

# GC/GCMS 法测定进出口食用动物、饲料中的丙二醇含量

GC-148

**摘要：**本文建立了气相色谱法检测进出口食用动物、饲料中丙二醇含量的分析方法，并采用气相色谱 - 质谱联用法进行确证。结果表明，在 1~100 mg/L 的浓度范围内，2 种丙二醇的线性相关系数  $R^2$  均在 0.9994 以上，线性关系良好。在分流比 5:1 的分流进样条件下，2 种丙二醇的方法检出限分别为 0.40、0.25 mg/L。取浓度为 1 mg/L 的标准溶液重复进样 6 次，峰面积的相对标准偏差（RSD）均在 4.24% 以下，精密度良好。对进出口食用动物血清、尿液、饲料 3 种基质平行进行 3 次加标回收试验，平均回收率在 92.1 ~ 107.6% 之间，RSD 值均小于 5%。本方法操作简单、灵敏度高，可为进出口食用动物、饲料中丙二醇含量测定提供参考。

**关键词：**气相色谱法 气相色谱 - 质谱联用法 进出口食用动物 饲料 丙二醇

丙二醇是一种略有甜味、无臭、无色透明的油状液体，有吸湿性，因此可作为甜味剂和保湿剂添加于饲料中，使饲料爽滑可口。另外，丙二醇还是一种生糖物质，在畜牧业中，它作为一种营养成分被添加在饲料中，用于避免奶牛因脂肪代谢异常导致的酮症酸中毒，还可以提高牛奶的产量。丙二醇属于低毒类有机物，但研究发现，丙二醇添加过量时会对动物和人体的神经系统产生刺激，严重时会对肝脏、肾脏等造成损害。

2019年9月3日海关总署发布 SN/T 5112-2019《进出口食用动物、饲料丙二醇含量测定 气相色谱法和气相色谱 - 质谱法》，该标准规定了进出口食用动物、饲料中丙二醇检测的试样处理和仪器测定方法。

本文参考 SN/T 5112-2019《进出口食用动物、饲料丙二醇含量测定 气相色谱法和气相色谱 - 质谱法》，采用岛津气相色谱仪、气相色谱 - 质谱联用仪，建立分析进出口食用动物、饲料中丙二醇的检测方法，该方法操作简单、灵敏度高，完全满足标准的要求。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro

岛津气相色谱 - 质谱联用仪 GCMS-QP2020 NX

### 1.2 仪器参数

#### 1.2.1 GC 条件

色谱柱：SH-Rtx-WAX, 30 m×0.25 mm×0.25 μm

柱温程序：50°C (1 min)\_15°C /min\_170°C (3 min)  
\_20°C /min\_ 230°C (3 min)

