

GCMS 法测定婴儿配方乳粉中 4 种植物甾醇的含量

GCMS-385

摘要： 本文使用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪建立了婴儿配方乳粉中 4 种植物甾醇的测定方法。样品经酯化萃取分离、氮吹浓缩后上机测试，分析结果表明：4 种甾醇在 1~200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内标准曲线均线性良好，线性相关系数大于 0.997。各组分的检出限为 0.07-0.157 mg/kg 。空白样品中以 6.25 和 100 mg/kg 加标，平均回收率在 95.7~113.5 % 之间。该方法灵敏度高，重复性好，可适用于婴儿配方乳粉中甾醇成分的测试。

关键词： 气质联用仪 婴儿配方乳粉 甾醇

植物甾醇是一种天然的植物活性物质，广泛存在于各种植物油、坚果和植物种子中，也存在于部分蔬菜水果中。植物甾醇的结构与胆固醇相似，均以环戊烷全氢菲为主架结构，不同甾醇的区别在于支链大小和双键数目不同。

植物甾醇对人体健康有很多益处，研究发现，植物固醇有降低血液胆固醇、防治前列腺肥大、抑制肿瘤和调节免疫等作用。国内外研究表明，植物甾醇在肠道内可以与胆固醇竞争，减少胆固醇吸收，有效地降低高脂血症患者血液中的低密度脂蛋白胆固醇含量，对高血脂患者有很好的降脂效果。国家卫生健康委员

会在 2010 年 3 号公告中，将植物甾醇等 7 种物品批准为“新资源食品”（使用范围不包括婴幼儿食品），食用量为 ≤ 2.4 克 / 天。

目前一些婴儿配方乳粉中会添加植物油，故存在一定量的植物甾醇，因此有必要研究婴儿配方乳粉中植物甾醇的含量分布情况。

本文利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了菜籽甾醇等 4 种甾醇的分析方法。该方法灵敏度高，重复性和选择性好，定量准确，适合于婴儿配方乳粉中甾醇成分的测试。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪

1.2 分析条件

色谱柱：Rxi-5 Sil MS

(30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm)

进样口温度：290 $^{\circ}\text{C}$

柱温程序：200 $^{\circ}\text{C}$ (2 min)_20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ _310 $^{\circ}\text{C}$ (9 min)

