

# GC/MS 定量分析麸皮中多糖醇和植物甾醇

中川裕贵

## 本方法优势

- ◆ 通过扩大标曲范围，无须稀释高浓度样品，削减分析时间
- ◆ 根据 2002/657/EC，设定相对离子比例，自动进行阳性样本判定

## 前言

科学研究发现特定的饮食因素会导致一定疾病的产生，因此像麸皮、小麦、茶等功能性食品在现代饮食中很受欢迎。随着功能性食品市场的发展，现有功能性营养素的定量和新功能性营养素的鉴定已成为食品生产者和消费者最为关心的问题。国家农业和食品研究所与岛津株式会社对食物来源及营养组成进行了共同研究，开发出针对农产品或食品中功能性组分的简便、迅速、准确的分析方法。

本文测定 48 个麸皮样品中的 6 种多糖醇和 3 种植物甾醇，并利用 LabSolutions Insight 自动处理数据结果，Orange 多变量分析样本中其他关键物质。



## 样品前处理

前处理流程如图 1 所示。

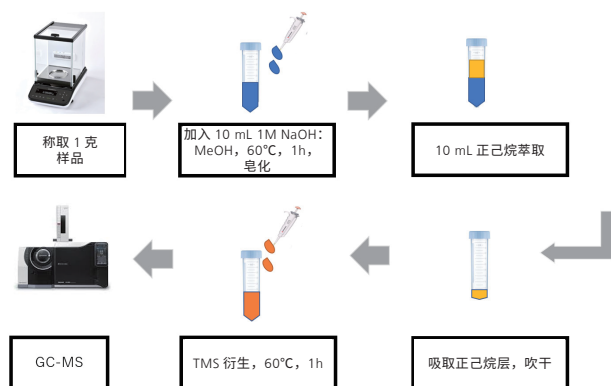


图 1 前处理流程

表 1 仪器配置

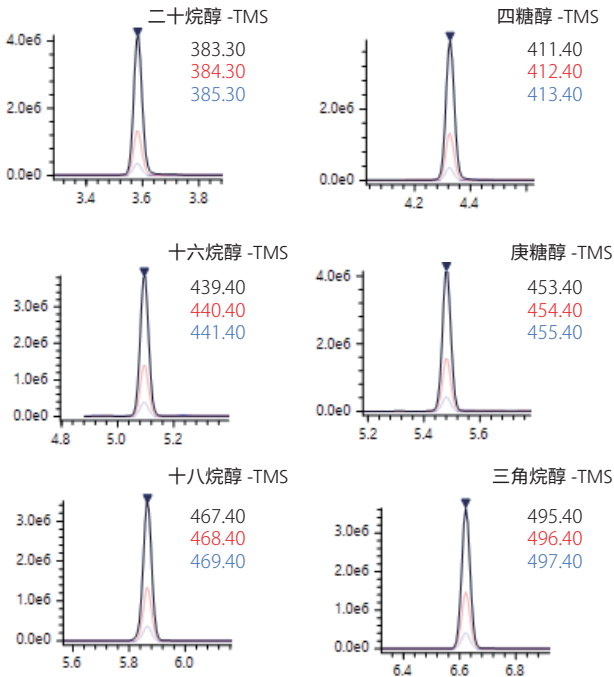
GC-MS	: GCMS-QP2020 NX
自动进样器	: AOC 20i Plus + AOC 20s
分析柱	: SH-Rxi™-5Sil MS (15 m × 0.25 mm I.D., df = 0.25 μm)
保护柱	: Rxi 保护柱 (5 m × 0.25 mm I.D.) P/N: 10029
玻璃衬管	: Topaz 3.5 mm ID P/N: 23336、Restek Corp.

表 2 分析条件

<b>GC</b>	
气化室温度	: 270 °C
进样方式	: 不分流 (高压进样 200 kPa、1.1 min)
进样时间	: 1 min
载气	: He
控制模式	: 线速度恒定 (77.3 cm/s)
柱温箱温度	: 200 °C (1 min) → (25 °C/min) → 250 °C → (15 °C/min) → 320 °C (1 min) 合计 8.67 min
吹扫气流量	: 3 mL/min
进样量	: 2 μL
<b>MS</b>	
离子源温度	: 230 °C
接口温度	: 270 °C
测定模式	: Scan/SIM 同时扫描 (FAAST)
Scan 质量范围 (m/z)	: 35-600 (Scan 速度 10000 amu/s)
SIM 监控离子 (m/z)	: 图 2