进样口温度：230°C

载气：氮气

载气控制方式：恒线速度，36.4 cm/sec

进样方式：分流进样

分流比：5:1

进样量：1 μL

检测器：FID

检测器温度：250°C

空气流量：400 mL/min

氢气流量：40 mL/min

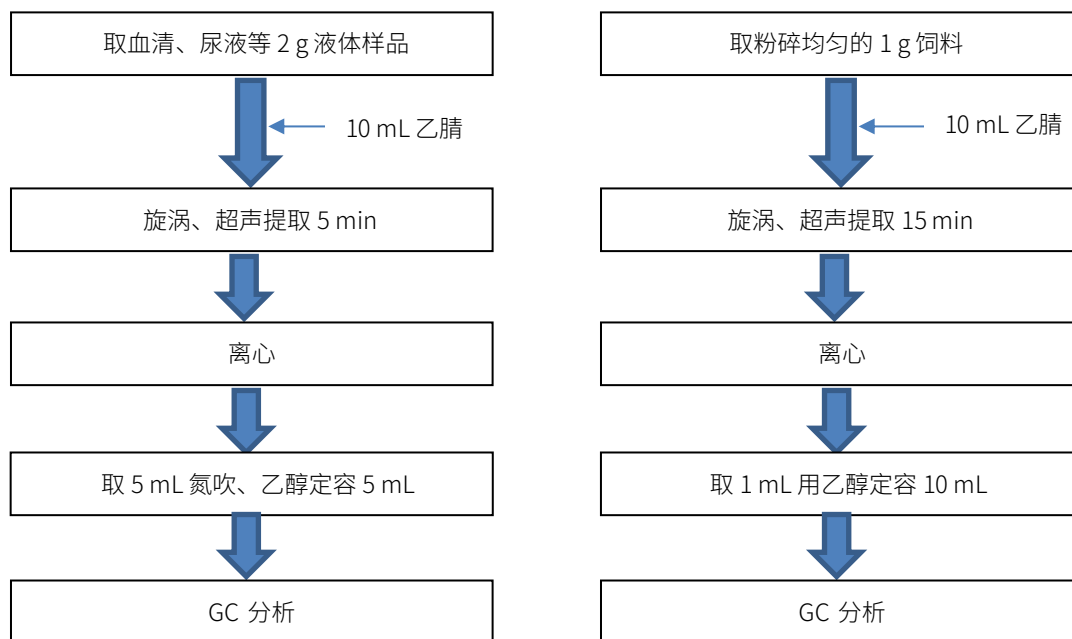
尾吹气流量：30 mL/min

### 1.2.2 GCMS 条件

色谱柱：SH-Rtx-WAX, 30 m×0.25 mm×0.25 μm  
 柱温程序：50°C (1 min)\_15°C /min\_170°C (3 min)  
 \_20°C /min\_ 230°C (3 min)  
 进样口温度：230°C  
 载气：氦气  
 载气控制方式：恒线速度, 36.4 cm/sec  
 进样方式：分流进样

分流比：20:1  
 进样量：1 μL  
 离子化方式：EI  
 离子源温度：230°C  
 色谱质谱接口温度：240°C  
 采用 SCAN 全扫描模式进行定性分析

## ■ 样品前处理



## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准品图谱

丙二醇标准品色谱图如图 1 所示，各化合物信息见表 1。

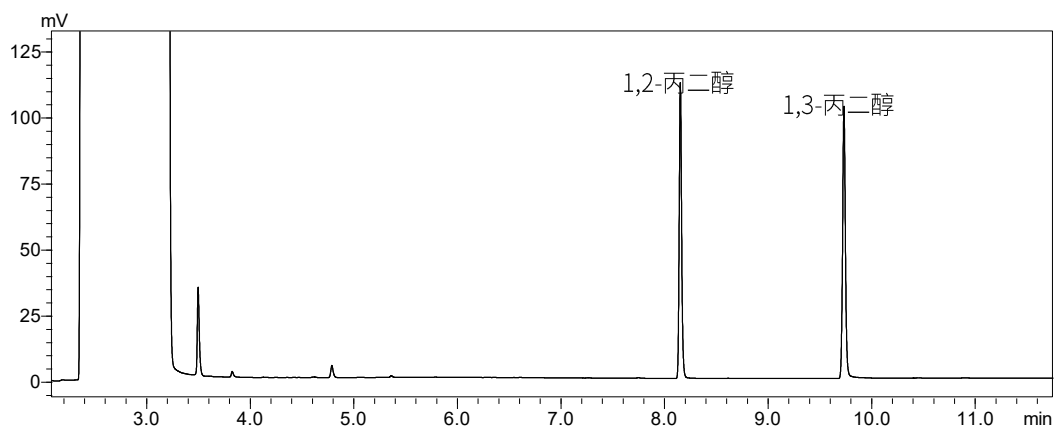


图 1 丙二醇标准品色谱图 (100 mg/L)

表 1 相关化合物信息

No.	中文名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	1,2- 丙二醇	1,2-propanediol	57-55-6	8.155
2	1,3- 丙二醇	1,3-propanediol	504-63-2	9.735

### 3.2 标准曲线及检出限

使用乙醇配制混合标准系列，丙二醇浓度分别为 1、2、5、10、20、50 和 100 mg/L。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标做标准曲线，各组分标准曲线如图 2 所示。根据 1 mg/L 标样数据，以 3 倍信噪比计算各组分方法检出限。线性相关系数和检出限见表 2。