进样量：1 μL

离子化方式：EI

接口温度：290 $^{\circ}\text{C}$

恒线速度方式：38.7 cm/sec

进样方式：分流进样

分流比：10:1

离子源温度：250 $^{\circ}\text{C}$

检测器电压：调谐电压 +0.3 kV

采集方式：SIM，化合物信息见表 1

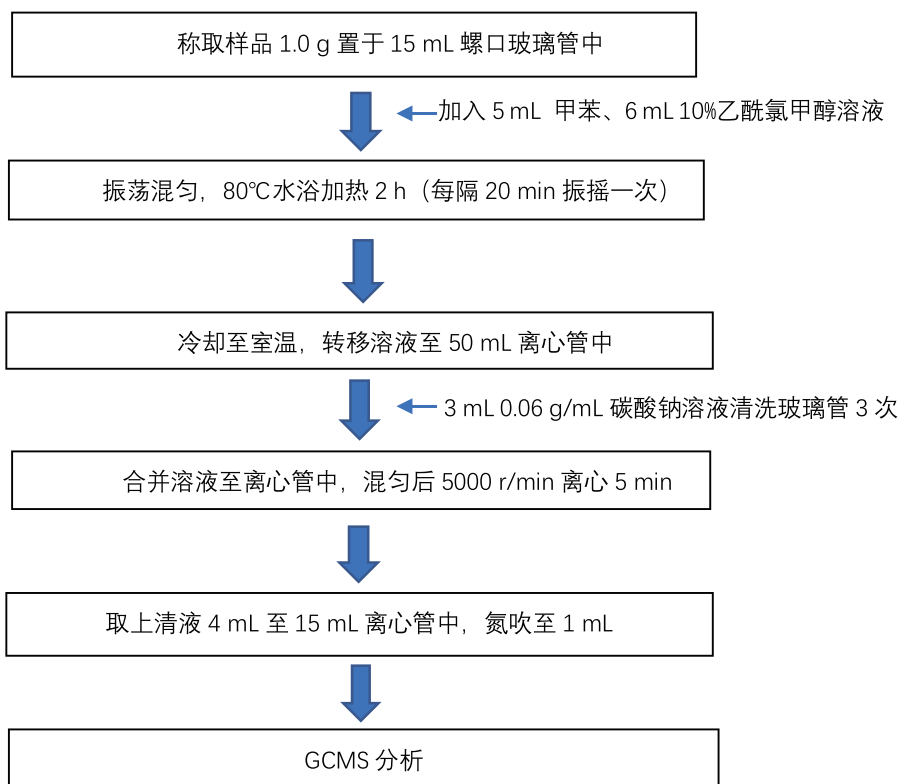


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

2.1 标准品图谱

4 种甾醇的 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准溶液色谱图如图 2 所示, 化合物相关信息见表 1, 化合物质量色谱图见图 3。

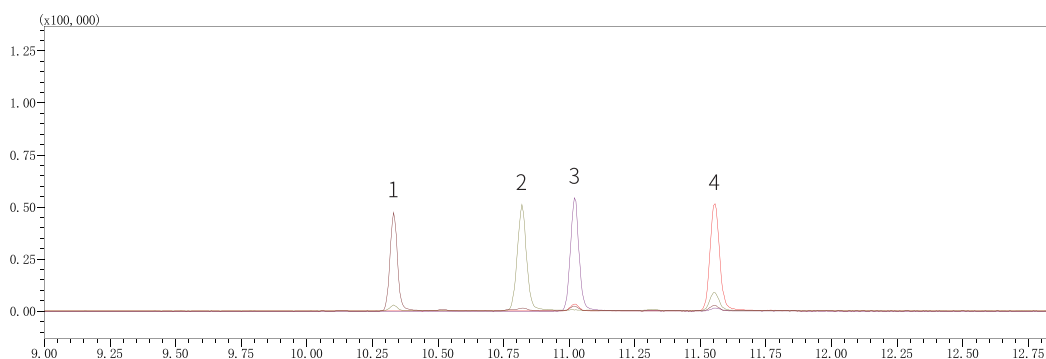


图 2 4 种甾醇 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 混合标准溶液色谱图

表 1 4 种甾醇信息

No.	化合物名称	CAS 号	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	菜籽甾醇	474-67-9	10.331	398	255	271
2	菜油甾醇	474-62-4	10.821	400	315	289
3	豆甾醇	83-48-7	11.021	412	255	300
4	β -谷甾醇	83-46-5	11.554	414	329	396

