

气相色谱法测定食用菜籽油中植物甾醇的组成及含量

彭浩 陈文强 邓百万 (陕西理工学院陕西省资源生物重点实验室, 陕西汉中723001)

摘要 采用毛细管气相色谱法, 对不同品种、压榨工艺的3种食用菜籽油中植物甾醇的组成及含量进行了分析。结果表明, 3种食用菜籽油中均含有菜籽甾醇、菜油甾醇和 β -谷甾醇, 均未检测到豆甾醇; 其甾醇总含量以双低脱皮冷榨油最高, 脱皮冷榨油次之, 最低为普通成品油。同时, 在所有样品中测出的3种甾醇中均以 β -谷甾醇含量最高。

关键词 气相色谱法; 食用菜籽油; 植物甾醇; 组成; 含量

中图分类号 O657.7+1 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2006)19-4830-02

Analysis of the Plant Sterol Component and Content of Edible Rape Oil with Gas Chromatography

PENG Hao et al (Shaanxi Key Bio-resources Laboratory, Shaanxi University of Technology, Hanzhong, Shaanxi 723001)

Abstract The plant sterol component of three sorts of local edible rape oils as well as the squeezing craft was analyzed and the content was determined with capillary gas chromatography. The result indicated they all had Brassicasterol, Campesterol and β -sitosterol, however, and no stigmasterol was discovered. Furthermore, the sterols content was the biggest in double-low removed seed skin and coldy extracted oil; secondary in removed seed skin and coldy extracted oil and the minimum in the general refined oil. Of all the three species analyzed, the content of the β -sitosterol was maximum.

Key words Gas chromatography; Edible rape oil; Plant sterol

植物甾醇是一种三萜醇类化合物, 广泛存在于植物中, 尤其在植物油不皂化物和植物油精炼时脱臭馏出物中含量较高, 不同植物中所含植物甾醇组分和含量也各不相同^[1]。天然植物甾醇种类繁多, 但主要为菜籽甾醇、菜油甾醇、豆甾醇以及 β -谷甾醇4种。近年来, 经大量动物及人体实验, 发现植物甾醇对于降低血液胆固醇含量, 减轻心血管疾病的发生有显著意义, 是一种具有实际功效的保健食品成分^[2-3]。最近, 国际营养学会推荐的未来十大功能性营养成分中就包括植物甾醇^[4,5]。

食用菜籽油中含有丰富的植物甾醇, 故植物甾醇含量逐渐成为衡量食用菜籽油品质的重要指标之一。笔者对陕西汉中种植的不同品种的油菜籽和压榨工艺的食用油进行了分析, 旨在对菜籽种质的优选及食用油的生产工艺提供理论依据。

1 材料与方 法

1.1 材 料

1.1.1 普通压榨菜籽油(普通成品油)、脱皮冷榨油和双低脱皮冷榨菜籽油(陕西建兴农业科技有限公司提供)。

1.1.2 仪器与试剂。岛津GC-2010气相色谱仪, HD检测器, DB1弹性玻璃毛细管色谱柱(30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m), 水浴锅; 植物甾醇混合标样(MP Biomedicals公司, >99%)、正己烷(AR)、KOH(AR)、CH₃OH(AR)、去离子水。

1.2 方 法

1.2.1 色谱条件。进样口温度330 $^{\circ}$ C, 分流比30:1, 柱流量1.5 ml/min; 初始柱温200 $^{\circ}$ C(保留0.5 min), 后以10 $^{\circ}$ C/min升温至300 $^{\circ}$ C, 保留18 min; HD检测器330 $^{\circ}$ C; 进样量1 μ l。

1.2.2 工作曲线绘制。依据“1.2.1”的色谱条件依次向GC注入1 μ l浓度为50, 100, 150和200 ng/L的植物甾醇混合标准溶液, 得到植物甾醇GC色谱图(图1)。分别以菜籽甾醇、菜油甾醇、豆甾醇以及 β -谷甾醇物质的量浓度为横坐标, 各组分测得的峰面积为纵坐标, 分别得到以下线性回归方程:

