

水产品中的雌激素残留量的检测

摘要

本方案参考《GB 31660.2-2019 食品安全国家标准 水产品中辛基酚、壬基酚、双酚 A、己烯雌酚、雌酮、17 α -乙炔雌二醇、17 β -雌二醇、雌三醇残留量的测定 气相色谱-质谱法》利用莱伯泰科 GPC1000 全自动凝胶净化系统进行净化，Flex-MVP 全自动真空平行浓缩仪进行浓缩，气质检测，建立了一种水产品中的雌激素残留量的检测的分析方法。

该方案可以实现自动化、高通量的净化和浓缩，有效避免和减少有机试剂对分析人员造成的健康危害，减少人员用量、减少人为误差。检测结果表明使用莱伯泰科的全自动凝胶净化系统净化、全自动真空浓缩仪浓缩，方法准确性好、精密度高、可以实现高通量自动化的检测。

关键词：

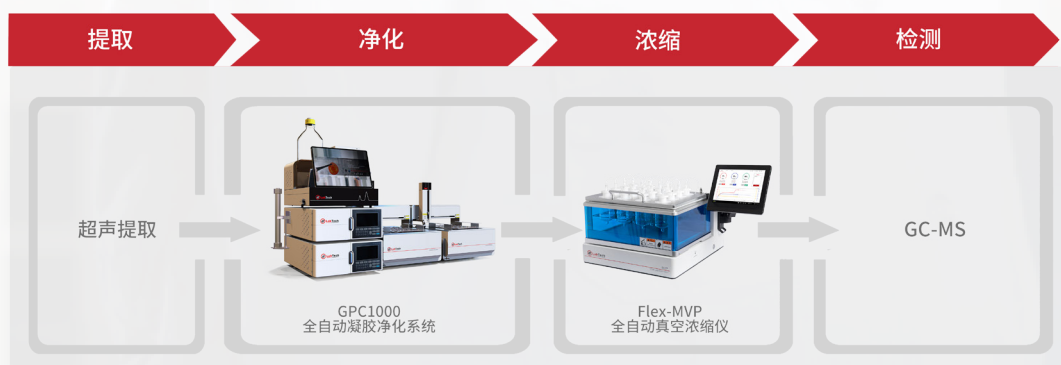
水产品；雌激素；凝胶净化；浓缩；GB 31660.2-2019

1. 仪器设备

GPC1000 全自动凝胶净化系统，莱伯泰科；

Flex-MVP 全自动真空平行浓缩仪，莱伯泰科；

7890B-5977B 气相色谱质谱联用仪，安捷伦。



2. 标准溶液配制

取混合标准工作溶液 50 μ L、100 μ L、200 μ L、500 μ L、1000 μ L 于 1.5mL 样品反应瓶中，40 $^{\circ}$ C 水浴中氮吹至干，按方法衍生，制成辛基酚、己烯雌酚浓度均为 5 μ g/L、10 μ g/L、25 μ g/L、50 μ g/L、100 μ g/L 的梯度系列，壬基酚、双酚 A 浓度均为 3 μ g/L、6 μ g/L、15 μ g/L、30 μ g/L、60 μ g/L 的梯度系列，雌酮、17 α -乙炔雌二醇、17 β -雌二醇、雌三醇浓度均为 10 μ g/L、20 μ g/L、50 μ g/L、100 μ g/L、200 μ g/L 的梯度系列。分别取 1 μ L 进样，以定量离子峰面积为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

3. 样品前处理

将水产品样品均质，称取 5.0 g（精确至 ±20mg）样品，于 50mL 离心管中，加入 100μL 标准工作液，使样品中雌激素的加标浓度为双酚 A20μg/kg、己烯雌酚 40μg/kg、雌酮、17α- 乙炔雌二醇、雌二醇、雌三醇 80μg/kg。加入 3mL 碳酸钠溶液，加入 20mL 乙酸乙酯，超声 15 min，5000rad/min 离心 4 min，取上清液，加入 10mL 乙酸乙酯复提，合并上清液后，40℃减压浓缩至近干，加入 8mL 乙酸乙酯环己烷复溶，混匀，待凝胶净化处理，同时做样品空白。

