

# 液相色谱-串联质谱法准确定量植物油中主要甘油三酯

赵新楠<sup>1,2,3,4</sup>, 王秀嫔<sup>1,2,3,4\*</sup>, 李培武<sup>1,2,3,4</sup>, 印南日<sup>1,2,3,4</sup>, 万立昊<sup>1,2,3,4,5</sup>, 王晓<sup>1,2,3,4</sup>, 张良晓<sup>1,2,3,4</sup>

- (1. 中国农业科学院油料作物研究所, 湖北 武汉, 430062;
2. 农业农村部油料作物生物学与遗传改良重点实验室, 湖北 武汉, 430062;
3. 农业农村部油料作物风险评估重点实验室(武汉), 湖北 武汉, 430062;
4. 农业农村部油料及制品质量监督检验测试中心, 湖北 武汉, 430062;
5. 河南工业大学, 河南 郑州, 450001)

**摘要:**植物油中甘油三酯种类繁多、结构复杂, 准确定量非常困难。本文采用液相色谱-串联质谱法, 选择反应监测扫描模式下, 两对离子对定性、外标法准确定量植物油中七种主要甘油三酯, 包括: 三亚油酸甘油酯(LLL)、1-油酸-2,3-亚油酸甘油酯(OLL)、1-棕榈酸-2,3-亚油酸甘油酯(PLL)、1-棕榈酸-2-油酸-3-亚油酸甘油酯(POL)、三油酸甘油酯(OOO)、1,2-油酸-3-棕榈酸甘油酯(OOP)、1-棕榈酸-2-油酸-3-硬脂酸甘油酯(POS)。使用反相色谱柱分离甘油三酯, 以异丙醇/乙腈混合溶液和乙腈/水混合溶液为流动相梯度洗脱, 15 min内可实现甘油三酯的分离与检测。该方法线性关系良好, 均在0.996以上, 检出限为0.3 μg/kg, 定量限为1.0 μg/kg, 精密性(RSD)为1.2%~4.9%。该方法操作简单、快速, 能够实现菜籽油、玉米油、花生油中七种甘油三酯的准确定量。

**关键词:**植物油; 甘油三酯; 液相色谱-串联质谱; 准确定量

中图分类号: TS227

文献标识码: A

文章编号: 1007-9084(2020)03-0356-08

## Quantification of major triglycerides in vegetable oils by liquid chromatography-tandem mass spectrometry

ZHAO Xin-nan<sup>1,2,3,4</sup>, WANG Xiu-pin<sup>1,2,3,4\*</sup>, LI Pei-wu<sup>1,2,3,4</sup>, YIN Nan-ri<sup>1,2,3,4</sup>, WAN-Li hao<sup>1,2,3,4,5</sup>,  
WANG Xiao<sup>1,2,3,4</sup>, ZHANG Liang-xiao<sup>1,2,3,4</sup>

- (1. *Oil Crops Research Institute, Chinese Academy of Agricultural Sciences, Wuhan 430062, China*; 2. *Key Laboratory of Biology and Genetic Improvement of Oil Crops, Ministry of Agriculture and Rural Affairs, Wuhan 430062, China*;
3. *Laboratory of Quality and Safety Risk Assessment for Oilseed Products (Wuhan), Ministry of Agriculture and Rural Affairs, Wuhan 430062, China*;
4. *Quality Inspection and Test Center for Oilseed Products, Ministry of Agriculture and Rural Affairs, Wuhan 430062, China*;
5. *Henan University of Technology, Zhengzhou 450001, China*)

**Abstract:** There are many types of triglycerides in vegetable oils, and their structures are complex, which is difficult to quantify with certainty. This paper used liquid chromatography-tandem mass spectrometry, selective reaction monitoring (SRM) mode, two pairs of ion pairs for qualitative, external standard method to accurately quantify seven major triglycerides in vegetable oils, including: glyceryl trilinolein (LLL), 1-oleic acid-2,3-linoleic acid glyceride (OLL), 1-palmitic acid-2,3-linoleic acid glyceride (PLL), 1-palmitic acid-2-oleic acid-3-linoleic acid glyceride (POL), glyceryl trioleate (OOO), 1,2-oleate-3-glycerate glyceride(OOP), 1-palmitic acid-2-oleic acid-3-stearic acid glyceride(POS). The triglycerides were separated by reversed-phase chromatography, and the isopropyl alcohol / acetonitrile mixed solution and acetonitrile / water mixed solution were used as mobile phase gradient elution. The triglyceride could be separated and detected within 15 minutes. This method has a good linear relationship, all above 0.996, with a detection limit of 0.3 μg/kg, a limit of quantification of 1.0 μg/kg, and a precision (RSD) of 1.2% to 4.9%. The method is simple and fast to operate, and it can be used to detect the seven triglycer-

收稿日期: 2020-01-07

基金项目: 中国农科院基本科研项目(粮油风险因子全景筛查技术研究)(1610172019007)

作者简介: 赵新楠(1996-), 硕士研究生, 研究方向为食品加工与安全, E-mail: 13126530717@163.com

\* 通讯作者: 王秀嫔(1981-), 博士, 副研究员, 研究方向为食品质量与安全, E-mail: wangxiupin@caas.cn

ides in vegetable oils such as rapeseed oil, corn oil, and peanut oil.