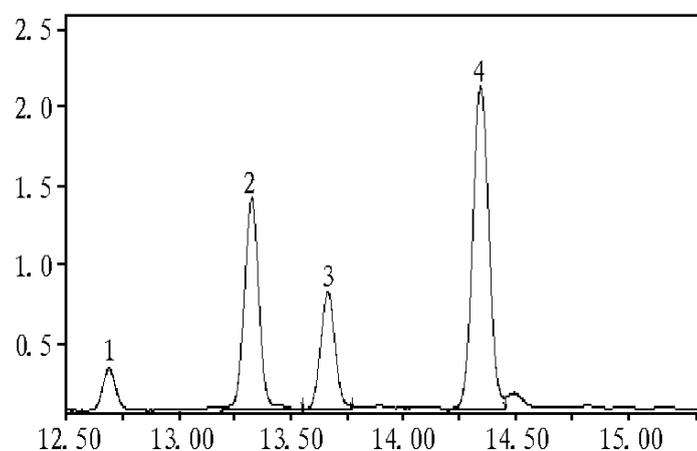
$$\text{菜籽甾醇: } y = 1.2365x - 0.0173 \quad R = 0.9982$$

$$\text{菜油甾醇: } y = 1.1766x + 0.0055 \quad R = 0.9993$$

$$\text{豆甾醇: } y = 1.7944x + 0.0083 \quad R = 0.9981$$

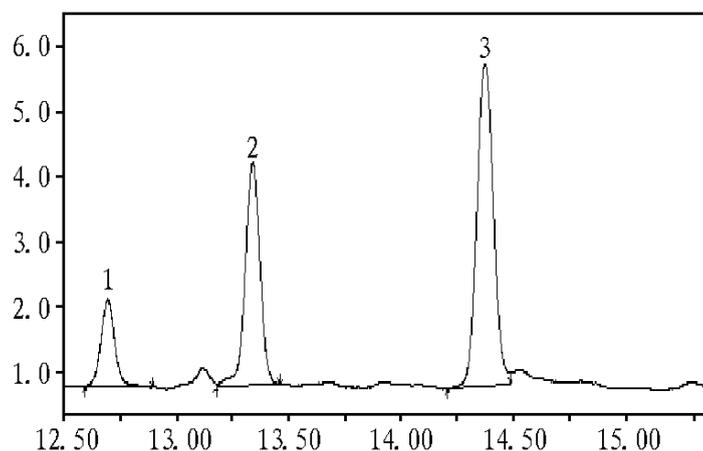
$$\beta\text{-谷甾醇: } y = 1.0013x + 0.0091 \quad R = 0.9979$$

1.2.3 样品分析。精确称量样品油100.0 ng置于10.0 ml磨口锥形瓶中, 加入1 ml 2.5 mol/L的氢氧化钾甲醇溶液加盖密封, 剧烈振摇30 s, 在85 $^{\circ}$ C的水浴环境下皂化1 h, 期间每隔10 min振摇1次, 冷却至室温后打开瓶塞, 加1.0 ml去离子水和5.0 ml正己烷, 密封后剧烈振摇3 min, 静置, 将上层溶液移至样品瓶中, 水层用正己烷重复萃取3次, 每次5.0 ml。合并正己烷层, 水浴挥干后用正己烷定容至5.0 ml, 待GC测定(图2)。



注: 1. 菜籽甾醇 2. 菜油甾醇 3. 豆甾醇 4. β -谷甾醇。

图1 植物甾醇混合标样色谱



注: 1. 菜籽甾醇 2. 菜油甾醇 3. β -谷甾醇。

图2 双低脱皮冷榨油

作者简介 彭浩(1979-), 男, 陕西安康人, 助理实验师, 从事食品与微生物学的教学、科研及分析检测工作。

收稿日期 2006-06-13

1.2.4 精密度测定。采用“1.2.3”步骤分别对相同质量(0.1g)普通压榨菜籽油、脱皮冷榨油和双低脱皮冷榨菜籽油甾醇含量进行测定并计算标准偏差(RSD)。

1.2.5 回收率测定。利用加标回收法测定回收率,回收率为96.87%~103.12%(表略),说明利用此方法测定植物甾醇含量所得数据准确性较高。

2 结果与分析

2.1 3种食用菜籽油的甾醇总含量及各种甾醇含量 由表1可见,菜籽甾醇、菜油甾醇和-谷甾醇在普通成品油、脱皮冷榨油及双低脱皮冷榨油中的含量都是递增的,各种植物甾醇的含量均在双低脱皮冷榨油中的含量最高,且在以上3种食用菜籽油中都以-谷甾醇的含量为最高。

