

# 气相色谱法测定食品中 1,3- 二油酸 -2- 棕榈酸甘油三酯含量

GC-227

**摘要：**本文建立了岛津 GC-2010 Pro 测定婴幼儿配方乳粉中 1,3- 二油酸 -2- 棕榈酸甘油三酯含量的方法。样品以氨水水解，用乙醚 - 石油醚提取，固相萃取柱进行净化后定容。使用气相色谱氢火焰离子化检测器检测，内标法定量。结果表明：目标组分在 25 ~ 500 mg/L 浓度范围内线性关系良好，相关系数在 0.999 以上。标准品溶液连续 6 针进样，保留时间和峰面积比的相对标准偏差分别为 0.118% 和 0.642%；不同浓度的加标回收率结果在 82.4% ~ 95.0% 之间。

**关键词：**气相色谱法 食品 1,3- 二油酸 -2- 棕榈酸甘油三酯 (OPO)

婴幼儿配方乳粉为脂肪含量与母乳相似，模仿和接近母乳的发展历程。其中，棕榈酸 (C16:0) 是人体最重要的产能脂肪酸，在甘油三酯上的位置分布对脂肪酸的消化和吸收有很大的影响。1,3- 二油酸 -2- 棕榈酸甘油三酯又称 OPO 结构酯，以下简称“OPO”，经先进工艺加工，特有的二位棕榈酸结构，消化时不易

形成钙皂，从而不易引起婴儿便秘，更易于脂肪酸和钙的消化吸收。

本文使用岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪，参考《食品安全国家标准 食品中 1,3- 二油酸 -2- 棕榈酸甘油三酯的测定》(征求意见稿)，对婴幼儿配方乳粉中的 OPO 进行测定。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

GC-2010 Pro 气相色谱仪

### 1.2 分析条件

气相色谱条件

色谱柱：SH-Rxi-5Sil MS，(15 m×0.25 mm×0.25 μm)

柱温程序：300°C (1 min) \_20°C /min\_350°C (12 min)

载气控制：恒压控制模式

进样方式：分流进样 (分流比：20:1)

进样体积：1 μL

检测器温度：370°C

进样口温度：320°C

载气：氮气

### 1.3 试剂及溶液的配制

二氯甲烷 - 正己烷混合溶剂 (1:9, V/V)：将二氯甲烷和正己烷按 1:9 的体积比混合均匀，备用。

标准系列工作液：准确吸取 OPO 标准使用液 (1.0 mg/mL) 25、50、100、200、300 和 500 μL，准确加入十七碳酸甘油三酯使用液 (2.0 mg/mL) 100 μL，补加正己烷至体积为 1 mL。

## 1.4 样品前处理

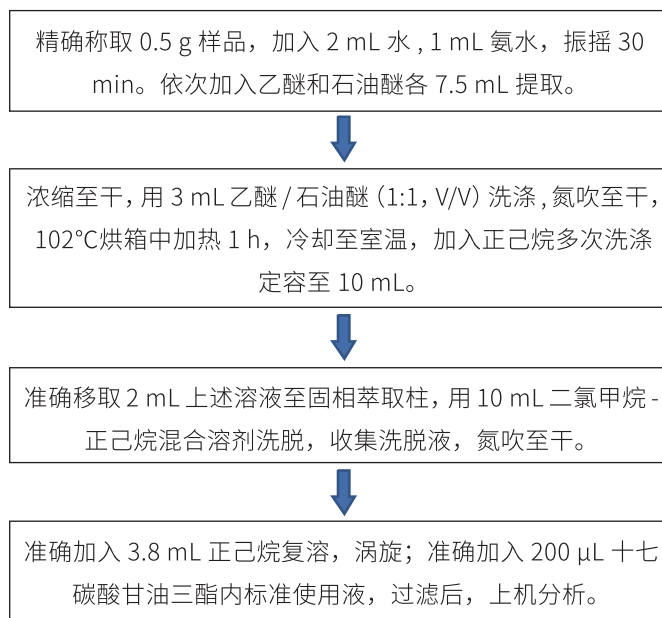


图 1 前处理流程图

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准品色谱图

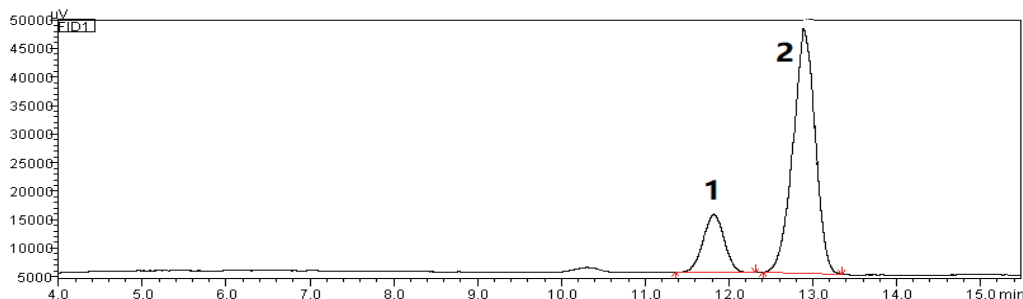


图 2 OPO 标准溶液色谱图

表 1 1,3- 二油酸 -2- 棕榈酸甘油三酯化合物信息

| ID | 化合物                        | 英文名称  | CAS 号     | 保留时间 (min) |
|----|----------------------------|---|-----------|------------|
| 1  | 十七烷酸甘油三酯 (内标)              | Triheptadecanoin                              | 2438-40-6 | 11.826     |
| 2  | 1,3- 二油酸 -2- 棕榈酸甘油三酯 (OPO) | 1,3-dioleic acid-2-palmitic acid triglyceride | 1716-07-0 | 12.856     |

