

# ATLAS-LEXT 自动样品前处理结合 GCMS 法测定乳制品中 1,2- 丙二醇含量

## GCMS-596

**摘要：** 本文采用 ATLAS-LEXT 自动样品前处理装置结合岛津 GCMS-QP2050 气质联用仪，建立了乳制品中 1,2-丙二醇的测定方法。结果表明：在 0.2~ 10  $\mu\text{g/mL}$  浓度范围内，1,2- 丙二醇标准曲线线性相关系数为 0.9997，线性关系良好。取浓度为 0.5  $\mu\text{g/mL}$  的标准溶液，连续进样 6 次，峰面积 RSD 为 3.76%，仪器精密度良好。加标实验中，1,2- 丙二醇的平均回收率为 99.05%。本方法操作简单，抗干扰能力强，可为牛奶等乳制品中 1,2- 丙二醇的检测提供参考。

**关键词：** ATLAS-LEXT 自动样品前处理 1,2- 丙二醇 牛奶 乳制品

### 技术特点：

- ❖ 采用 ATLAS-LEXT 自动处理平台进行样品前处理，自动化程度高，提高工作效率。
- ❖ 使用 SIM 方法定量，有效去除基质干扰，定量结果准确。

1,2- 丙二醇是我国现行的 GB 2760-2014《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》中规定的一种食品添加剂，但其不允许被添加在乳制品中。《GB 5009.251-2016 食品中 1,2- 丙二醇的测定》提供了丙二醇测定时乳制品的前处理方法。传统的前处理依靠人工操作，步骤繁琐费时，人工成本高。ATLAS-LEXT 是岛津推出的全自动样品处理平台，可替代人工提取操作，实现包括自动移液、振荡萃取、高速

离心和加热（或氮吹）干燥过程，自动完成样品的制备。样品制备自动化程度高，样本处理量大。既避免了人为操作可能带来的失误，又节省了大量人力，提高了实验室的工作效率。

本文利用岛津 ATLAS-LEXT 结合 GCMS-QP2050 气质联用仪，建立了乳制品中 1,2- 丙二醇的检测方法，该方法操作简单，实用性强，可为乳制品行业检测 1,2- 丙二醇提供参考。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

GCMS-QP2050 气质联用仪

### 1.2 GCMS 分析条件

色 谱 柱：	SH-PolarD, 60 m×0.25 mm ×0.25 $\mu\text{m}$	离子化方式：	EI
柱 温 程 序：	80°C (1 min) _20°C /min_160°C (2 min) _15°C /min_220°C (5 min)	离子源温度：	230°C
进 样 方 式：	分流进样	色谱质谱接口温度：	250°C
分 流 比：	10:1	检 测 器 电 压：	调谐电压 +0.1 kV
载 气：	氦气	采 集 模 式：	SIM, 离子信息见表 1
载气控制方式：	色谱柱流量		
色 谱 柱 流 量：	1 mL/min		

## ■ 样品前处理

取牛奶样品 0.5 mL 于 ATLAS-LEXT 样品管中，利用 ATLAS 自定义前处理程序完成样品处理。处理流程：样品管中加入 2 mL 乙醇，混匀 2 min，6300 r/min 离心 6 min，取上清液 0.6 mL 至进样小瓶，直接供 GCMS 分析。ATLAS 前处理流程如图 1 所示。

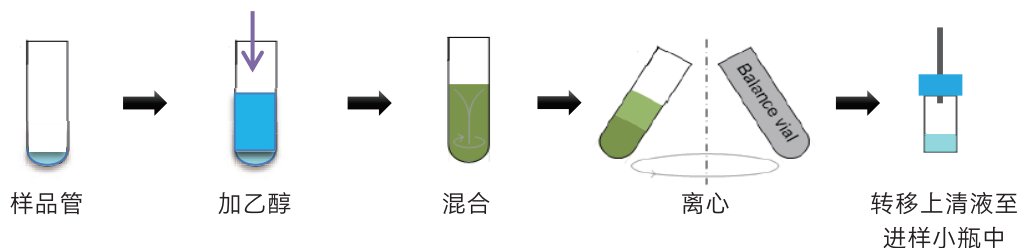


图1 ATLAS 前处理流程

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准品谱图

以乙醇为溶剂，配制浓度为 1.0  $\mu\text{g/mL}$  的 1,2- 丙二醇标准溶液，GCMS 分析，色谱图见图 2，相关化合物信息见表 1。

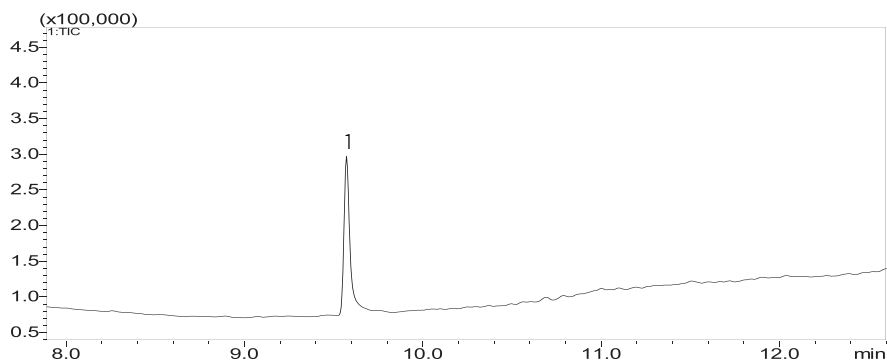


图2 1,2- 丙二醇色谱图 (浓度 1.0  $\mu\text{g/mL}$ )