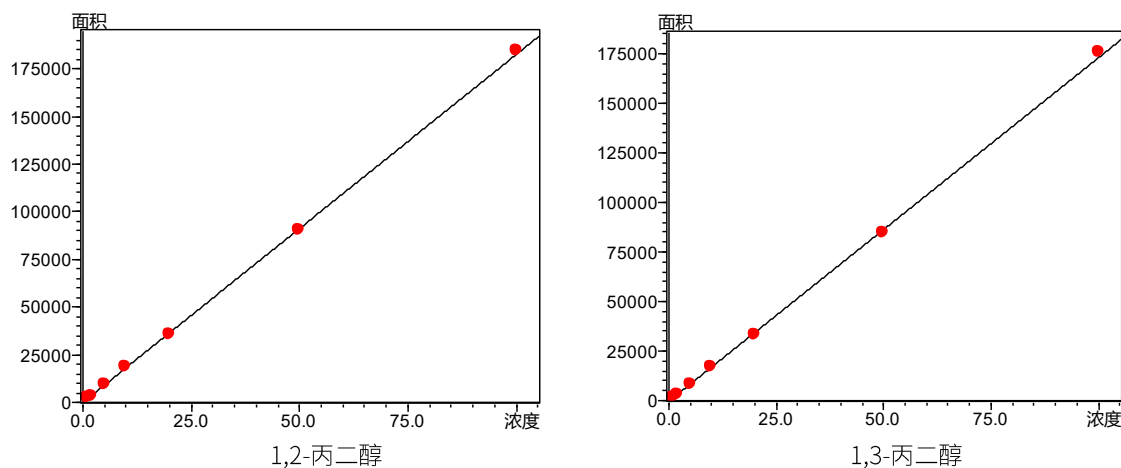


图 2 丙二醇标准曲线

表 2 丙二醇标准曲线信息及检出限

No.	组分名称	标准曲线	相关系数 (R <sup>2</sup> )	检出限 (mg/L)
1	1,2- 丙二醇	$Y = 1732.9X - 367.63$	0.9994	0.40
2	1,3- 丙二醇	$Y = 1824.7X + 19.355$	0.9996	0.25

### 3.3 重复性测试

取 1 mg/L 的标准品连续 6 次进样，考察仪器的重复性，测定结果见表 3。

表 3 重复性实验结果 (n=6)

组分名称	峰面积						RSD (%)
	1	2	3	4	5	6	
1,2- 丙二醇	1633	1679	1684	1734	1542	1591	4.24
1,3- 丙二醇	1781	1782	1782	1735	1824	1791	1.60

### 3.4 样品加标回收率

平行取 2 g 血清、尿液样品各 3 份，添加丙二醇标准品，使样品中丙二醇浓度为 10 mg/kg。另取 1 g 粉碎处理后的饲料样品 3 份，添加丙二醇标准品，使样品中丙二醇浓度为 1000 mg/kg，按照上述前处理步骤处理，取 1  $\mu$ L 进样，考察方法的回收率。样品加标回收结果及重复性见表 5。

表 5 3 种基质加标回收结果及重复性 (%)

组分名称	血清		尿样		饲料	
	平均回收率 (%)	RSD (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1,2- 丙二醇	107.6	4.95	101.1	3.90	94.2	4.59
1,3- 丙二醇	97.6	4.57	97.0	2.66	92.1	3.77

