

# LC-MS/MS 法测定食用植物油中乙基麦芽酚

LCMSMS-462

**摘要：** 本文使用岛津三重四极杆液相色谱质谱联用仪（LCMS-8045）开发了食用植物油中乙基麦芽酚的检测方法。实验结果表明，0.5 ng/mL 乙基麦芽酚标准溶液的 S/N 为 41.91。2.5 ng/mL 标准溶液连续进样 6 次，峰面积相对标准偏差为 2.36%，仪器精密度良好。在 0.5-500 ng/mL 浓度范围内，方法线性良好，线性相关系数为 0.9992。曲线各标点准确度在 92.2-107.4% 之间。5、50 和 500  $\mu\text{g}/\text{kg}$  三个不同浓度加标回收率在 86.2-108.6% 之间，平行三份样品的相对标准偏差 (RSD%) 在 0.79-2.60% 之间。该方法简单、方便、准确，满足国家食品药品监督管理局 BJS 201708 公告的要求，适用于食用植物油中乙基麦芽酚的检测。

**关键词：** LC-MS/MS 食用植物油 乙基麦芽酚

从 2020 年 4 月至 2020 年 6 月，深圳市市场监督管理局，安徽省市场监督管理局，北京市市场监督管理局先后发布了香谷园、多力（臻宝）食用植物调和油中乙基麦芽酚抽检不合格的公告。乙基麦芽酚逐渐进入公众的视野。

乙基麦芽酚属于食品添加剂，是一种有芬芳香气的白色晶状粉末。它能使食品中原有香味得到调和、改良和提升，因此经常被作为香味改良剂。同时，乙基麦芽酚还具有延长食品储存期的功效。但是该物质过量食用对人肝脏有影响，引发骨骼和关节提前脆变

癌变等疾病，还可能导致头痛、恶心、呕吐、呼吸困难，甚至能够损伤肝、肾，对人体有较大的危害。植物油脂没有加香的必要，《食品安全国家标准食品添加剂使用标准》（GB 2760-2014）中明确规定，植物油脂不得添加食品用香料、香精，即乙基麦芽酚为不得检出。

目前乙基麦芽酚的检测方法主要有高效液相色谱法，气相色谱法等，这些方法耗时长，灵敏度低，抗假阳性能力差。本文采用岛津三重四极杆液质联用仪 LCMS-8045，建立了食用植物油中乙基麦芽酚的分析方法，供相关检测人员参考。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津超高效液相色谱仪 LC-30A 与三重四极杆质谱仪 LCMS-8045 联用系统。具体配置为 LC-30AD $\times$ 2 输液泵，DGU-20A5 在线脱气机，SIL-30AC 自动进样器，CTO-30A 柱温箱，CBM-20A 系统控制器，LCMS-8045 三重四极杆质谱仪，数据采集使用 LabSolutions Ver. 5.97，数据处理使用 LabSolutions Insight 3.6。

### 1.2 分析条件

液相条件

色谱柱：Shim-pack GIST C18 (100 mm  $\times$  2.1 mm I.D., 2  $\mu\text{m}$ , SGLC, P/N:227-30001-04)

流动相：A 相 -0.1% 甲酸水；B 相 -0.1% 甲酸甲醇

流速：0.3 mL/min

柱温：40 $^{\circ}\text{C}$

进样器温度：15 $^{\circ}\text{C}$

进样量：2  $\mu\text{L}$

洗脱方式：梯度洗脱，B 相初始浓度为 50%，洗脱程序见表 1。

表 1 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
1.00	Pumps	Pump B Conc.	50
3.00	Pumps	Pump B Conc.	95
4.00	Pumps	Pump B Conc.	95
4.10	Pumps	Pump B Conc.	50
7.00	Controller	Stop	

LCMS-8045 质谱条件:

离子源: ESI, 正离子模式

加热模块温度: 400 °C

雾化气: 氮气 3.0 L/min

接口温度: 300 °C

干燥气: 氮气 10.0 L/min

扫描模式: 多反应监测 (MRM)

加热气: 空气 10.0 L/min

MRM 参数: 见表 2

DL 管温度: 250 °C

表 2 MRM 参数

No.	名称	CAS	前体离子	产物离子	Q1 Pre Bias(V)	CE(V)	Q3 Pre Bias(V)
1	乙基麦芽酚	4940-11-8	141.1	125.9*	-16	-24	-22
				70.9	-16	-34	-26

\* 表示定量离子

### 1.3 准准品溶液制备

乙基麦芽酚标准储备液: 精密称取乙基麦芽酚标准品 100 mg, 用甲醇定容至 100 mL 容量瓶中, 制得 1 mg/mL 乙基麦芽酚标准储备液。

乙基麦芽酚标准系列工作溶液: 从上述储备液中移取适量, 用甲醇逐级稀释制成 0.05 µg/mL、0.25 µg/mL、1.25 µg/mL、2.5 µg/mL、5 µg/mL、25 µg/mL、50 µg/mL 的标准溶液。准确称取与试样基质相应的阴性食用植物油试样 10 g, 分别加入上述标准溶液 200 µL, 与试样同时进行前处理, 制成最终浓度为 0.5 ng/mL、2.5 ng/mL、12.5 ng/mL、25 ng/mL、50 ng/mL、250 ng/mL、500 ng/mL 标准系列工作溶液。

