

植物油中谷维素含量的测定

LC-168

摘要：本文建立了一种使用岛津 LC-20A 系统对植物油中的谷维素含量进行检测的方法。实验结果表明：在 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~ 40 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内线性良好，相关系数大于 0.9999。三个浓度下标样 6 次连续进样的保留时间和峰面积相对标准偏差分别在 0.01-0.04% 和 0.19-0.35% 之间，仪器精密度良好。仪器的最低检出限和定量限分别为 5 ng/mL 与 18 ng/mL ，方法灵敏度较高。同时对市售米糠油样品进行谷维素含量检测，检测结果令人满意。经验证，采用 LC-20A 系统检测谷维素简便、快速、准确。

关键词：植物油 谷维素

谷维素存在于米糠油中，系以三萜(烯)醇为主体的阿魏酸酯的混合物。通过大量的临床实践得知，谷维素具有以下作用：保护皮肤，降低血糖，抑制机体胆固醇的合成及降低血清胆固醇的含量，调节植物神经和改善胃肠功能等。随着生活水平的提高，人们越来越关注养生保健，而谷维素作为一种无毒无害的天然有机化合物会受到越来越多消费者的欢迎，故其在医药、食品及

化妆品领域仍具有较大的发展前景，尤其是作为功能性食品。为了获得高品质并富含谷维素的植物油，其制备和分析技术十分重要。

本文参照中华人民共和国粮食行业标准 LS/T 6121.2-2017《粮油检验植物油中谷维素含量的测定高效液相色谱法》建立了植物油中谷维素含量的检测方法。

实验部分

1.1 仪器和材料

本实验使用岛津高效液相色谱仪 LC-20A 系统。具体配置为：具体配置为 LC-20AT(输液泵)，DGU-20A_{3R}(在线脱气机)，SIL-20A(自动进样器)，CTO-20A(柱温箱)，SPD-20A(紫外检测器)，CBM-20ALite(系统控制器)和 LabSolutions Ver.5.87 SP1(色谱工作站)。

1.2 分析条件

液相色谱条件

色谱柱：InertSustain NH₂(4.6 mm I.D. x250 mm L., 5 μm)

流动相：无水乙醇

流速：0.8 mL/min

进样体积：10 μL

柱温：40 $^{\circ}\text{C}$

检测波长：326 nm

洗脱方式：等度洗脱

1.3 样品制备

1.3.1 谷维素标准储备溶液 (2000 $\mu\text{g}/\text{mL}$)：称取 0.1 g(精确至 0.0001 g) 谷维素标准品置于 50 mL 棕色容量瓶中，用异丙醇溶解并定容，摇匀备用。

1.3.2 谷维素标准工作溶液：取一定量谷维素标准储备液，用异丙醇定容，分别制得浓度为 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、4 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、8 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、12 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、16 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、40 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准工作液。

1.3.3 样品前处理方法：称取 0.3 g(精确至 0.0001 g) 油样置于 50 mL 棕色容量瓶中，先加入少量异丙醇溶解后再定容，摇匀备用。上机前，用 0.45 μm 滤膜将样品溶液过滤至进样瓶中。

实验结果

2.1 标准样品的色谱图

标准样品色谱图如图 1 所示。谷维素保留时间为 4.102 min。

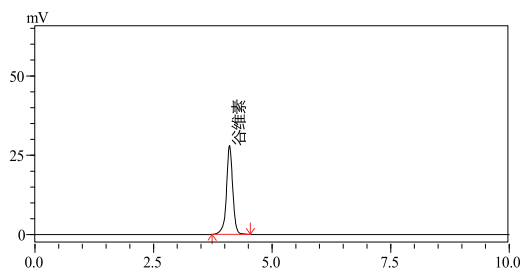


图1 谷维素标准样品色谱图 (8 µg/mL)

2.2 线性关系

将 8 个不同浓度的谷维素标准工作溶液，按 1.2 中的分析条件进行测定。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，外标法制作校准曲线，结果如图 2 所示。线性方程为 $Y = 32989.3X - 1004.38$ 、线性范围 1~40 µg/L，相关系数大于 0.9999，线性良好。

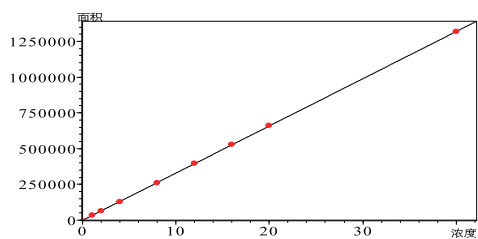


图2 谷维素的标准工作曲线

2.3 精密度实验

取 1 µg/mL、12 µg/mL、20 µg/mL 浓度标准溶液，平行进样 6 次，目标化合物的保留时间和峰面积的相对标准偏差分别在 0.01-0.04% 和 0.19-0.35% 之间，仪器精密度良好。

表1 保留时间和峰面积重复性结果(n=6)

浓度(µg/mL)	保留时间 RSD	峰面积 RSD
1	0.03%	0.35%
12	0.04%	0.21%
20	0.01%	0.19%

2.4 灵敏度实验

取浓度为 0.2 µg/mL 谷维素标准品进样，得到谱图如图 3 所示，分别按照 $s/n=3$ 及 $s/n=10$ 对应的浓度计算最低检出限及最低定量限的结果分别为 5 ng/mL 与 18 ng/mL。

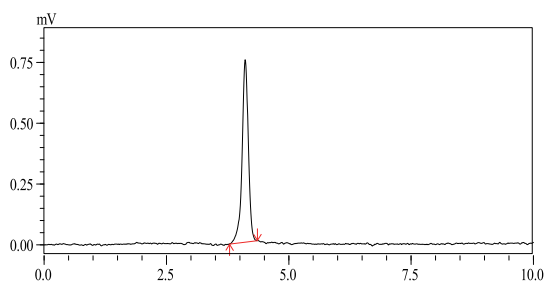


图3 谷维素标准样品色谱图 (0.2 µg/mL)

2.5 实际样品测定

按照 1.3 所述方法处理市售米糠油样品，得到谱图如图 3 所示，检测结果该米糠油中谷维素含量为 1.28 mg/g。

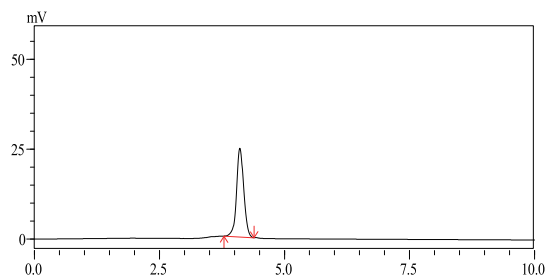


图4 市售米糠油样品的色谱图

■ 结论

本文建立了一种使用岛津 LC-20A 系统对植物油中的谷维素含量进行检测的方法。实验结果表明：该方法校准曲线线性、仪器保留时间及峰面积的重现性、灵敏度均良好。本方法适合作为植物油中谷维素含量的快速分析。

附录：

表2 谷维素化合物信息表

中文名称	英文名称	CAS No.
谷维素	Oryzanol	11042-64-1