

气相色谱质谱联用法测定地沟油中的胆固醇

摘要：本文采用气相色谱质谱联用法对油中的胆固醇进行测定。油样经皂化后，甾醇作为不皂化物被提取出来。回收率在 84%~112%之间，重复性良好。该方法操作简单，灵敏度高，适用性强。

关键词：气相色谱质谱联用法 地沟油 胆固醇

地沟油是质量、卫生极差的非食用油，最主要的特点就是油脂劣质，甚至有毒有害。反复使用的地沟油，还会发生受热分解，直接产生致癌物。一些不法之徒受利益驱动，将地沟油提炼后，冒充普通的植物油销售，给民众食品安全带来严重威胁。探索一种行之有效的检测方法将地沟油与正常食用植物油区分出来，可为地沟油的管理与监测提供有效的手段。

地沟油的原料主要来源于餐馆的餐厨垃圾，往往会有大量的动物性食品。因此，其中不可避免的混有动物脂肪。动植物组织中都含有甾醇，动物油脂的特征性甾醇是胆固醇，而植物油中一般不含或含有极少量的胆固醇。因此通过测定油中胆固醇的量，即可判定植物油中是否含有动物油脂，从而判断该油是否混有地沟油。

胆固醇的测定方法有气相色谱法(GC)、高效液相色谱法(HPLC)、超临界流体色谱法等。考虑到GC/MS灵敏度高，可有效排除样品基质对目标化合物的干扰，定性、定量更为准确，本文采用GC/MS法对油中的胆固醇进行测定。油样经皂化后，甾醇作为不皂化物被提取出来。回收率在84%~112%之间，重复性良好。该方法操作简单，灵敏度高，适用性强。

1. 实验部分

1.1 仪器

岛津气相色谱质谱联用仪GCMS-QP2010 Ultra

1.2 分析条件

色谱柱：Rtx-5Sil MS 30 m×0.25 mm×0.25 μm

柱温程序：275℃(12 min)_20℃/min_300℃(12min)

载气控制方式：恒线速度

恒线速度：48.5 cm/sec

进样口温度：300℃

进样方式：分流进样

分流比：20:1

进样量：1 μ L

离子化方式：EI

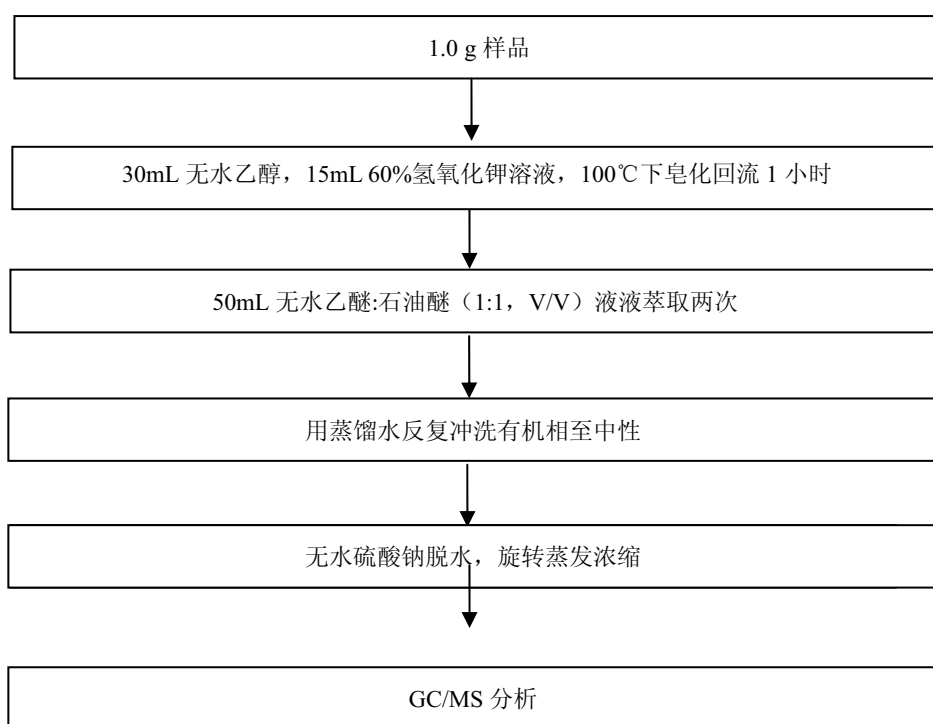
离子源温度：230 $^{\circ}$ C

色谱质谱接口温度：280 $^{\circ}$ C

溶剂延迟时间：3 min

采集方式：Scan

1.3 样品制备



2. 结果与讨论

2.1 胆固醇标准溶液色谱图

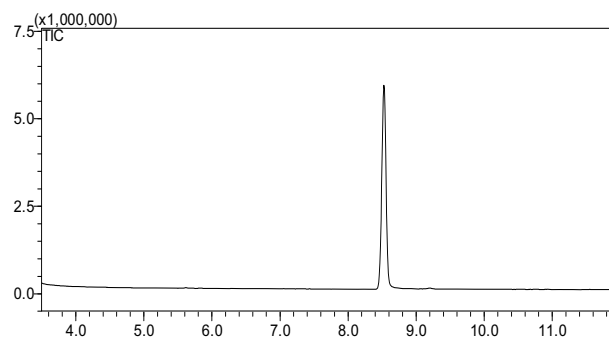


图1 胆固醇标准溶液 (100 μ g/mL) 的 TIC 色谱图

表 1 胆固醇的特征离子

| 化合物名称 | CAS No. | 目标离子 (m/z) | 参考离子 (m/z) |
|-------------------|---------|------------|------------|
| 胆固醇 (Cholesterol) | 57-88-5 | 301 | 386, 275 |