表1 化合物信息表

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	1,2- 丙二醇	1,2-Propanediol	57-55-6	9.597	45	31,61

### 3.2 标准曲线与检出限

取 1,2- 丙二醇标液适量，用乙醇配制浓度为 0.2、0.5、1.0、2.0、5.0、10  $\mu\text{g/mL}$  的系列标准工作液，上机分析。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标拟合标准曲线，1,2- 丙二醇的质量色谱图及标准曲线如图 3 所示。根据最低点标样数据，以 3 倍信噪比计算 1,2- 丙二醇的检出限，1,2- 丙二醇检出限以及线性相关系数如表 2 所示。

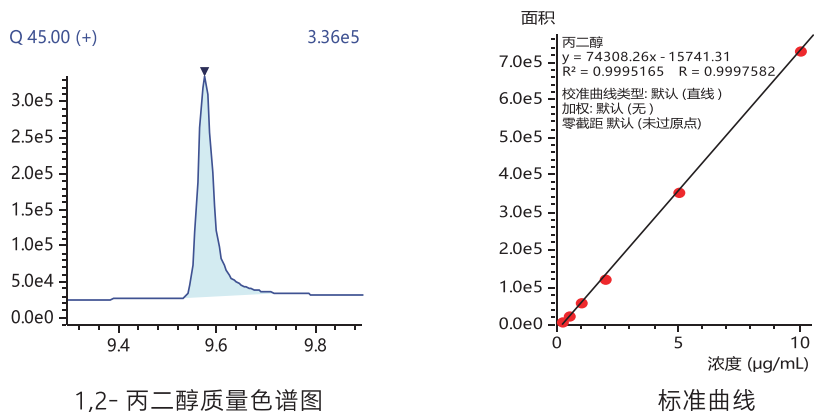


图3 1,2- 丙二醇质量色谱图及标准曲线

表 2 化合物标曲相关系数及检出限

No.	化合物名称	相关系数 (R)	检出限 (µg/mL)
1	1,2- 丙二醇	0.9998	0.02

### 3.3 重复性实验

取 1,2- 丙二醇含量为 0.5 µg/mL 的标液连续进样 6 次, 考察仪器峰面积的重复性, 测定, 结果见表 3。

表 3 重复性结果 (n=6)

No.	化合物名称	面积 1	面积 2	面积 3	面积 4	面积 5	面积 6	RSD (%)
1	1,2- 丙二醇	21547	20840	20472	20240	19571	19553	3.76

### 3.4 回收率测试

将 1,2- 丙二醇添加于空白牛奶样品中, 用自动前处理仪 ATLAS 按牛奶前处理方式处理, 添加量为对应上机 1,2- 丙二醇浓度为 2.0 µg/mL, 准备 3 份添加样品测试。结果显示, 1,2- 丙二醇加标平均回收率为 99.05%, 回收率良好, 具体结果如表 4 所示。

表 4 加标回收率结果 (n=3)

No.	化合物名称	回收率 1 (%)	回收率 2 (%)	回收率 3 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	1,2- 丙二醇	96.85	100.18	100.11	99.05	1.92

### 3.5 样品测试结果

牛奶样品经处理, 上机检测, 该样品谱图如图 4 所示, 未检出 1,2- 丙二醇。

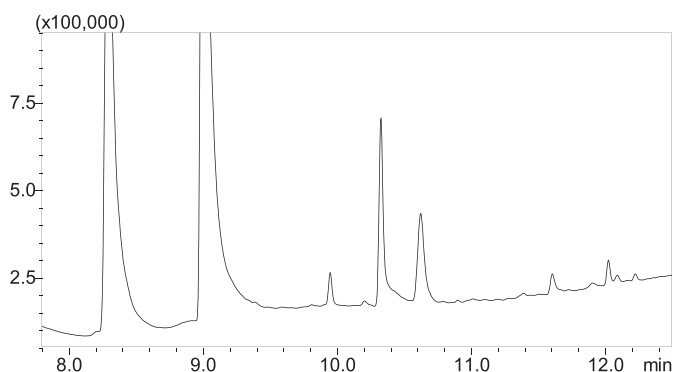


图 4 牛奶样品色谱图

## ■ 结论

本文使用岛津 ATLAS-LEXT 结合 GCMS-QP2050 气质联用仪, 建立了牛奶中 1,2- 丙二醇的检测方法。采用 ATLAS-LEXT 自动处理平台处理样品, 在 0.2-10 µg/mL 浓度范围内, 1,2- 丙二醇标准曲线相关系数为 0.9998, 线性关系良好。取 0.5 µg/mL 标准溶液连续进样 6 针, 峰面积 RSD 为 3.76%, 重复性结果良好。加标实验中, 1,2- 丙二醇平均回收率为 99.05%。该方法简单方便, 为乳制品中 1,2- 丙二醇的检测提供了参考。

岛津应用云