### 3.5 样品测定

分别取食用动物血清、尿液和鸡饲料样品，按照上述前处理步骤处理，并测定。测定结果如下表所示，其中有检出鸡饲料样品的色谱图见图 3。

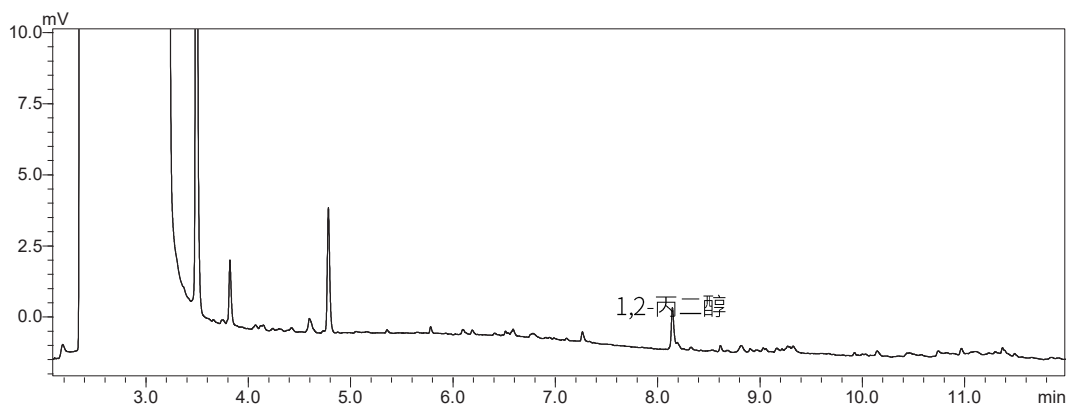


图 3 某品牌鸡饲料样品色谱图

表 6 样品测定结果 (mg/kg)

组分名称	血清样品	尿液样品	鸡饲料样品 1	鸡饲料样品 2
1,2- 丙二醇	N.D	N.D	166.2	N.D
1,3- 丙二醇	N.D	N.D	N.D	N.D

注：N.D 为未检出

### 3.6 气相色谱质谱分析

丙二醇组分在气相色谱质谱法中的总离子流图如图 4 所示。在实际样品的测定中，如果遇到根据保留时间很难定性时，可用 GCMS 进行确证，使用谱库检索辅助进行定性判断。

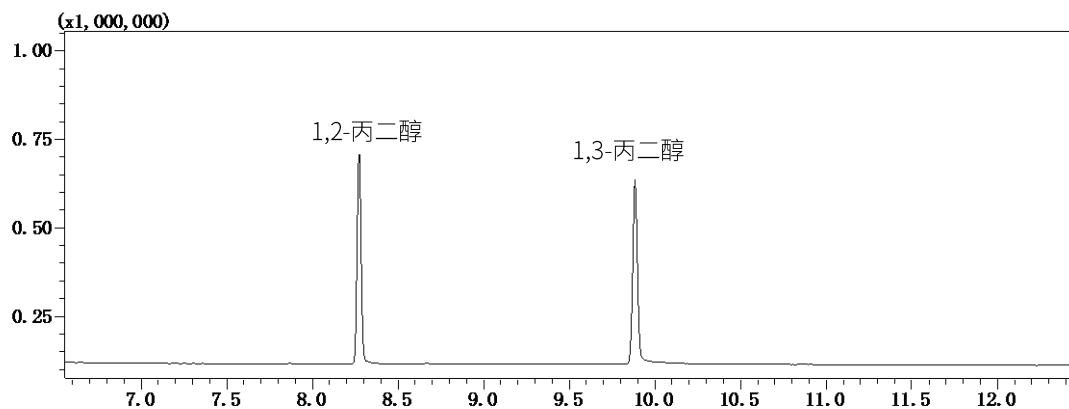


图 4 丙二醇标准品总离子流图 (100 mg/L)

## ■ 结论

本文建立了气相色谱法检测进出口食用动物、饲料中丙二醇含量的分析方法，在 1~100 mg/L 浓度范围内各组分校准曲线线性良好，线性相关系数均在 0.9994 以上。在分流（5:1）进样条件下，2 种丙二醇的方法检出限分别为 0.40、0.25 mg/L。取浓度为 1 mg/L 标准品溶液连续进样 6 针，峰面积 RSD 均小于 4.24%，精密度良好。对食用动物血清、尿液、饲料 3 种基质平行进行 3 次加标回收试验，平均回收率在 92.1 ~ 107.6% 之间。本方法简单方便，能够有效地检测进出口食用动物、饲料中丙二醇的含量。

岛津应用云

