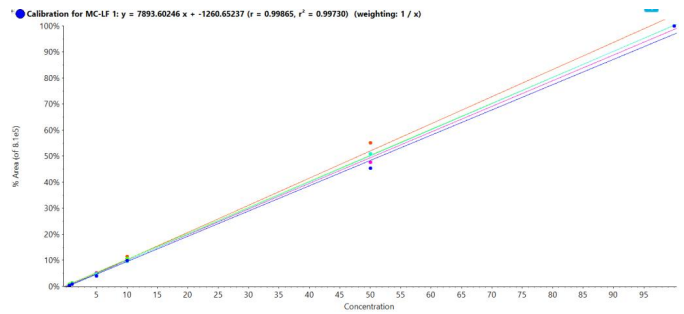


图3 5种微囊藻毒素线性图

## 2.2 质谱方法

电离模式：电喷雾电离（electrospray ionization, ESI），正离子模式。

离子源参数：

气帘气：30 psi； 源温度：550°C；

碰撞气：8； 喷雾气：55 psi；

辅助加热气：55 psi。

离子对信息（表2）

表2 离子对信息表

母离子	子离子	离子名称	去簇电压 (V)	碰撞能量 (V)
995.6	213.0	MC-LR 1	50	65
995.6	375.1	MC-LR 2	50	69
519.9	135.1	MC-RR 1	50	33
519.9	127.0	MC-RR 2	50	42
1045.6	213.1	MC-YR 1	50	63
1045.6	375.1	MC-YR 2	50	67
1025.4	135.0	MC-LW 2	50	100
1025.4	375.0	MC-LW 1	50	45
986.5	135.1	MC-LF 1	50	96
986.5	375.1	MC-LF 2	50	45

## 3. 实验结果

3.1 5种微囊藻毒素在0.5 μg/L -100 μg/L线性图（图3）。相关系数R<sup>2</sup> > 0.995。

3.2 根据《生活饮用水卫生标准》（GB 5749-2022）的限量MC-LR 1 μg/L加标浓度下5种微囊藻毒素色谱图（图4）。

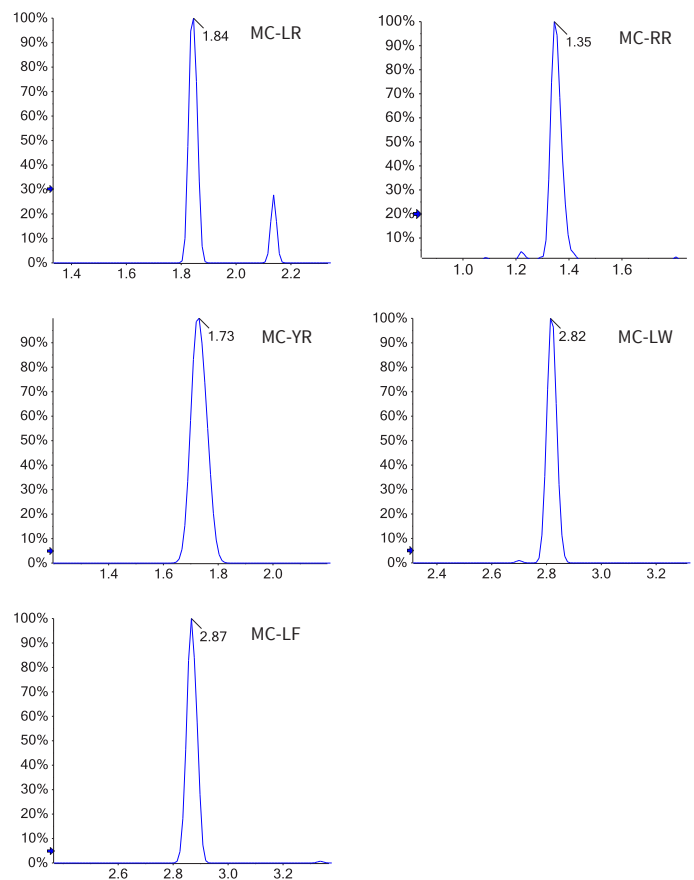


图4 1 μg/L加标浓度下5种微囊藻毒素色谱图

## 4. 讨论

在优化微囊藻毒素质谱条件过程中发现某些微囊藻毒素更容易带双电荷（2H<sup>+</sup>），且其响应明显高于带单电荷（H<sup>+</sup>）的离子，比如在同一浓度下 MC-LR 带双电荷的响应比带单电荷的响应高出一个数量级（图 5）。为了达到更好的灵敏度，在必要时可使用带双电荷的离子用作分析（表 3）。

表 3 带双电荷微囊藻毒素离子对参数

母离子	子离子	离子名称	去簇电压 (V)	碰撞能量 (V)
498.5	135.1	MC-LR 1	20	20
498.5	861.5	MC-LR 2	20	16
523.5	135.1	MC-YR 1	43	19
523.5	911.5	MC-YR 2	43	14
513.3	135.1	MC-LW 1	20	17
513.3	891.4	MC-LW 2	20	13

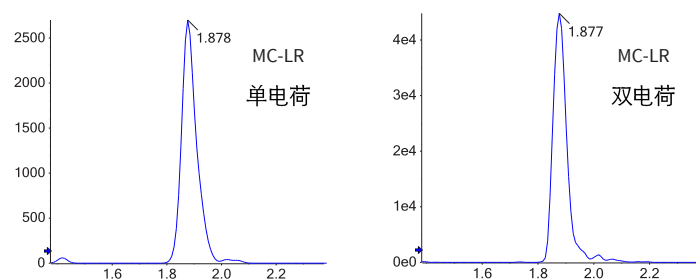


图5 MC-LR 带单电荷和带双电荷色谱图比较

## 5. 总结

从实验结果看，SCIEX LC-MS/MS 系统灵敏度高，5 种微囊藻毒素完全满足《生活饮用水卫生标准》（GB 5749-2022）的限量要求。

SCIEX 临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅 <https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于 AB Sciex Pte. Ltd. 或在 美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2022 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-14915-ZH-A



### SCIEX 中国

北京分公司  
北京市朝阳区酒仙桥中路24号院  
1号楼5层  
电话：010-5808-1388  
传真：010-5808-1390  
全国咨询电话：800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心  
上海市长宁区福泉北路518号  
1座502室  
电话：021-2419-7200  
传真：021-2419-7333  
官网：[sciex.com.cn](http://sciex.com.cn)

广州分公司  
广州市天河区珠江西路15号  
珠江城1907室  
电话：020-8510-0200  
传真：020-3876-0835  
官方微信：SCIEX-China