**Key words:** vegetable oils; triglycerides; liquid chromatography-tandem mass spectrometry; accurate quantification

甘油三酯(TAGs)是食用植物油的主要成分<sup>[1]</sup>,与心血管疾病、糖尿病、动脉粥样硬化、血糖等息息相关<sup>[2,3]</sup>,是评价油脂品质和安全的首要因素。甘油三酯是由三分子脂肪酸与一分子甘油结合而成的,传统检测方法可以利用气相色谱法<sup>[4]</sup>检测植物油料中脂肪酸含量,间接测定植物油料中甘油三酯的含量。然而,研究证明甘油三酯中脂肪酸的种类和位置会影响油脂的营养价值和性质<sup>[5]</sup>,并且脂肪酸的稳定性不如甘油三酯,因此仅通过检测脂肪酸分析甘油三酯是远远不够的,只有检测甘油三酯才能更反映油脂本身的性质<sup>[6,7]</sup>。

目前,液相色谱-质谱联用法(LC-MS)<sup>[8,9]</sup>逐渐成为检测甘油三酯的主要方法,它具有重现性和稳定性好等优点<sup>[10-12]</sup>。LC-MS可实现甘油三酯的定性分析。例如,Kallio等<sup>[13]</sup>利用超高效液相色谱-质谱法(UPLC-MS)实现了对母乳样品中数百种甘油三酯区域异构体的定性分析,Dugo等<sup>[14]</sup>利用非水反相液相色谱-质谱法(RPLC-MS)实现了薄荷油中的甘油三酯的表征,涂安琪等<sup>[15]</sup>利用超临界流体色谱法(SFC)与四级杆飞行时间质谱法(Q-TOF-MS)结合法对植物油中甘油三酯进行鉴别,进而鉴定橄榄油的掺假问题。但是由于甘油三酯种类众多,往往使用间接法进行定量分析。谢亚等<sup>[16]</sup>采用直接进样多重中性丢失串联质谱法(Shotgun-NL-ESI-MS/MS),通过添加氘代内标,实现TAG分子的间接定量分析。李秀娟等人<sup>[17]</sup>使用高效液相色谱质谱法对火麻仁油甘油三酯结构鉴定,采用高效液相色谱法(示差折光检测器)测定甘油三酯含量,最终使用面积归一化法获得甘油三酯相对浓度。以上间接定量方法都不能真实反映样品中甘油三酯准确浓度。

本文使用液相色谱-串联质谱法对植物油中的甘油三酯进行准确定量,选择反应监测扫描(selective reaction monitoring, SRM)模式下,两对离子对定性,外标法准确定量7种甘油三酯,对于提升我国油料油脂品质检测能力和水平,促进油料产业向优质高产发展具有重要意义。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与试剂

三亚油酸甘油酯(LLI)、1-油酸-2,3-亚油酸甘

油酯(OLL)、1-棕榈酸-2,3-亚油酸甘油酯(PLL)、1-棕榈酸-2-油酸-3-亚油酸甘油酯(POL)、三油酸甘油酯(OOO)、1,2-油酸-3-棕榈酸甘油酯(OOP)、1-棕榈酸-2-油酸-3-硬脂酸甘油酯(POS),购于Larodan Fine Chemicals (Malmö, Sweden)公司。

异丙醇(色谱纯):赛默飞世尔科技(中国)有限公司;正己烷(色谱纯):国药集团化学试剂有限公司;甲醇(色谱纯):赛默飞世尔科技(中国)有限公司;甲酸:上海阿拉丁生化科技股份有限公司;甲酸铵:上海阿拉丁生化科技股份有限公司。

### 1.2 仪器与设备

液相色谱三重四级杆串联质谱仪:美国赛默飞世尔科技有限公司;Hypersil gold-C<sub>18</sub>色谱柱(3.0 μm, 2.1×100 mm):美国赛默飞世尔科技有限公司;XH-C旋涡混匀器:常州未来仪器制造有限公司;HITACHI CT6E离心机:日本日立有限公司;0.22 μm有机系滤膜:美国Millipore公司;DTC-27J超声波水浴锅:中国湖北鼎泰生化技术设备制造有限公司;1.5 mL进样小瓶:美国Aglient公司。

