

# 气相色谱法测定油脂中棕榈酸单甘油酯与油酸单甘油酯含量

刘传华 刘师莲 王晓明 秦延疆 陈运久\*

(山东医科大学分子生物学实验室 济南 250012) (山东医科大学附属医院 济南 250012)

**提 要** 建立了一种利用气相色谱法测定油脂中棕榈酸单甘油酯与油酸单甘油酯含量的方法。样品中加入六甲基二硅氮烷,于 95℃ 水浴中完成硅烷化反应。样品的平均加标回收率分别为 96.30% 与 97.82%, RSD 分别为 1.8% 与 2.1%。最低检出限分别为 0.01 μg/g 与 0.1 μg/g。

**关键词** 气相色谱法, 棕榈酸单甘油酯, 油酸单甘油酯

**分类号** O658/TS2

## 1 前言

甘油脂肪酸酯(通常称单甘油酯)常被用作各种食品加工的乳化剂<sup>[1]</sup>。本文对酶法生产的单甘油酯中的棕榈酸单甘油酯与油酸单甘油酯进行 GC 分析,分析方法简便、快速、准确,获得了较理想的效果。

## 2 实验部分

### 2.1 仪器与试剂

仪器:日本岛津 GC-15A 气相色谱仪,配 C-R4A 型微处理机。试剂:乙醚、1,1,1,3,3,3-六甲基二硅氮烷、吡啶均为分析纯。棕榈酸单甘油酯与油酸单甘油酯标准品均为美国 Sigma 公司产品。样品由山东省商业科技研究所提供。

### 2.2 色谱条件

2% OV-17(2m × 3mm i.d.)玻璃填充柱,担体 Chromosorb W AW-DMCS。柱温 250℃,汽化室及检测器(FID)温度 290℃。载气(高纯氮) 35mL/min,氢气 50mL/min,空气 500mL/min。量程 100,进样 1 μL。

### 2.3 样品处理

根据样品内被测物组分的质量浓度精确称取适量,用乙醚溶解定容,使棕榈酸单甘油酯与油酸单甘油酯的质量浓度在 0.1g/L 与 1.5g/L 之间。取 1~3mL 样品乙醚溶液,氮气吹干(无乙醚气味),加入 1.7mL 吡啶及 0.3mL 六甲基二硅氮烷,置于 95℃ 水浴中 10min。取出冷却,待 GC 分析。

### 2.4 标准溶液的配制

分别准确称取棕榈酸单甘油酯与油酸单甘油酯各 25mg,分别装入 25mL 容量瓶中,加乙醚溶解并稀释至刻度(溶液的质量浓度均为 1g/L)。

### 2.5 标准系列溶液的配制

**2.5.1 棕榈酸单甘油酯系列溶液的配制** 分别精确称取上述棕榈酸单甘油酯乙醚液 0.2, 0.4, 0.8,

1.2 与 1.6mL,分别置于 10mL 具塞试管中,氮气吹干(无乙醚气味),其余步骤同“2.3 节”。

**2.5.2 油酸单甘油酯系列溶液的配制** 分别精确称取上述油酸单甘油酯的乙醚液 1, 1.5, 2, 2.5 与 3mL,分别置于 10mL 具塞试管中,氮气吹干(无乙醚气味),其余步骤同“2.3 节”。

## 3 结果与讨论

### 3.1 线性范围与检测限的测定

分别取上述标准系列溶液 1 μL 进行 GC 分析,以棕榈酸单甘油酯的不同浓度(0.1, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8g/L)为纵坐标、不同峰面积(X)为横坐标进行线性回归,结果得回归方程  $Y = 0.0000129958X + 0.0132692$ , 相关系数  $r = 0.9947$ , 线性范围在 0.1~0.8g/L 之间,最低检测限 0.01 μg/g。以油酸单甘油酯的不同浓度(0.5, 0.75, 1, 1.25, 1.5g/L)为纵坐标、不同峰面积(X)为横坐标进行线性回归,得回归方程  $Y = 0.00001674619X - 0.0459785$ , 相关系数  $r = 0.9887$ , 线性范围为 0.5~1.5g/L, 最低检测限 0.1 μg/g。样品与标准品色谱图见图 1。

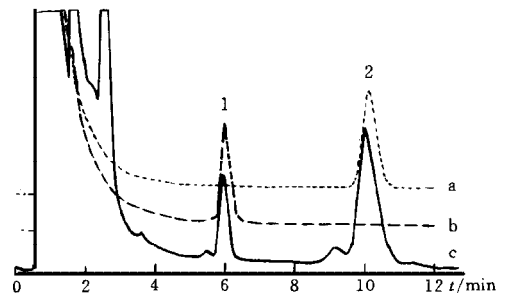


图 1 气相色谱图

Fig. 1 Gas chromatograms

a. 油酸单甘油酯, b. 棕榈酸单甘油酯, c. 样品。1. 棕榈酸单甘油酯, 2. 油酸单甘油酯。a. monoolein, b. monopalmitin, c. sample. 1. monopalmitin, 2. monoolein.