## 结果

### 多糖醇



### 植物甾醇

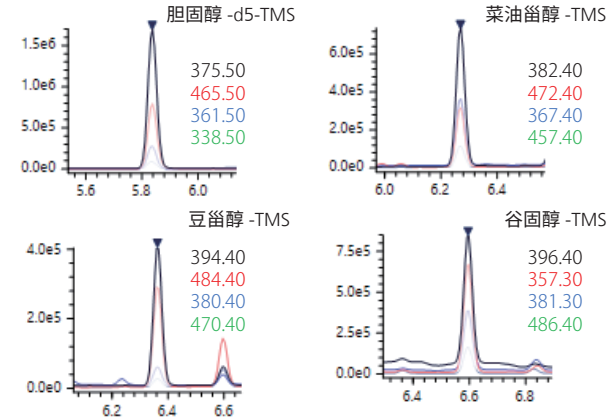


图2 色谱图 (0.1 µg/mL)

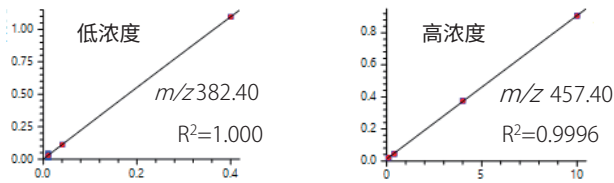
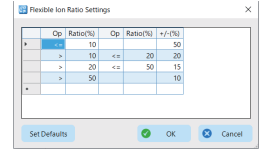


图3 菜油甾醇-TMS 的标准曲线 (低浓度和高浓度区域)

复杂基质成分进行简便的预处理后, 需要通过峰型、保留时间及离子比率确认是否含有该组分。根据欧盟 2002/657/EC, SANCO.12495 准则, 在 LabSolutions Insight 软件中设置离子比率及相对离子强度 (图 4) 即可简便解析数据。

2002/657/EC

相对丰度 (基准峰的百分比)	最大容差
> 50 %	± 10 %
20 % to 50 %	± 15 %
10 % to 20 %	± 20 %
≤ 10 %	± 50 %



四糖醇-TMS

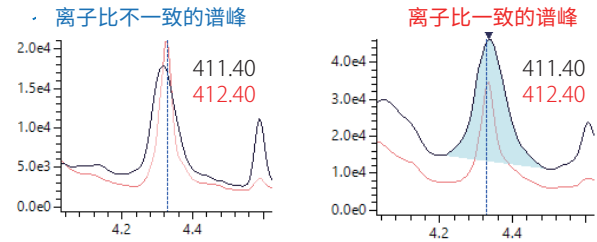


图4 使用 LabSolutions Insight 设定离子比

如表 3 所示, 加标回收结果良好。

表 3 回收率

化合物	SPK1	SPK2	SPK3	SPK4	SPK5	SPK6	平均值	RSD (%)
二十烷醇-TMS	103	100	108	112	111	104	107	4.9
四糖醇-TMS	104	99	111	117	114	101	108	7.2
十六烷醇-TMS	101	97	107	111	111	98	104	6.5
庚糖醇-TMS	94	86	90	86	88	57	83	13.5
十八烷醇-TMS	89	89	91	90	94	85	89	2.8
三角烷醇-TMS	89	92	75	74	77	76	81	7.8
豆甾醇-TMS	66	73	58	61	53	57	61	7.3

样品 1 的定量结果如表 4 所示。

表 4 样品 1 (单位 µg/g)

	二十烷醇	四糖醇	十六烷醇	庚糖醇	十八烷醇	三角烷醇
样品 1	0.069	0.036	0.037	0.042	0.018	0.020
样品 1	1.894	0.668	2.224			

## 结论

国家农业和食品研究所与岛津株式会社使用 GCMS-QP2020 NX 开发了多糖醇和植物甾醇的同时分析法 (2019 年 4 月-2022 年 3 月)。

通过此分析方法, 对 48 个样品进行了定量分析, 区分不同品种之间多糖醇和植物甾醇的差别。

在开展本试验时, 获得了国家农业和食品研究所的山本万里老师、十一浩典研究员、市来弥生研究员的大力帮助, 在此深表感谢。

岛津应用云



GCMS、GCMS-TQ、GCMS-QP、及 LabSolutions Insight 是岛津制作所株式会社在日本及其他国家的商标  
Rxi 及 Topaz 是 Restek Corporation 在美国及其他国家的商标。



岛津企业管理 (中国) 有限公司  
岛津 (香港) 有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439  
400-650-0439

免责声明:

※ 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;  
※ 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。  
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2020 年 12 月