表1 3种食用菜籽油的甾醇总含量及各种甾醇含量 %

| 序号 样品 | 甾醇总含量 | 菜籽甾醇 | 菜油甾醇 | -谷甾醇 |
|------------|-------|-------|-------|-------|
| 01 普通成品油 | 0.433 | 0.067 | 0.137 | 0.229 |
| 02 脱皮冷榨油 | 0.538 | 0.093 | 0.178 | 0.267 |
| 03 双低脱皮冷榨油 | 0.576 | 0.096 | 0.192 | 0.288 |

注:3种食用菜籽油均不含豆甾醇。

2.2 3种食用菜籽油植物甾醇含量及标准偏差 根据“1.2.4”精密度测定,得到3组各4个平行样甾醇含量和标准偏差。普通压榨菜籽油中植物甾醇总含量分别为0.431%、0.433%、0.436%、0.428%,RSD值为0.778%;脱皮冷榨油中植物甾醇总含量分别为0.542%、0.538%、0.535%、0.534%,RSD值为0.647%;双低脱皮冷榨菜籽油中植物甾醇总含量分别为0.571%、0.576%、0.569%、0.579%,RSD值为0.641%。从3种食用菜籽油植物甾醇含量及标准偏差分析,本实验具有变异系数小,重现性高的特点。

2.3 3种食用菜籽油的甾醇组分及含量比照 实验数据显示,3种食用菜籽油中均含有菜籽甾醇、菜油甾醇和-谷甾醇,且所有样品中测出的3种甾醇中均以-谷甾醇含量最高。它们在每种菜籽油中的含量大小依次为-谷甾醇>菜油甾醇>菜籽甾醇,3种菜籽油中均未检测到豆甾醇,说明菜籽油中主要含有菜籽甾醇、菜油甾醇和-谷甾醇,不含豆甾醇,这与高瑜莹等对植物甾醇的分析^[6]相一致。其甾醇总含量以双低脱皮冷榨油最高,脱皮冷榨油次之,最低为普通成品油。

3 小结

采用带FID检测器、弹性毛细管色谱柱的气相色谱仪测定食用菜籽油中的植物甾醇含量,能使各组分得到很好分离,尤其是极性极为相近的菜油甾醇和豆甾醇能得到彻底分离,而其他方法往往很难将它们较好分离。此法亦可分析其他植物油中的甾醇含量,方便快捷,重现性良好。

根据检测结果,无论是植物甾醇总含量还是各甾醇的含量都以双低品种菜籽的双低脱皮冷榨油中最高,说明双低菜籽采用脱皮冷榨工艺可以提高植物甾醇的含量。此研究对菜籽种质资源的优选和食用油的生产工艺有一定指导意义。

参考文献

- [1] 谢阶平. 中国油脂工业的现状和“九五”设想[J]. 中国油脂,1996, 21(2): 6-7.
- [2] LEES A M, MOKR HY, LEERS, et al. Plant sterols as cholesterol-lowering agents[J]. Atherosclerosis, 1997, 28(2): 325-328.
- [3] BEISL F. Functional food science[J]. The Internal Life Sci Institute, 2002, 23(3): 113-116.
- [4] 贾代汉, 周岩民, 王恬. 植物甾醇对肉鸡生产性能的影响[J]. 畜牧与兽医, 2005, 37(7): 22-24.
- [5] 文镜, 樊蓉. 植物甾醇和植物甾醇降胆固醇的功效和安全性[J]. 食品科学, 2005, 26(8): 437-442.
- [6] 高瑜莹, 裘爱泳, 潘秋琴, 等. 植物甾醇的分析方法[J]. 中国油脂, 2001, 26(1): 25-28.