### 1.4 样品前处理

准确称取 10 g 试样至 50 mL 离心管中, 加入甲醇 10 mL, 涡旋混匀 2 分钟, 以 10000 转 / 分的速率离心 10 分钟, 将上清液移入 20 mL 具塞刻度试管中, 下层油液再用 10 mL 甲醇重复提取一次, 合并上清液, 用甲醇定容至 20 mL, 过 0.22 µm 滤膜过滤, 取滤液上机。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准品溶液色谱图

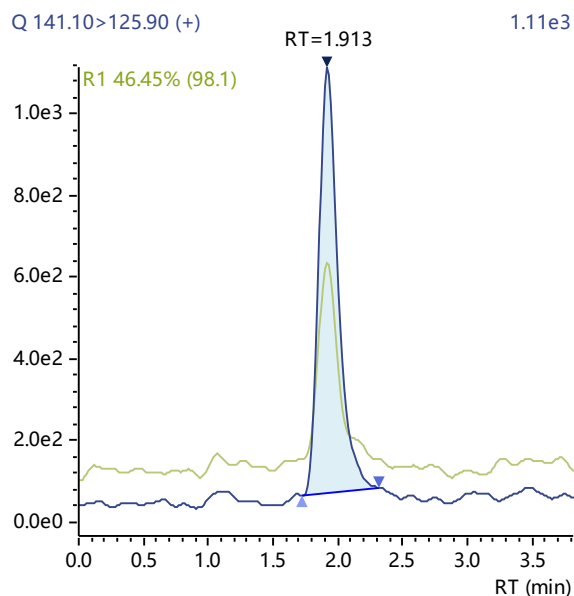


图 1 乙基麦芽酚标准品溶液 (0.5 ng/mL) MRM 色谱图

### 2.2 线性范围和灵敏度考察

将 1.3 中制备的 0.5、2.5、12.5、25、50、250、500 ng/mL 标准系列工作溶液，取 2  $\mu$ L 进样，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，使用外标法拟合工作曲线。标准曲线见图 2，相关系数  $R^2 = 0.9992$ 。各浓度点线性回归的准确度、信噪比、定量限如表 3 所示。曲线各标点准确度在 92.2-107.4%。0.5 ng/mL 标准溶液的 S/N 为 41.91。

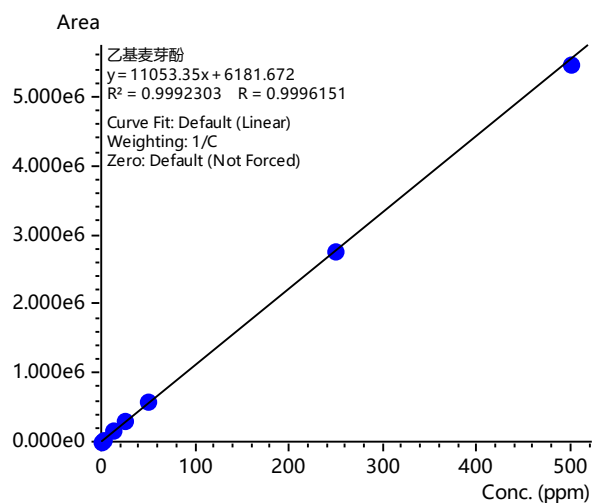


图 2 乙基麦芽酚工作曲线

表 3 乙基麦芽酚校准曲线准确度和定量限

Data#	数据文件名	保留时间	面积	浓度 (ng/mL)	标准浓度	精确度%	S/N	定量限
1	0.5.lcd	1.893	10,375	0.506	0.5	101.2	41.91	0.12
2	2.5.lcd	1.881	30,858	2.304	2.5	92.2	127.82	0.18
3	12.5.lcd	1.905	155,900	13.280	12.5	106.2	312.30	0.43
4	25.lcd	1.855	310,525	26.853	25	107.4	445.75	0.60
5	50.lcd	1.900	593,665	51.708	50	103.4	483.47	1.07
6	250.lcd	1.871	2,668,538	233.843	250	93.5	552.45	4.23
7	500.lcd	1.899	5,477,672	480.433	500	96.1	601.34	7.99