### 3.2 样品加标回收率测定

取每种样品液(棕榈酸单甘油酯 0.383 4g/L, 油酸单甘油酯 0.510 6g/L) 0.5mL 各 3 份, 分别加标准液棕榈酸单甘油酯(1g/L) 0.2mL 及油酸单甘油酯(1g/L) 0.2mL, 置于 10mL 具塞磨口试管中, 作为加标样品液, 组分为  $C_2$ 。再取每种样品液

各 0.5mL 置于 10mL 具塞磨口试管中作为被测样品, 组分为  $C_1$ 。再取两种标准液各 0.2mL, 置于 10mL 具塞磨口试管中作为标准样品液, 组分为  $C$ 。以上样品按“样品处理”项自“氮气吹干... ..”起依次操作。分析结果按回收率(%) =  $(C_2 - C_1)/C \times 100$  计算, 测试结果见表 1。

表 1 棕榈酸单甘油酯与油酸单甘油酯回收率测定

Table 1 Recovery of monopalmitin and monoolein

样品 Sample	样品含量 Content (mg)	添加量 Added (mg)	测定量 Found (mg)	回收率 Recovery (%)	平均值 Average (%)	CV (%)
棕榈酸单甘油酯 Monopalmitin	0.1917	0.20	0.3845	96.40	96.30	1.8
	0.1917	0.20	0.3885	98.40		
	0.1917	0.20	0.3799	94.10		
油酸单甘油酯 Monoolein	0.2553	0.20	0.4462	95.45	97.82	2.1
	0.2553	0.20	0.4507	97.70		
	0.2553	0.20	0.4559	100.30		

### 3.3 精密度实验

平行测定样品 6 次, 棕榈酸单甘油酯与油酸单甘油酯的变异系数见表 1。精密度试验结果见表 2。

表 2 精密度实验(重量, %)

Table 2 Results of test for precision(wt, %)

样品 Sample	1	2	3	4	5	6	RSD
棕榈酸单甘油酯 Monopalmitin	6.33	6.35	6.39	6.25	6.37	6.15	1.3
油酸单甘油酯 Monoolein	8.43	8.32	8.55	8.22	8.47	8.12	1.8

### 3.4 讨论

据文献[2]报道, 对甘油脂肪酸酯进行测定, 硅烷化试剂应该用 1, 1, 1, 3, 3, 3-六甲基二硅氮烷与

三甲基氯代硅烷, 常温下放置 5~10min 来完成硅烷化反应。由于我们无三甲基氯代硅烷, 因此将方法改为 95℃ 水浴中放置 10min 来完成硅烷化反应。经测试取得令人满意的结果。

在柱的选择中, 我们曾试用 SE-30 及聚乙二醇-20M 柱, 分离效果均不如 OV-17 柱好, 最后选用 OV-17 柱。

### 参 考 文 献

- 1 张万福. 食品乳化剂. 北京: 中国轻工业出版社, 1996.6
- 2 Wood R D, Raja P K, Reiser R. J Am Oil Chem Soc, 1965, 42: 161-165

## Gas Chromatographic (GC) Determination of Monopalmitin and Monoolein in Fat and Oil

Liu Chuanhua, Liu Shilian, Wang Xiaoming, Qin Yanjiang<sup>1</sup> and Chen Yunjiu<sup>1</sup>

(Laboratory of Molecular Biology, Shandong Medical University, Jinan, 250012)

<sup>1</sup>(Hospital Affiliated Shandong Medical University, Jinan, 250012)

**Abstract** A gas chromatographic method for the quantitative analysis of monopalmitin and monoolein in fat and oil was described. The gas chromatographic separation was achieved on a glass column packed with 2% OV-17/Chromosorb W AW-DMCS at a column temperature of 250°C. The carrier gas was N<sub>2</sub>. The injector and detector (FID) temperature was 290°C. Recoveries of monopalmitin and monoolein were 96.30% and 97.82%, respectively. The RSD of monopalmitin and monoolein were 1.8% and 2.1%, respectively. The linear relationship of calibration curves was good in the range of 0.1-0.8g/L and 0.5-1.5g/L for monopalmitin and monoolein.

**Key words** gas chromatography, monopalmitin, monoolein