### 1.3 方法

1.3.1 标准溶液的配制 单一标准储备溶液:分别准确称取100.0 mg 三亚油酸甘油酯(LLI)、1-油酸-2,3-亚油酸甘油酯(OLL)、1-棕榈酸-2,3-亚油酸甘油酯(PLL)、1-棕榈酸-2-油酸-3-亚油酸甘油酯(POL)、三油酸甘油酯(OOO)、1,2-油酸-3-棕榈酸甘油酯(OOP)、1-棕榈酸-2-油酸-3-硬脂酸甘油酯(POS)七种标准品于10 mL棕色容量瓶中,用异丙醇/正己烷混合溶液(50/50, V/V)溶解,混合均匀配制成浓度为10.0 mg/mL的单一标准储备溶液,-20 °C以下避光保存。

混合甘油三酯标准储备液:分别量取七种单一标准储备溶液100 μL,于10 mL棕色容量瓶中,用异丙醇稀释,配制成浓度为100.0 μg/mL的混合标准工作溶液,-20 °C以下避光保存。

混合甘油三酯标准工作溶液:分别吸取一定量的混合标准储备液,用异丙醇稀释成浓度分别为2.0 μg/mL、5.0 μg/mL、10.0 μg/mL、20.0 μg/mL和40.0 μg/mL的混合标准工作溶液,现用现配。

1.3.2 样品制备、提取及测定 准确称取0.1 g(精确至0.0001 g)植物油试样置于10 mL的棕色容

量瓶中,用正己烷/异丙醇/乙腈(40/40/20, V/V/V)混合溶液稀释植物油试样到 10 mL,用涡旋混合器混匀,静置 30 min,取上清液经 0.22  $\mu\text{m}$  有机滤膜过滤后,吸取 1 mL 上清液,用异丙醇稀释定容至 10 mL 的棕色容量瓶中,供 LC-MS/MS 分析。

1.3.3 色谱条件 色谱柱:Hypersil gold-C18 色谱柱(3.0  $\mu\text{m}$ , 2.1 $\times$ 100 mm);流动相 A:异丙醇/乙腈(90/10, V/V, 含 0.1% 甲酸+10 mmol/L 甲酸铵);流动相 B:乙腈/水(60/40, V/V, 含 0.1% 甲酸+10 mmol/L 甲酸铵),采用梯度洗脱,梯度洗脱条件见表 1;流速为 0.2 mL/min;进样量为 10  $\mu\text{L}$ ;柱温控制在 30 $^{\circ}\text{C}$ 。

1.3.4 质谱条件 MS/MS 的数据采集是在配备电喷雾电离源的三重四级杆质谱仪上完成的。离子源为电喷雾电离源(Electrospray ionization, ESI),采用选择离子监测模式(selective reaction monitoring, SRM)。

离子源控制条件:ESI 源正离子模式;离子源温度:300  $^{\circ}\text{C}$ ;毛细管温度:275  $^{\circ}\text{C}$ ;鞘气压力:30 psi;辅助气压力:5 psi;碰撞能量:35 eV,吹扫气流量:5 psi,毛细管电压:9 V。监测离子参数情况见表 2。

1.3.5 定性及定量分析 定性分析:在相同的试验条件下,甘油三酯在样品中的保留时间与标准工作溶液中的保留时间偏差在 $\pm 0.25$  min 之内;7 种甘

油三酯与标准工作液中相应定性离子对的相对丰度进行比较,若偏差不超过 $\pm 20\%$ ,即准确定性样品中含有该甘油三酯。

定量分析:本实验取混合标准工作液与试样交替进样,采用多点校准,进行外标法定量,利用标准曲线来计算含量。当样品的上机液浓度超过线性范围时,需根据测定浓度,稀释后进行重新测定。

## 2 结果与分析

### 2.1 流动相的确定

借鉴李秀娟等人<sup>[17]</sup>乙腈和异丙醇作为流动相,并在此基础上进一步做了改进。考虑到反相色谱柱填料表面存在残余的羟基,具有一定的酸性,而部分甘油三酯化合物具有弱酸性,能够与残余硅羟基发生强的静电作用力产生次级保留效应,被推迟洗脱下来,产生拖尾现象,且酸性和盐环境能够抑制硅羟基的电离,因此往流动相中添加少量酸和挥发性盐,能够改善峰型。为了获得准确的定量分析结果,考察了酸添加量的影响。

比较不同酸度流动相(0.2% 甲酸溶液、0.1% 甲酸溶液、0.05% 甲酸溶液、0.01% 甲酸溶液、0.2% 乙酸溶液、0.1% 乙酸溶液、0.05% 乙酸溶液和 0.01% 乙酸溶液),和不同盐浓度流动相(2 mmol/L 甲酸铵、