表 1 雌激素的 GPC 净化方法

检测波长 /nm	254	运行时间 /min	40
进样体积 /mL	8.0	进样针清洗 / 次	1
收集针清洗时间 /min	0	进样针清洗体积 /mL	3
收集模式	定时收集	收集时间 /min	7.0-18.0

按照表 1 所示的方法进行凝胶净化方法编辑，并加载方法到相应通道，进行样品的凝胶净化。收集洗脱液到收集瓶中，减压浓缩至近干待衍生。

衍生化在旋蒸瓶中加入 200μL 丙酮和 30μL 七氟丁酸酐，用锡箔纸封口，在 35℃水浴中衍生 1h，用正己烷定容至 1mL，待测。

4.GC-MS 仪器条件

色谱柱：HP-5MS 30m*0.25mm*0.25μm；

采集模式：选择离子扫描（sim）。

5. 结论

5.1 色谱图

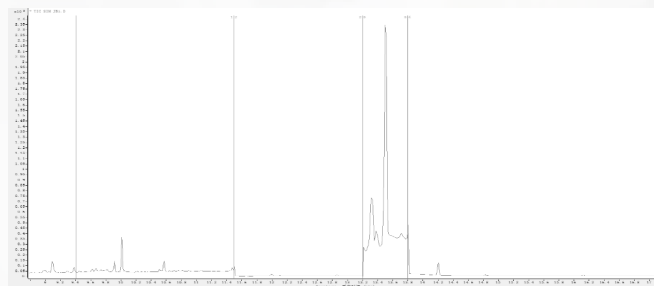


图 1 标准品色谱图

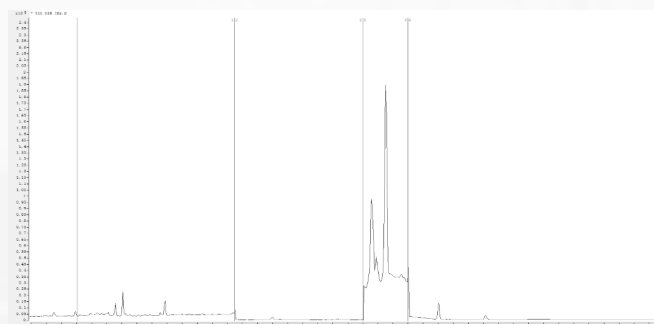


图 2 样品色谱图

5.2 准确性、精密度

通过莱伯泰科 GPC1000 全自动凝胶净化系统进行净化，Flex-MVP 全自动真空平行浓缩仪进行浓缩进行水产品中雌激素类物质的前处理，经 GC-MS 分析，样品的加标回收率为 75.0 ~102.7%，RSD 为 3.9~8.1%。

6. 方案特点

实验过程中使用莱伯泰科的全自动凝胶净化系统净化、全自动真空平行浓缩仪浓缩，方法准确性好、精密度高、可以实现高通量自动化的检测，提高实验效率及减少目标物损失，两款仪器使用方法简便、操作灵活，通过净化，有效降低了基质干扰，简化了实验步骤，提高了方法的检测灵敏度，分离效果良好，可满足日常的检测分析。

参考文献：GB 31660.2-2019 食品安全国家标准 水产品中辛基酚、壬基酚、双酚 A、己烯雌酚、雌酮、17 α - 乙炔雌二醇、17 β - 雌二醇、雌三醇残留量的测定 气相色谱 - 质谱法

售后服务热线

400-070-8778

北京莱伯泰科仪器股份有限公司
地址:北京顺义天竺空港工业区B区安庆大街6号
邮编: 101312
电话: 010-80486450, 1, 2, 3, 4
传真: 010-80486354
www.labtechgroup.com



莱伯泰科公众号