

GCMS 法测定特医食品中辛酸甘油三酯和癸酸甘油三酯的含量

GCMS-530

摘要： 本文使用岛津气质联用仪 GCMS-QP2020 NX，建立了特医食品中辛酸甘油三酯和癸酸甘油三酯含量的检测方法。样品用正丙醇溶解，经振荡、超声萃取，再离心、过滤后上机测试。在 1~100 mg/L 浓度范围内，各化合物线性相关系数均大于 0.999。取浓度为 1 mg/L 的标准溶液，连续进样 6 次，两组分峰面积的相对标准偏差均小于 7%。在 400 mg/kg 加标水平下，加标平均回收率分别为 105.8% 和 107.9%。本方法操作简单，可为特医食品中中链甘油三酯的测定提供参考。

关键词： 气相色谱质谱联用仪 特医食品 辛酸甘油三酯 癸酸甘油三酯

技术特点：

- ❖ 本方法用正丙醇提取样品中目标物，前处理操作便捷，准确度良好。
- ❖ 使用 FASST(SCAN & SIM) 同时数据采集模式，在不降低灵敏度情况下可同时进行定性定量。

特殊医学用途配方食品（简称“特医食品”）是指为了满足进食受限、消化吸收障碍、代谢紊乱或特定疾病状态人群对营养素或膳食的特殊需要，专门加工配制而成的配方食品。随着生活节奏的加快、饮食结构的改变以及人口老龄化的加剧，我国慢性病（包括但不限于糖尿病、高血压、肿瘤等疾病）患者已多达 1.8 亿，其中老年人口（60 岁及以上）约 1.3 亿。他们在生理机能和营养需求上和普通人有一定差异，普通食品并不能满足他们的营养需求。目前，我国仅有 1.6% 的营养不良患者在食用特医食品。因此，特医食品市场潜力巨大，国内特医食品行业也在稳步快速发展。

中链甘油三酯是指碳原子数在 6~12 之间的饱和脂肪酸与甘油通过酯化作用而形成的酯类物质，主

成分是辛酸、癸酸甘油三酯。相对于长链甘油三酯，中链甘油三酯更易消化吸收，且不易在器官内储存，目前国内外已将中链甘油三酯作为肠内和肠外营养支持中的主要组分之一，用于胆囊纤维化、高脂血症、癫痫症、腹泻和脂肪吸收不良相关疾病的治疗。根据中国药典，中链甘油三酯含辛酸（ $C_8H_{16}O_2$ ）与癸酸（ $C_{10}H_{20}O_2$ ）的总量不得少于 95.0%。因此可根据辛酸和癸酸甘油三酯的含量估算特医食品中中链甘油三酯的含量。

本文利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了特医食品中辛酸甘油三酯和癸酸甘油三酯的测试方法，方法操作简单，重复性好，可为特医食品中中链甘油三酯含量的测定提供参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

气质联用仪：GCMS-QP2020 NX

1.2 分析条件

色谱柱：SH-Rxi-5Sil MS, 30 m×0.25 mm×0.25 μm

柱温程序：100°C_20°C/min_320°C (15 min)

进样口温度：320°C

柱流量：色谱柱流量

线速度：1.2 mL/min

进样方式：不分流进样

进样量：1 μL

离子化方式：EI

离子源温度：250°C

色谱质谱接口温度：320°C

检测器电压：调谐电压 -0.1 kV

采集模式：SCAN & SIM，具体参数见表 2

1.3 样品前处理

称取 0.5 g (精确至 0.1 mg) 样品于 15 mL 离心管中, 加入 10 mL 正丙醇溶解, 涡旋振荡 30 s 后超声提取 15 min, 4°C 条件下 3000 rpm 离心 10 min。经 0.22 μm 滤膜过滤后上机测试。