表 1 液相色谱梯度洗脱程序

Table 1 Gradient elution program of liquid chromatography

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%	流速/(mL/min)
Time	Mobile phase A	Mobile phase B	Flow rate
0.0	10	90	0.2
3.0	10	90	0.2
10.0	90	10	0.2
10.1	10	90	0.2
15.0	10	90	0.2

表 2 目标化合物保留时间及质谱扫描参数

Table 2 Retention time and scan parameters of targets

目标物	保留时间	母离子	子离子	碰撞能
Compounds	Reserved time /min	Parent ion $[\text{M}+\text{NH}_4]^+/(m/z)$	Product ion $/(m/z)$	Collision energy /eV
三亚油酸甘油酯 LLL	8.50	896.80	599.5*/337.3	27
1-油酸-2,3-亚油酸甘油酯 OLL	9.15	898.80	599.5*/339.3	24
1-棕榈酸-2,3-亚油酸甘油酯 PLL	9.18	872.80	599.5*/575.5	30
1-棕榈酸-2-油酸-3-亚油酸甘油酯 POL	9.79	874.80	601.5*/577.5	25
三油酸甘油酯 OOO	10.33	902.82	603.5*/339.3	26
1,2-油酸-3-棕榈酸甘油酯 OOP	10.38	876.80	577.5*/603.5	31
1-棕榈酸-2-油酸-3-硬脂酸甘油酯 POS	10.91	878.80	579.5*/577.5	40

注:\*为定量离子

Note: \* indicates quantitative ion

4 mmol/L 甲酸铵、6 mmol/L 甲酸铵、8 mmol/L 甲酸铵、10 mmol/L 甲酸铵、12 mmol/L 甲酸铵、14 mmol/L 甲酸铵和 16 mmol/L 甲酸铵),不同组成流动相和不同梯度流动相对实验的影响。结果表明甘油三酯化合物在异丙醇/乙腈(90/10, V/V, 含 0.1% 甲酸+10 mmol/L 甲酸铵)和乙腈/水(60/40, V/V, 含 0.1% 甲酸+10 mmol/L 甲酸铵)梯度洗脱条件下,都能够出峰,基线平稳,响应值高(见图 1)。