2.2 标准曲线

取胆固醇标准储备液，配制浓度为 1.0, 5.0, 10, 20, 50, 100 $\mu\text{g/mL}$ 的标准系列溶液。标准曲线如图 2 所示，相关系数 $R=0.99955$ 。以三倍信噪比计算胆固醇最低检出限为 0.42 $\mu\text{g/mL}$ 。

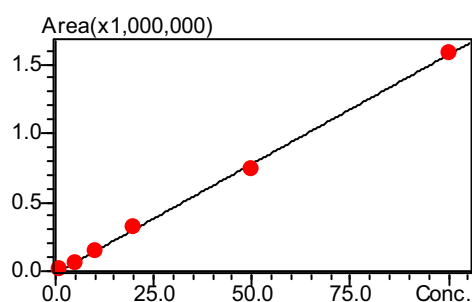


图 2 胆固醇的标准曲线图

2.3 重复性测试

100 $\mu\text{g/mL}$ 胆固醇标准溶液重复进样 5 针，结果见表 2，结果表明重复性良好。

表 2 胆固醇重复性结果

| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | RSD% |
|------|--------|--------|--------|--------|--------|-------|
| 面积 | 651732 | 652869 | 665268 | 657653 | 692979 | 2.559 |
| 保留时间 | 8.500 | 8.497 | 8.495 | 8.501 | 8.502 | 0.034 |

2.4 回收率测试

取植物油 1.0 g，分别加入 5.0 $\mu\text{g/mL}$ 及 50 $\mu\text{g/mL}$ 胆固醇标样，各平行处理 3 份，回收率如表 3 所示，回收率在 84% - 112%之间。

表 3 回收率结果(n=3)

| 加标量 ($\mu\text{g/mL}$) | 回收率 (%) | | | 平均值 (%) | RSD (%) |
|--------------------------|---------|--------|--------|---------|---------|
| | 1 | 2 | 3 | | |
| 5.0 | 84.62 | 94.32 | 100.49 | 93.11 | 8.54 |
| 50 | 98.22 | 106.25 | 111.04 | 105.17 | 6.16 |

2.5 样品分析

对某油样进行检测，测得胆固醇含量为 8.64 $\mu\text{g/mL}$ ，加入 100 $\mu\text{g/mL}$ 胆固醇，回收率为

89.92%。

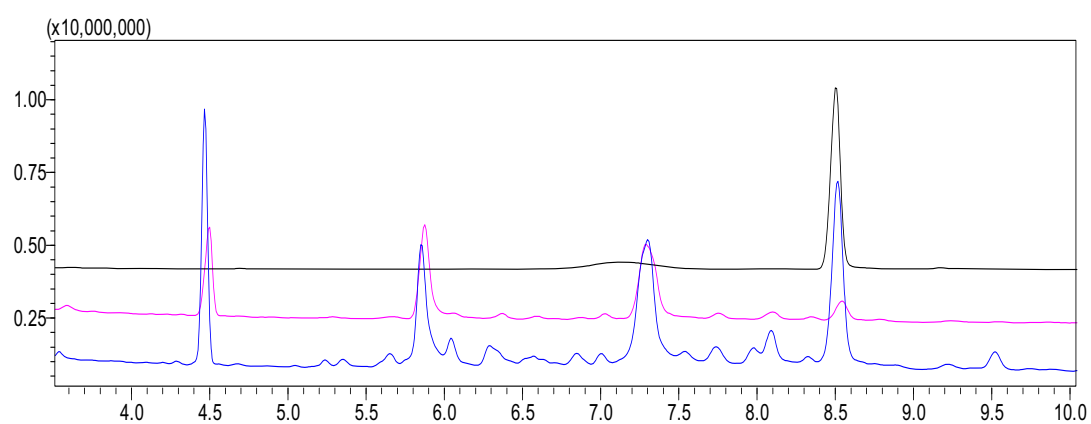


图 3 油样及油样加标 TIC 图。

黑色：胆固醇标样，红色：油样，蓝色：油样中加 100 $\mu\text{g/mL}$ 胆固醇标样。

3. 结论

将样品皂化处理后，利用岛津公司 GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱质谱联用仪对油中的胆固醇进行分析，方法操作简单，重复性好，定量准确，回收率在 84%~112%之间。