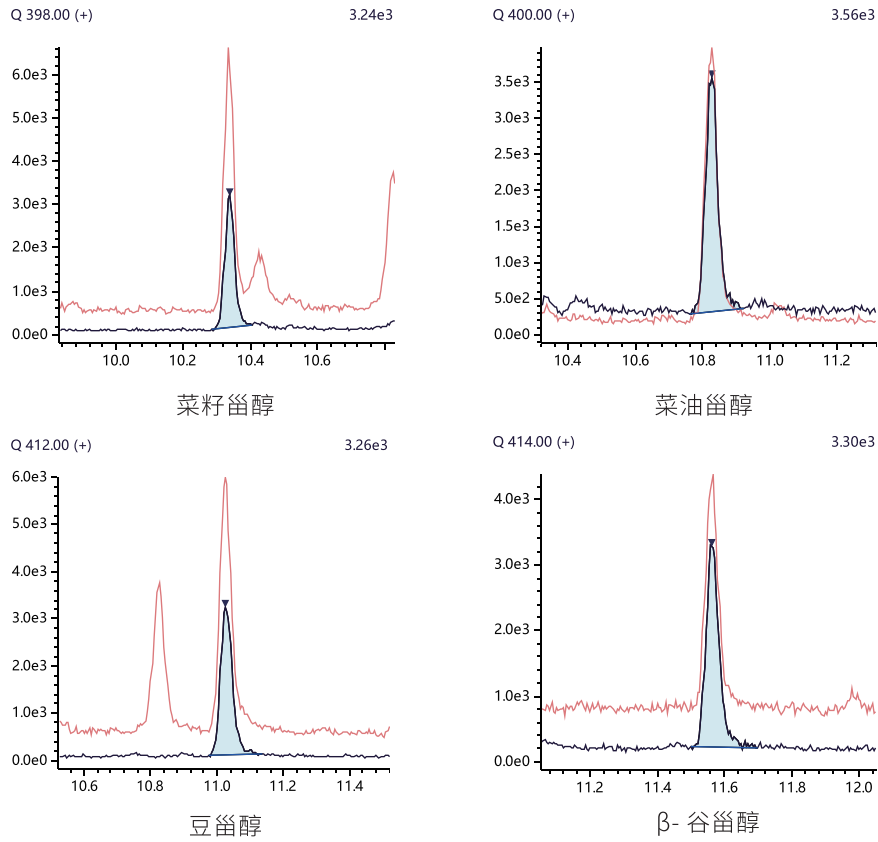
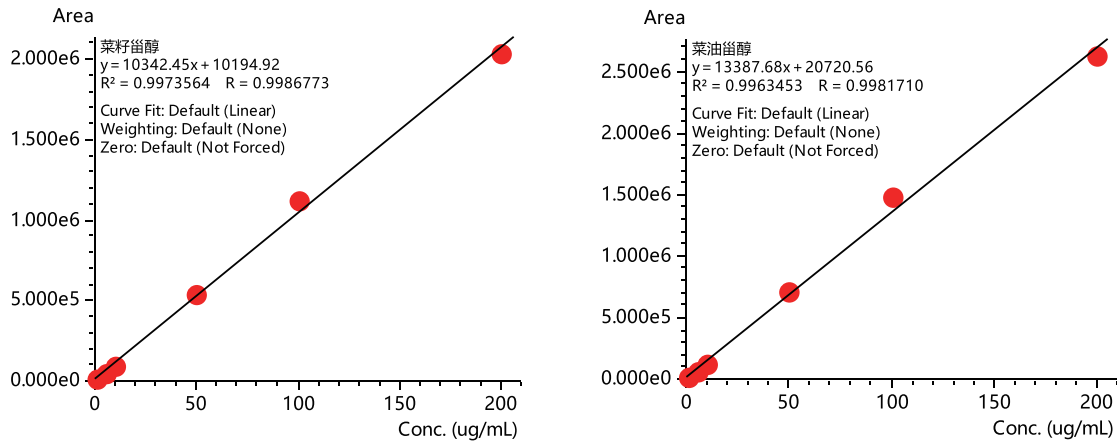


图3 4种甾醇标准品质量色谱图 (1 μg/mL)

2.2 标准曲线

使用正己烷配制浓度分别为 1、5、10、50、100、200 μg/mL 的 4 种甾醇混合标准工作溶液，按优化后的仪器条件进行分析。以各目标物的质量浓度为横坐标，峰面积为纵坐标绘制外标法标准曲线，各化合物标准曲线如图 4 所示。根据 1 μg/mL 标样数据，分别以 3 倍和 10 倍信噪比 (S/N) 计算各目标物的方法检出限和定量限，结果见表 2。



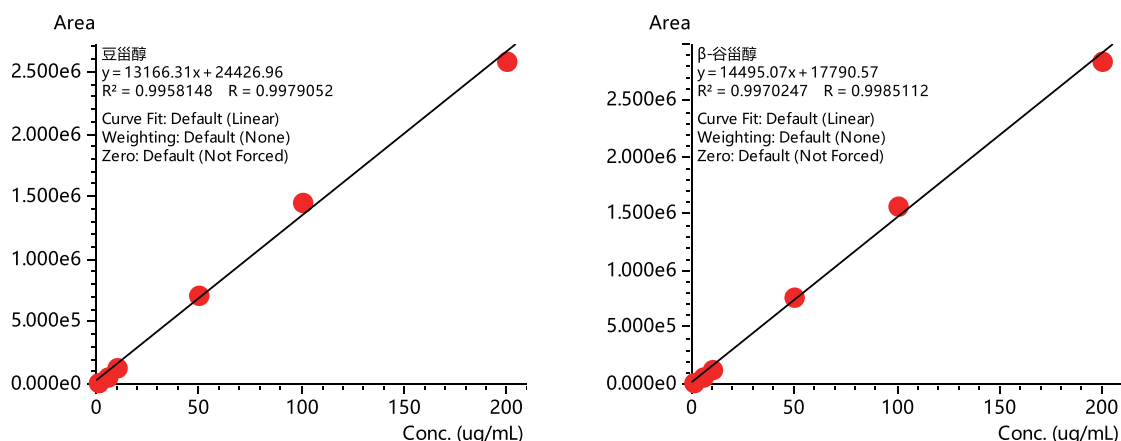


图 4 4 种甾醇标准曲线 (1-200 $\mu\text{g/mL}$)