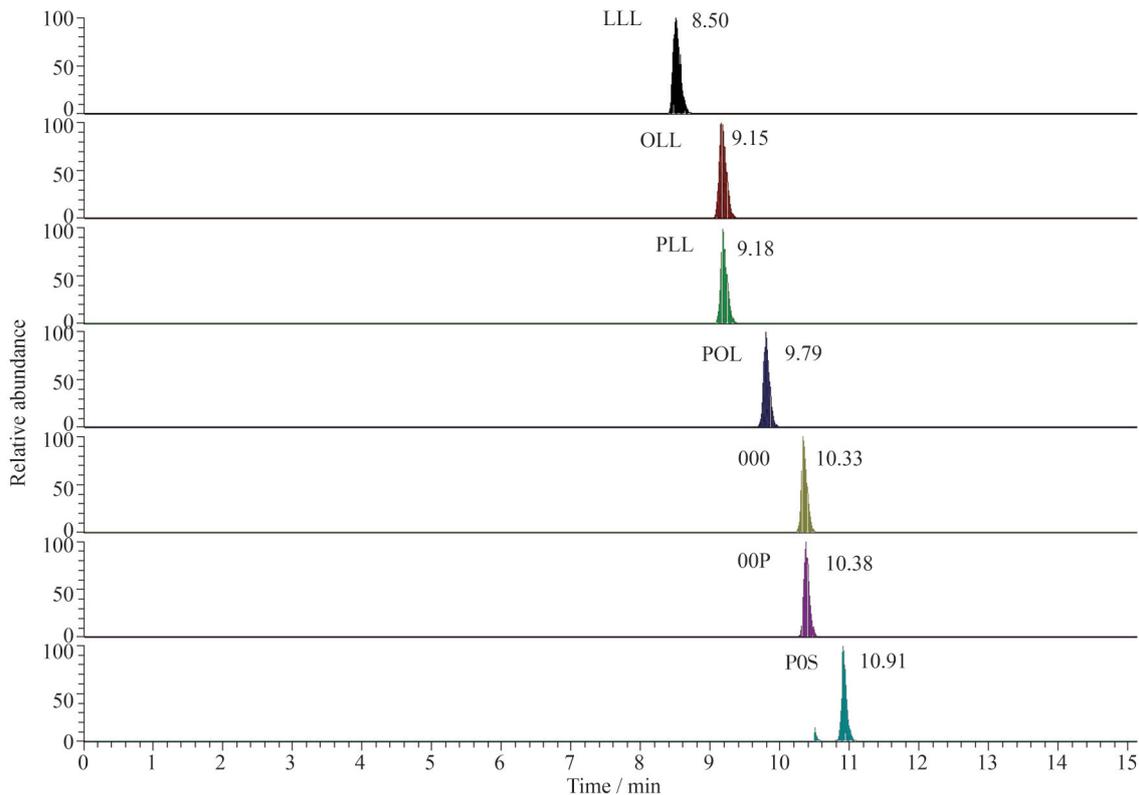
## 2.2 质谱条件的优化

碰撞能量是影响甘油三酯二级质谱信号强度的最重要参数。本文研究了碰撞能量在 5~130 eV 范围内对 7 种甘油三酯二级质谱信号强度的影响。以 POS 为例,从图 2 中可以看出:A 图选用的碰撞能量为 5 eV,二级质谱图仅出现了母离子 861.72 和极少数子离子 579.75,说明碰撞能量为 5 eV 并不能让母离子充分裂解产生足够的子离子;当能量增大到 25 eV 时,如图 B 所示,出现了 POS 三个典型子离子 577.58, 579.65, 605.51;当碰撞能量为 40 eV 时,如

图 C 所示,母离子仅少量存在而产生大量破裂子离子,此时裂解效率达到最大值,因此能量在 5~40 eV 的范围内,二级离子裂解效率随碰撞能量升高而升高。随着碰撞能量继续增加,部分二级碎裂离子也被进一步碎裂,POS 三个典型子离子 577.58, 579.65, 605.51 的信号强度降低。因此,POS 的最佳碰撞能量是 40 eV,其他甘油三酯也同理得到最佳碰撞能量(表 2)。

## 2.3 7 种甘油三酯的定性和定量

2.3.1 定性分析 在相同的试验条件下,甘油三酯在样品中的保留时间与标准工作溶液中的保留时间偏差在 $\pm 0.25$  min 之内;由于优化碰撞能量后,7 种甘油三酯的两个二级定性离子相对丰度都大于 50%,因此要求质谱图中甘油三酯定性离子对的相对丰度与标准工作液中相应定性离子对的相对丰度进行比较,若偏差不超过 $\pm 20%$ (表 3),即准确定性样品中含有该甘油三酯。7 种甘油三酯标准溶液的二级质谱图如图 3 所示。



注:LLL: 三亚油酸甘油酯;OLL: 1-油酸-2,3-亚油酸甘油酯;PLL: 1-棕榈酸-2,3-亚油酸甘油酯;POL: 1-棕榈酸-2-油酸-3-亚油酸甘油酯;OOO: 三油酸甘油酯;OOP: 1,2-油酸-3-棕榈酸甘油酯;POS: 1-棕榈酸-2-油酸-3-硬脂酸

Note: LLL: glyceryl trilinolein; OLL: 1-oleic acid-2,3-linoleic acid glyceride; PLL: 1-palmitic acid-2,3-linoleic acid glyceride; POL: 1-palmitic acid-2-oleic acid-3-linoleic acid glyceride; OOO: glyceryl trioleate; OOP: 1,2-oleate-3-glycerate glyceride; POS: 1-palmitic acid-2-oleic acid-3-stearic acid glyceride