### 2.2 标准曲线、检出限

将浓度为 25、50、100、200、300、500 mg/L 的混合标准工作液按 1.2 中的分析条件进行测定。以浓度比为横坐标，面积比为纵坐标，内标法制作标准曲线，如图 3 所示。线性方程、线性范围相关系数见表 2 所示。以 S/N=3 计算仪器检出限结果如表 2 所示。

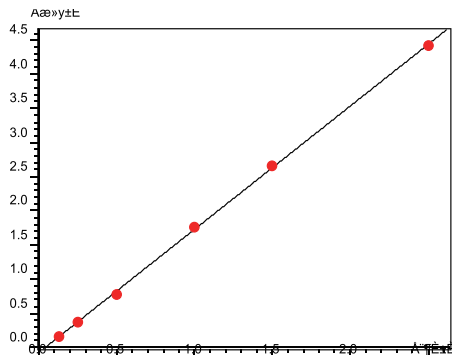


图3 标准曲线

表2 标准曲线相关系数、仪器检出限

| 名称  | 浓度范围        | 相关系数 R | 检出限       |
|-----|-------------|--------|-----------|
| OPO | 25-500 mg/L | 0.9998 | 2.66 mg/L |

### 2.3 重复性实验

取 200 mg/L 标准工作溶液连续测定 6 次，考察仪器的重复性，保留时间和峰面积比的重复性结果如表 3 所示。保留时间和峰面积比的相对标准偏差分别为 0.118%，0.642%，重复性良好。

表3 精密度结果

| No.     | 保留时间   | 峰面积比    |
|---------|--------|---------|
| 1       | 12.839 | 1.74543 |
| 2       | 12.875 | 1.76922 |
| 3       | 12.875 | 1.77436 |
| 4       | 12.869 | 1.77677 |
| 5       | 12.852 | 1.76530 |
| 6       | 12.872 | 1.77165 |
| RSD (%) | 0.118  | 0.642   |

### 2.4 加标回收率

在空白样品添加三个不同浓度的标准样品，按照 1.3 进行样品前处理，各加标样品平行测定 3 次，考察加标回收率。加标回收结果如表 4 所示。

表4 1,3-二油酸-2-棕榈酸甘油三酯加标回收率结果

| 序号 | 化合物名称 | 加标浓度 (mg/L) | 加标样品测得浓度均值 (mg/L) | 加标回收率  |
|----|-------|-------------|-------------------|--------|
| 1  | OPO   | 50          | 44.65             | 89.3 % |
|    |       | 100         | 94.96             | 95.0 % |
|    |       | 300         | 247.37            | 82.4%  |

### 2.5 实际样品分析

按照 1.3 前处理方法，对市售两个婴幼儿配方奶粉的样本进行测定，结果见图 4 和表 5 所示。

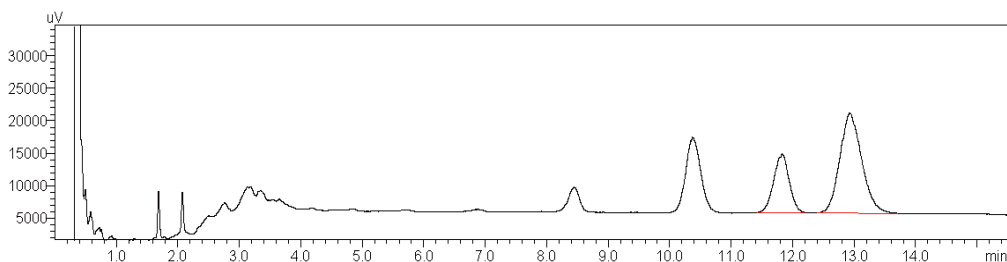


图 4 婴幼儿配方奶粉 1# 的 GC 色谱图

表 5 实际婴幼儿配方奶粉样本分析结果 (mg/g)

| 序号 | 化合物 | 样品 1   | 样品 2   |
|----|-----|--------|--------|
| 1  | OPO | 27.861 | 27.997 |

## ■ 结论

本文采用岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro，参考《食品安全国家标准 食品中 1,3- 二油酸 -2- 棕榈酸甘油三酯的测定》（征求意见稿）中规定的检测方法，建立了一种测定婴幼儿配方奶粉中的 1,3- 二油酸 -2- 棕榈酸甘油三酯（OPO）方法。实验表明，该方法满足标准中的各项规定，可用于婴幼儿配方奶粉中 OPO 的检测。

岛津应用云