■ 结果与讨论

2.1 标准品谱图

取浓度 5 mg/L 的混合标准溶液, 采用 GCMS 检测, 得到标准溶液谱图见图 1, 各化合物质量色谱图见图 2。

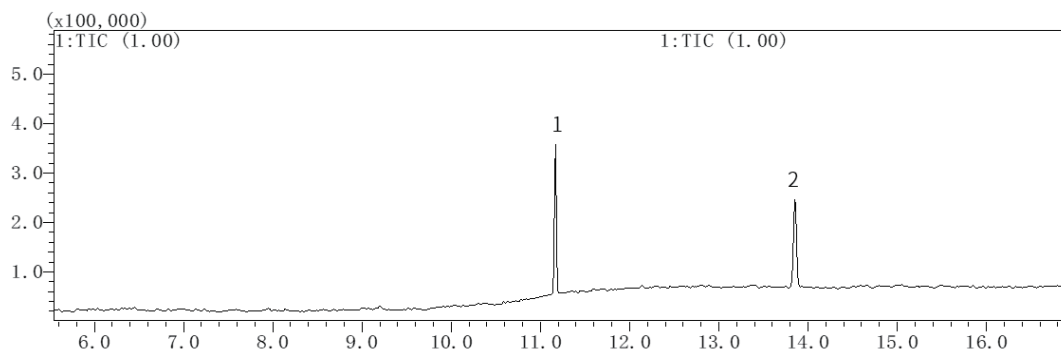


图 1 辛酸甘油三酯和癸酸甘油三酯标准溶液色谱图 (5 mg/L)

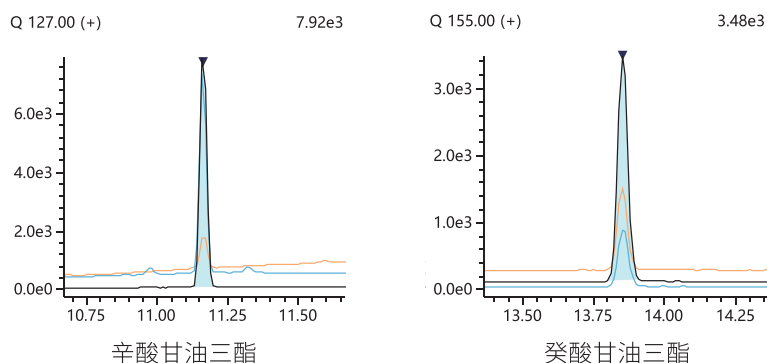


图 2 辛酸甘油三酯和癸酸甘油三酯质量色谱图 (1 mg/L)

表 1 化合物信息

No.	中文名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	辛酸甘油三酯	tricaprylin	538-23-8	10.972	127	327, 57
2	癸酸甘油三酯	tricaprins	621-71-6	13.597	155	383, 229

2.2 标准曲线和检出限

用正丙醇配制两种目标物浓度均为 1、2、5、10、50、100 mg/L 的标准曲线混合溶液, 以浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标, 建立标准曲线, 两化合物标准曲线如下所示。取浓度为 1 mg/L 混合标准溶液, 以 3 倍信噪比计算检出限。线性相关系数和仪器检出限见表 2。