图 1 7 种甘油三酯标准溶液的色谱图

Fig. 1 Chromatogram of 7 triglyceride standard solutions

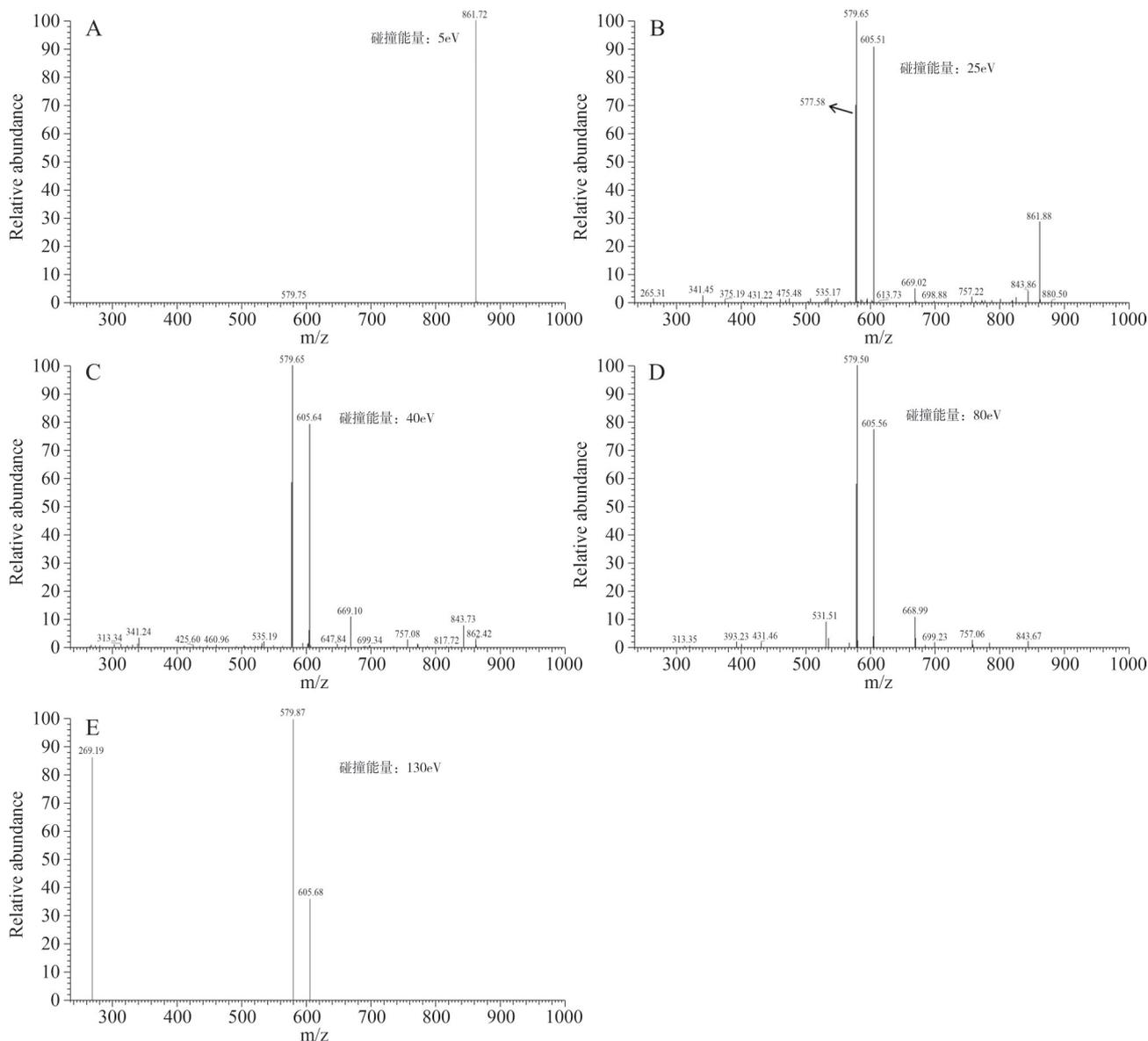


图2 1-棕榈酸-2-油酸-3-硬脂酸甘油酯(POS)在不同碰撞能量下二级碎片质谱图  
Fig. 2 MS<sup>2</sup> fragments of POS at different collision energies

表3 定性测定时相对离子丰度的最大允许误差

Table3 Maximum allowable error of relative ion abundance during qualitative determination

相对离子丰度	>50%	>20%~	>10%~	≤10%
Relative ion abundance	>50%	50%	20%	
允许的相对偏差	±20%	±25%	±30%	±50%
Allowable relative deviation	±20%	±25%	±30%	±50%