### 2.3 重复性考察

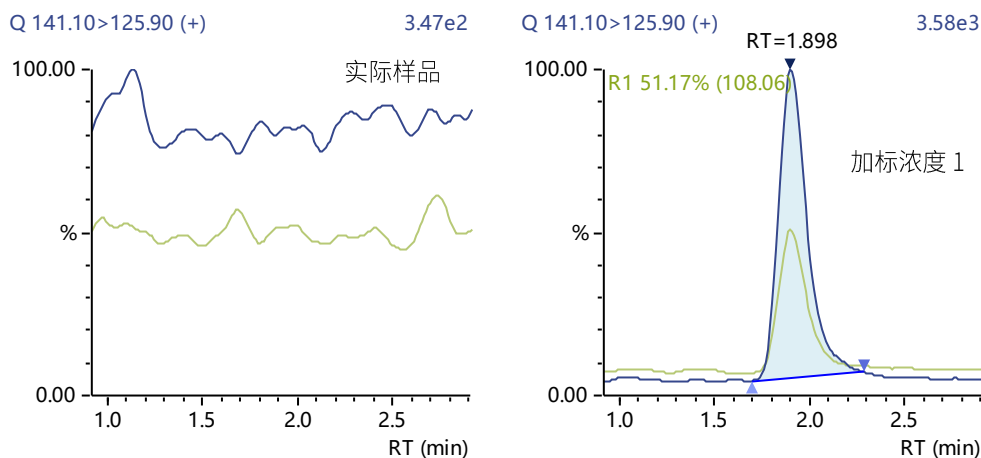
2.5 ng/mL 浓度对照品溶液，连续进样 6 次，考察保留时间和峰面积的重复性，结果如下表 3 所示。保留时间和峰面积的相对标准偏差 (RSD%) 分别为 0.66% 和 2.36%，方法精密度良好。

表 4 2.5 ng/mL 乙基麦芽酚标准溶液连续 6 针重复性结果

编号	峰面积	保留时间
1	28457	1.892
2	27223	1.861
3	26832	1.894
4	28475	1.873
5	27785	1.881
6	27772	1.881
平均值	27757	1.880
RSD%	2.36	0.66

### 2.4 加标回收率及重复性考察

按照 1.4 前处理方法，往食用植物油空白样品中加入低、中、高三浓度乙基麦芽酚标准溶液，进行三个浓度水平加标回收率考察。每个浓度平行制备三份样品，进行重复性考察。低、中、高三加标浓度分别为 5、50 和 500  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。未加标样品谱图和加标样品谱图见图 3。三水平加标回收率及重复性结果见表 5。



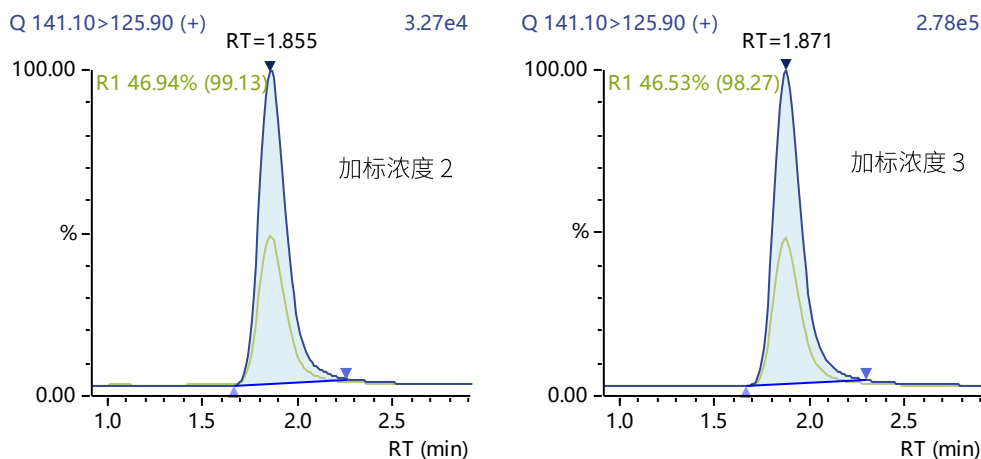


图3 实际样品谱图和加标回收样品谱图

表5 三浓度水平加标回收率及重复性计算结果 (n=3)

No.	5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 加标回收率 (%)	50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 加标回收率 (%)	500 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 加标回收率 (%)
1	91.4	107.8	89.0
2	94.6	106.9	87.8
3	96.2	108.6	86.2
平均值	94.1	107.8	87.7
CV%	2.60	0.79	1.58

## ■ 结论

本文利用岛津 LCMS-8045 三重四级杆液质联用仪定量测定了食用植物油中的乙基麦芽酚。实验结果表明，0.5 ng/mL 乙基麦芽酚标准溶液的 S/N 为 41.91。2.5 ng/mL 标准溶液连续进样 6 次，峰面积相对标准偏差为 2.36%，仪器精密度良好。在 0.5-500 ng/mL 浓度范围内，方法线性良好，线性相关系数为 0.9992。曲线各标点准确度在 92.2-107.4% 之间。5、50 和 500  $\mu\text{g}/\text{kg}$  三个不同浓度加标回收率在 86.2-108.6% 之间，平行三份样品的相对标准偏差 (RSD%) 在 0.79-2.60% 之间。该方法灵敏，准确，稳定性好，回收率高，抗假阳性能力强，适用于食用植物油中的乙基麦芽酚的检测。

岛津应用云