表 2 4 种甾醇曲线相关系数、检出限与定量限

No.	目标物	相关系数 R	检出限 (mg/kg)	定量限 (mg/kg)
1	菜籽甾醇	0.9986	0.070	0.234
2	菜油甾醇	0.9981	0.157	0.523
3	豆甾醇	0.9979	0.071	0.236
4	β - 谷甾醇	0.9985	0.118	0.392

2.3 重复性测试

取浓度为 $1 \mu\text{g/mL}$ 的标准溶液，重复进样 6 次，考察仪器重复性，各组分峰面积及 RSD% 见表 3。

表 3 重复性测试结果

No.	组分名称	峰面积						RSD (%)
		1	2	3	4	5	6	
1	菜籽甾醇	6224	6727	6443	6415	6315	6793	3.50
2	菜油甾醇	8538	8440	8674	8600	8221	9068	3.28
3	豆甾醇	8329	8698	8465	8086	8052	8291	2.90
4	β - 谷甾醇	8838	8395	8801	8157	8272	8434	3.28

2.4 实际样品和加标回收率测试

取市售品牌的婴儿配方乳粉样品进行实验，得到该样品色谱图见图 5，样品中未检出 4 种目标组分。

在空白样品基质中加入校准溶液，加标浓度分别为 6.25 mg/kg 和 100 mg/kg ，每个浓度平行测试 3 份，按 1.3 所述前处理方式进行加标回收率试验，加标回收率结果如表 4 所示。

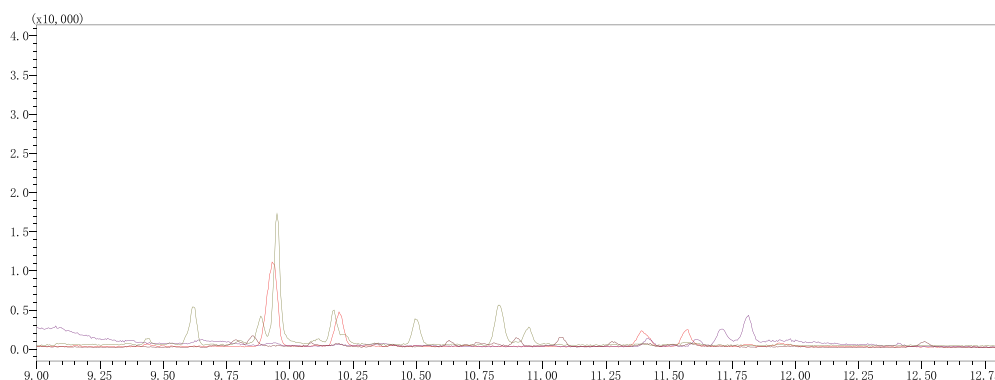


图 5 某品牌婴儿配方乳粉样品色谱图

表 4 样品加标回收率结果

No.	目标物	样品测试结果 (mg/kg)	加标浓度 6.25 mg/kg				加标浓度 100 mg/kg			
			1#	2#	3#	平均回收率 (%)	1#	2#	3#	平均回收率 (%)
1	菜籽甾醇	N.D.	6.97	6.43	7.07	109.2	113.25	115.34	111.48	113.4
2	菜油甾醇	N.D.	7.12	6.78	7.38	113.5	111.87	114.35	110.52	112.2
3	豆甾醇	N.D.	5.99	5.75	6.20	95.7	109.18	113.05	107.15	109.8
4	β -谷甾醇	N.D.	6.78	6.30	6.90	106.5	105.12	107.16	103.82	105.4

注：N.D. 表示未检出

■ 结论

本方法采用岛津 GCMS-QP2020 NX 建立了婴儿配方乳粉中 4 种甾醇的检测方法。该方法在 1~200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内标准曲线均线性良好，相关系数大于 0.997，各组分的检出限和定量限分别为 0.07-0.157 mg/kg 和 0.234-0.392 mg/kg。空白样品中以 6.25 和 100 mg/kg 浓度水平加标，平均回收率在 95.7~113.5 % 之间。该方法灵敏度高，重复性好，可适用于婴儿配方乳粉中甾醇成分的含量测定。

岛津应用云