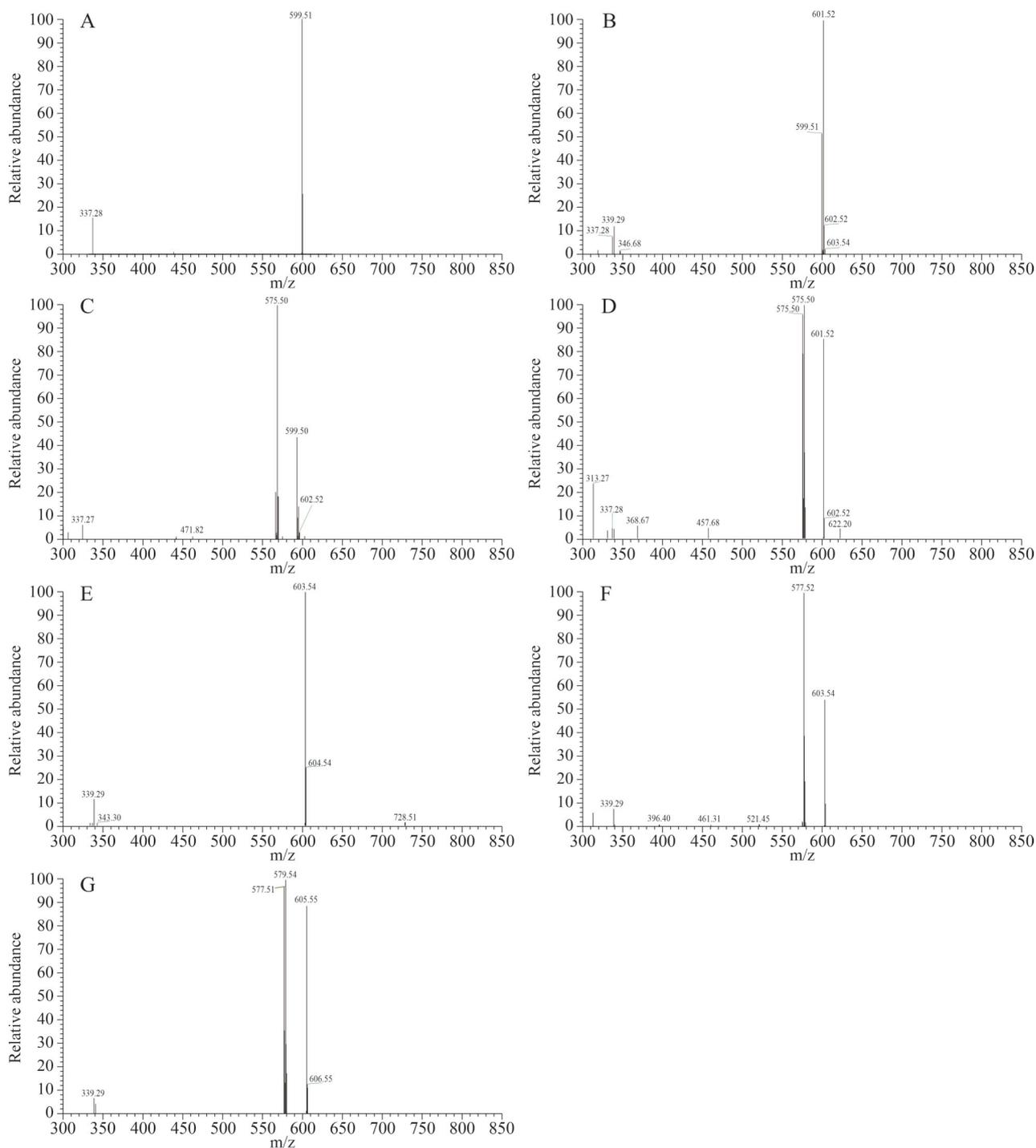
2.3.2 定量分析 甘油三酯一般使用面积归一法进行相对定量,本文取混合标准工作液与试样交替进样,采用多点校准,进行外标法绝对定量。从低浓度到高浓度进样,每一浓度样品进样三针,按其所得峰面积比的平均值与对应的溶液浓度(μg/mL)作标准曲线,计算甘油三酯回归方程和相关系

数(表4)。

由表4可以看出,甘油三酯的浓度线性范围均超过3个数量级。按照噪音理论确定该方法检测7种甘油三酯的检出限LOD(3倍信噪比)均为0.07 μg/mL,定量限LOQ(10倍信噪比,同时符合回收率和变异系数要求)均为0.2 μg/mL。

### 2.4 方法的精密度评价

使用日间精密度评价方法的精密度。日间精密度是在相同实验条件下,按相同实验方法,并连续3天对植物油样品进行了3次测定来完成。由表5可以获知,甘油三酯化合物在平行性测定结果中,其相对标准偏差(RSD)为1.2%~4.9%,表明方法重复性好,能够满足植物油甘油三酯液相色谱串联质谱定量检测重复性的要求。



注:A:三亚油酸甘油酯(LLL);B:1-油酸-2,3-亚油酸甘油酯(OLL);C:1-棕榈酸-2,3-亚油酸甘油酯(PLL);D:1-棕榈酸-2-油酸-3-亚油酸甘油酯(POL);E:三油酸甘油酯(OOO);F:1,2-油酸-3-棕榈酸甘油酯(OOP);G:1-棕榈酸-2-油酸-3-硬脂酸甘油酯(POS)

Note: A: glyceryl trilinolein (LLL); B: 1-oleic acid-2,3-linoleic acid glyceride (OLL); C: 1-palmitic acid-2,3-linoleic acid glyceride (PLL); D: 1-palmitic acid-2-oleic acid-3-linoleic acid glyceride (POL); E: glyceryl trioleate (OOO); F: 1,2-oleate-3-glycerate glyceride (OOP); G: 1-palmitic acid-2-oleic acid-3-stearic acid glyceride (POS)

图3 七种甘油三酯标准溶液的二级质谱图

Fig. 3 MS<sup>2</sup> of 7 triglyceride standard solutions

## 2.5 实际样品检测

利用建立的液相色谱-质谱检测方法对菜籽油、玉米油、花生油中甘油三酯进行分析,三种植物油中LLL的含量范围在10.1~26.2 mg/g,OLL的含量范

围在7.6~53.3 mg/g,PLL的含量范围在7.3~10.2 mg/g,POL的含量范围在6.3~23.7 mg/g,OOO的含量范围在8.6~11.2 mg/g,OOP的含量范围在11.0~43.5 mg/g,POS含量在7.2~12.5 mg/g(表5)。

表4 目标化合物的回归方程、线性范围及相关系数

Table 4 Linear equation, linear ranges and correlation coefficients ( $R^2$ ) of target compounds

