



玉米赤霉烯酮及其代谢物玉米赤霉醇的GC/MS分析测定

No.GCMS-025

摘要：玉米赤霉烯酮是从有赤霉病的玉米中分离得到的,它在动物体内可以代谢成为玉米赤霉醇。玉米赤霉醇可以作为家畜增重的外源激素,但是它对人体造成很多副作用。因此许多国家对玉米赤霉醇的使用予以严格控制,有的国家甚至禁止使用。本文采用气相色谱质谱法(GC/MS)对玉米赤霉烯酮及其代谢物玉米赤霉醇进行分析,为各种样品中其残留量的分析测定提供基础依据。

玉米赤霉烯酮(zearalenone, ZEN)是一种生物毒素,具有雌激素作用,主要作用于生殖系统,可使家畜和家禽产生雌性激素亢进症。玉米赤霉烯酮可代谢为玉米赤霉醇(zeranol, ZER)及它的异构体(taleranol, TAL),结构式见图1。玉米赤霉醇是略带雌激素活性的合成激素,属于雷索酸内酯类非甾体同化激素,结构类似于从发霉的玉米黍中分离而得的玉米赤霉烯醇。玉米赤霉醇作为家畜增重的外源激素,效果良好,但是它对人体生殖系统的形成和血浆中的甲状腺素水平有影响,在动物尿液中的残留会引起人体性机能紊乱,在外部条件诱导下还可能致癌。家畜组织中玉米赤霉醇残留量一般为 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 水平,尽管极微量,但它对人体有潜在的危害,可引起中枢神经系统的中毒症状,如恶心、发冷、头痛、神智抑郁等。因此许多国家对玉米赤霉醇用作动物促蛋白合成激素予以严格控制,有的国家甚至禁止使用。家畜组织中玉米赤霉醇残留量的测定方法主要有薄层色谱法、酶联免疫法、气相色谱质谱法、高效液相色谱法等,其中气相色谱质谱法灵敏度和选择性均很好。本文建立了气相色谱质谱法进行玉米赤霉烯酮及其代谢物玉米赤霉醇分析的方法,为样品中其残留量的分析测定提供基础依据。

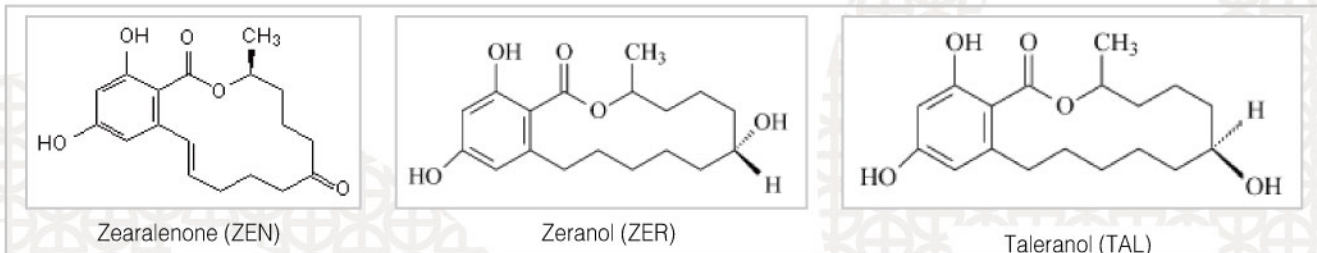


图1 玉米赤霉烯酮及玉米赤霉醇的结构式

关键词：GCMS 玉米赤霉烯酮 玉米赤霉醇

■ 衍生化处理

标准样品经过衍生化(硅烷化)处理后进行GC/MS分析。硅烷化作用是指将硅烷基引入到分子中,一般是取代活性氢。活性氢被硅烷基取代后降低了化合物的极性,减少了氢键的束缚。因此所形成的硅烷化衍生物更容易挥发。同时,由于含活性氢的反应位点数目减少,化合物的稳定性也得以加强。硅烷化化合物极性减弱,被测能力增强,热稳定性提高。

■ 仪器

GCMS-QP2010 Plus (EI)

分析条件

进样口：250℃

柱温：80℃ (0.5min) 8℃/min 280℃ (30min)

进样方式：不分流

载气：氦气

色谱柱：Rtx-5ms(30m × 0.25mm × 0.25 μm)

载气柱流量：0.8 mL/min

离子源：230℃

接口：280℃

进样量：1 μL

扫描方式 (SIM) : m/z

7.40–55.00 min: 449, 450, 451, 464, 335, 433, 523, 538

分离谱图

玉米赤霉烯酮及玉米赤霉醇的异构体较难实现分离，在进行了分离条件的优化后，最终所得分离谱图见图2。

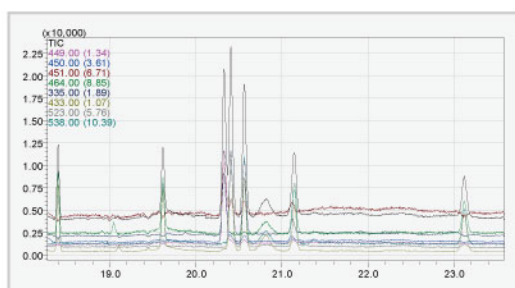


图2 玉米赤霉烯酮及其代谢物玉米赤霉醇的分离谱图

从谱图可以看出玉米赤霉烯酮及玉米赤霉醇可以实现很好的分离。保留时间介于20.2 min和20.8 min之间的三个峰分别是玉米赤霉烯酮及玉米赤霉醇的两个异构体。

结论

该方法可以实现玉米赤霉烯酮及其代谢物玉米赤霉醇的分离分析，在此基础上加以相应的样品前处理，即可进行各种样品中其残留量的分析测定。