

# SCIEX Triple Quad™ 3500系统对大米中甾醇类物质的定性与定量分析

## Identification and Quantitation of Sterols in rice by SCIEX Triple Quad™ 3500 system

李志刚, 孙小杰, 刘冰洁, 郭立海

Li ZhiGang, Sun Xiaojie, Liu Bingjie, Guo Lihai

SCIEX应用技术中心, 北京

**Keywords:** Sterols, Rice, Triple Quad™ 3500

### 前言

甾醇是天然甾族化合物中的一类物质, 按照来源可分为动物甾醇、植物甾醇和菌甾醇。植物甾醇是一种天然活性物质, 通常为无色、无味、不溶于水、易溶于有机物, 结构上与胆固醇相似。植物甾醇主要来源于植物类食物, 且大部分存在于油料种子中。食用植物油中含有多种甾醇, 甾醇含量相对较多的为稻米油、玉米油、葵花籽油、菜籽油, 主要甾醇种类为菜籽甾醇、菜油甾醇、豆甾醇、 $\beta$ -谷甾醇。植物甾醇应用范围很广, 添加到药品中具有降低血清总胆固醇、低密度脂蛋白胆固醇以及血清甘油三酯浓度的功效, 添加到化妆品中可提高乳化稳定性, 添加到饲料中可以提高禽畜的增重率。

液相色谱串联质谱法测定食品中甾醇具有前处理方法简单、检出限低的特点。可以高效、快速的完成检测工作。基于此, 我们开发了三重四极杆对九种甾醇的进行定性与定量分析方法。

### 试验方法

#### 1. 样品前处理

取1 g样品于250 mL圆底烧瓶中, 加入70 mL内标溶液, 称重, 充分混匀后放入回流冷凝器中, 加热并保持提取液微沸, 30 min后停止加热并冷却至室温, 用无水乙醇补足失重, 混匀, 吸取5 mL于8000 r/min下离心5 min, 取2 mL上清液过0.22  $\mu$ m尼龙滤膜, 待测。

#### 2. 液相条件

液相: SCIEX Exion LC系统

分析柱及流动相条件: Phenomenex Kinetex F5 (3.0 $\times$ 50 mm, 2.6  $\mu$ m), 流速0.5 mL/min, 流动相A: 水 (0.1%甲酸); B: 甲醇, 梯度见表1。

柱温: 40  $^{\circ}$ C

梯度洗脱条件:

**表1.** 流动相洗脱程序

时间	A %	B %
0	40	60
1	40	60
6	5	95
8	5	95
8.1	40	60
10	40	60

#### 3. 质谱条件

SCIEX Triple Quad™ 3500系统

离子源: APCI源

离子源参数:

NC电压: 3V

气帘气: 20 psi

雾化气GS1: 40 psi

源温度TEM: 500  $^{\circ}$ C

碰撞气CAD: 8

表2. 10种甾醇的质谱参数

化合物名称	英文名称	保留时间 RT,min	母离子	子离子	去簇电压 DP, V	碰撞能量 CE, v
麦角甾醇	Ergosterol	4.10	379.3	69	90	45
			379.3	125	90	20
菜籽甾醇	Brassicasterol	4.16	381.3	69	66	40
			381.3	147	66	30
盐藻甾醇	Fucosterol	4.24	395.4	81	52	50
			395.4	147	52	30
羊毛甾醇	Lanosterol	4.21	409.4	109	109	36
			409.4	149	109	38
胆甾烷醇	$\beta$ -Cholestanol	4.21	371.4	81.1	100	50
			371.4	109	100	37
豆甾醇	Stigmasterol	4.24	395.4	81	52	50
			395.4	147	52	30
菜油甾醇	Campesterol	4.24	383.4	161.1	100	36
			383.4	95.1	100	40
$\beta$ -谷甾醇	$\beta$ -Sitosterol	4.31	397.4	161	60	41
			397.4	135.1	60	37
豆甾烷醇	Stigmastanol	4.34	399.4	81.1	90	68
			399.4	149	90	32
6-胆甾烷醇	6-Ketocholestanol	4.17	385.3	367.3	100	40
			385.3	159.2	100	41

## 4. 实验结果

### 4.1 甾醇的典型色谱图 (见图1)

### 4.2 标准曲线及灵敏度结果 (见图2, 表3)

采用空白溶剂加标, 配置浓度在10-500  $\mu\text{g/L}$ 范围内的系列标准曲线, 全部9种化合物线性关系良好, 见图2。

将50  $\mu\text{g/L}$ 的标准品溶液逐级用无水乙醇稀释, 以信噪比S/N $\geq$ 10为定量限标准, 确定9种化合物的仪器灵敏度, 见表3。