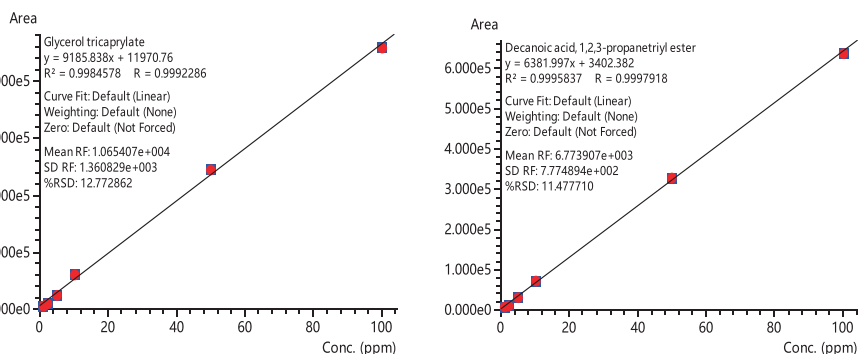


图 3 辛酸甘油三酯和癸酸甘油三酯标准曲线

表 2 辛酸甘油三酯和癸酸甘油三酯标准曲线信息和仪器检出限

No.	化合物名称	线性相关系数	检出限 (mg/L)
1	辛酸甘油三酯	0.9992	0.007
2	癸酸甘油三酯	0.9997	0.028

2.3 重复性

取浓度为 1 mg/L 的混合标准溶液，重复进样 6 次，考察仪器的重复性。重复性结果见表 3。

表 3 辛酸甘油三酯和癸酸甘油三酯重复性结果

No	化合物名称	峰面积						峰面积 RSD (%)
		1	2	3	4	5	6	
1	辛酸甘油三酯	13647	12967	12915	11501	12093	11903	6.42
2	癸酸甘油三酯	8679	8418	8074	7423	7565	7642	6.36

2.4 样品测定

称取某特医食品样品 0.5 g，按照 1.3 步骤处理并测定。样品中结果见表 4，色谱图见图 4。

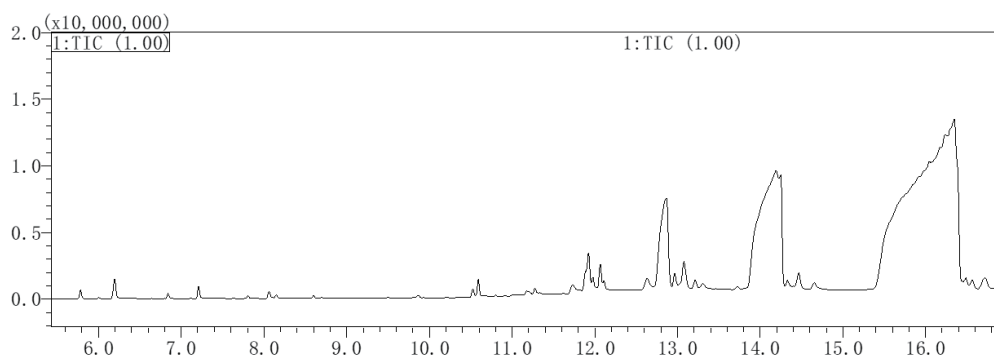


图 4 特医食品样品色谱图

表 4 样品测定结果 (mg/kg)

No.	化合物名称	平行 1	平行 2	平均值
1	辛酸甘油三酯	197.0	214.8	205.9
2	癸酸甘油三酯	33179.4	32081.2	32630.3

2.5 样品加标回收率

取空白样品进行加标回收实验，加标水平为 400 mg/kg，3 次平行。加标回收率结果见表 5。

表 5 辛酸甘油三酯和癸酸甘油三酯加标回收率结果

No.	化合物名称	加标平行样测得值 (mg/kg)			平均回收率 (%)
		1	2	3	
1	辛酸甘油三酯	428.6	421.4	419.0	105.8
2	癸酸甘油三酯	430.0	438.4	426.4	107.9

■ 结论

采用岛津公司气质联用仪 GCMS-QP2020 NX 建立了特医食品中辛酸甘油三酯和癸酸甘油三酯的检测方法。两种目标组分方法线性、重复性、回收率良好。在 1~100 mg/L 浓度范围内，两种物质线性相关系数均大于 0.999。取浓度为 1 mg/L 的标准溶液，连续进样 6 次，峰面积的相对标准偏差小于 7%。加标水平 400 mg/kg 水平下，两种物质加标回收率分别为 105.8% 和 107.9%。本方法操作简单，可为特医食品中中链甘油三酯的测定提供参考。

岛津应用云