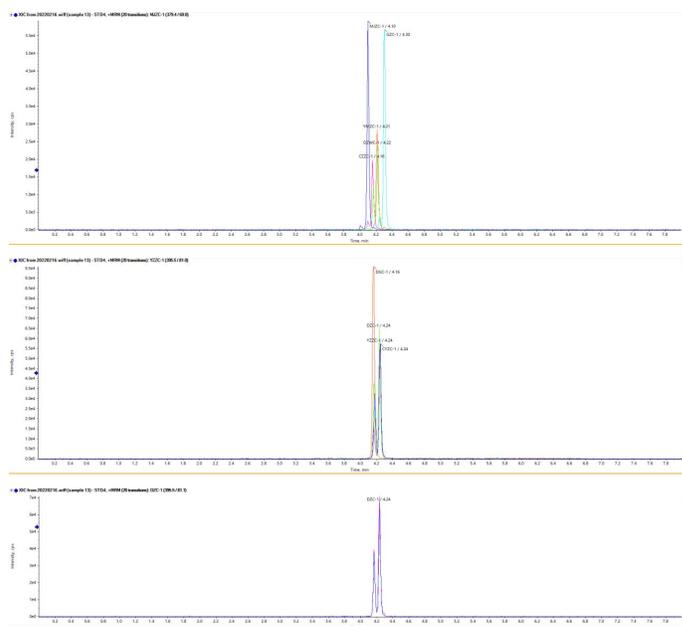


图1. 10种甾醇的典型色谱图

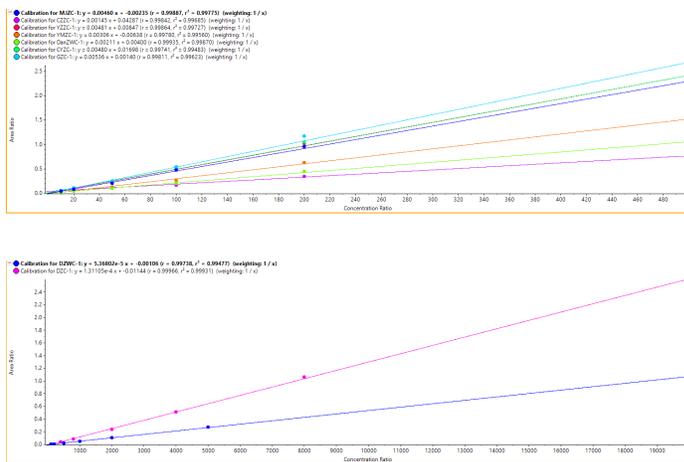


图2. 9种甾醇的线性关系曲线

表3. 9种甾醇的线性方程及定量限结果

化合物名称	线性方程	相关系数	线性范围 (µg/L)
麦角甾醇	$y = 0.0046x + 0.00235$	0.9989	10-500
菜籽甾醇	$y = 0.00145x + 0.04287$	0.9984	10-500
盐藻甾醇	$y = 0.00481x + 0.00847$	0.9986	10-500
羊毛甾醇	$y = 0.00306x + 0.00638$	0.9978	10-500
胆甾烷醇	$y = 0.00211x + 0.00400$	0.9994	10-500
菜油甾醇	$y = 0.00480x + 0.01698$	0.9974	10-500
谷甾醇	$y = 0.00536x + 0.00140$	0.9981	10-500
豆甾烷醇	$y = 5.36082e-5x - 0.00106$	0.9974	100-5000
豆甾醇	$y = 1.31105e-4x - 0.01144$	0.9997	400-20000

#### 4.3 重复性及回收率结果

针对本方法中涉及的9种化合物，在1、10、100 ng/L三个浓度下进行加标回收试验，大米的实际加标回收率在90.5-104.9%之间，满足方法学要求。同时进行三个浓度点的重复性试验，所有化合物的相对标准偏差RSD在0.50-1.61%之间，方法及仪器的稳定性良好。

#### 总结

建立了一种SCIEX Triple Quad™ 3500分析大米中9种甾醇的分析方法。该方法前处理操作简单，可有效地节约时间和人力成本，提高工作效率；方法的灵敏度高、重复性好、准确度高，经过多批次的实际样品测定，结果稳定可靠。

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在和美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2022 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-14551-ZH-A



#### SCIEX中国

北京分公司  
北京市朝阳区酒仙桥中路24号院  
1号楼5层  
电话: 010-5808-1388  
传真: 010-5808-1390  
全国咨询电话: 800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心  
上海市长宁区福泉北路518号  
1座502室  
电话: 021-2419-7200  
传真: 021-2419-7333  
官网: [sciex.com.cn](http://sciex.com.cn)

广州分公司  
广州市天河区珠江西路15号  
珠江城1907室  
电话: 020-8510-0200  
传真: 020-3876-0835  
官方微信: [SCIEX-China](https://www.sciex.com.cn)