化合物 Compounds	回归方程 Linear equation	线性范围 Linear range / ( $\mu\text{g/mL}$ )	相关系数 Correlation coefficient
三亚油酸甘油酯 LLL	$Y=47814 \cdot X-38155$	0.20~40	0.999
1-油酸-2,3-亚油酸甘油酯 OLL	$Y=32819 \cdot X-21789$	0.20~40	0.999
1-棕榈酸-2,3-亚油酸甘油酯 PLL	$Y=23764 \cdot X-13098$	0.20~40	0.999
1-棕榈酸-2-油酸-3-亚油酸甘油酯 POL	$Y=28034 \cdot X+635.271$	0.20~40	0.999
三油酸甘油酯 OOO	$Y=14110 \cdot X+16883$	0.20~40	0.998
1,2-油酸-3-棕榈酸甘油酯 OOP	$Y=6132 \cdot X+5674.39$	0.20~40	0.996
1-棕榈酸-2-油酸-3-硬脂酸甘油酯 POS	$Y=58762 \cdot X+5478.12$	0.20~40	0.998

表5 不同样品中甘油三酯测定 (n=3)

Table 5 Determination of triglycerides in different samples (n=3)

化合物 Compounds	菜籽油 Rapeseed oil					玉米油 Corn oil					花生油 Peanut oil				
	重复 Rep.			平均值	RSD	重复 Rep.			平均值	RSD	重复 Rep.			平均值	RSD
	/(mg/g)			Mean		/(mg/g)			Mean		/(mg/g)			Mean	
	1	2	3	/(mg/g)	%	1	2	3	/(mg/g)	%	1	2	3	/(mg/g)	%
三亚油酸甘油酯 LLL	26.1	25.9	26.5	26.2	1.2	16.6	15.3	16.0	16.0	4.1	10.1	9.8	10.5	10.1	3.5
1-油酸-2,3-亚油酸甘油酯 OLL	54.1	53.5	52.2	53.3	1.8	7.8	7.3	7.8	7.6	3.8	34.9	33.5	32.6	33.7	3.4
1-棕榈酸-2,3-亚油酸甘油酯 PLL	8.9	8.5	9.3	8.9	4.5	10.2	10.7	9.8	10.2	4.4	7.4	7.5	6.9	7.3	4.4
1-棕榈酸-2-油酸-3-亚油酸甘油酯 POL	6.5	6.3	6.1	6.3	3.2	19.5	19.8	18.6	19.3	3.2	24.7	23.6	22.8	23.7	4.0
三油酸甘油酯 OOO	11.2	11.7	10.6	11.2	4.9	10.2	9.7	9.6	9.8	3.3	8.2	8.7	8.8	8.6	3.8
1,2-油酸-3-棕榈酸甘油酯 OOP	21.3	21.0	20.6	21.0	1.7	44.9	43.5	42.2	43.5	3.1	11.3	11.0	10.6	11.0	3.2
1-棕榈酸-2-油酸-3-硬脂酸甘油酯 POS	7.6	7.0	7.4	7.3	4.2	7.5	7.1	7.0	7.2	3.7	12.1	12.9	12.5	12.5	3.2

### 3 结论

关于甘油三酯的研究目前主要采用间接定量以及相对定量法,而本研究建立了植物油中甘油三酯的液相色谱-串联质谱分析检测方法,该方法可以实现甘油三酯的准确定量,该方法线性关系良好,检出限为 $0.3 \mu\text{g/kg}$ ,定量限为 $1.0 \mu\text{g/kg}$ ,精密度(RSD)为 $1.2\% \sim 4.9\%$ 。本方法为甘油三酯的全面检测提供基础,从根本上反映油脂本身的性质,对提高油料品质、真实性鉴别等方面具有重要意义。

#### 参考文献:

- [1] Aparicio R, Aparicio-Ruiz R. Authentication of vegetable oils by chromatographic techniques[J]. J Chromatogr A, 2000, 881(1/2): 93-104.
- [2] Helgadottir A, Gretarsdottir S, Thorleifsson G, et al. Variants with large effects on blood lipids and the role of cholesterol and triglycerides in coronary disease[J]. Nat Genet, 2016, 48(6): 634-639.
- [3] 苏健, 向全永, 吕淑荣, 等. 成年人体质指数、腰围与高血压、糖尿病和血脂异常的关系[J]. 中华疾病控制杂志, 2015, 19(7): 696-700.
- [4] Plank C, Lorbeer E. Simultaneous determination of glycerol, and mono-, di- and triglycerides in vegetable oil methyl esters by capillary gas chromatography[J]. J Chromatogr A, 1995, 697(1/2): 461-468.
- [5] Fauconnot L, Hau J, Aeschlimann J M, et al. Quantitative analysis of triacylglycerol regioisomers in fats and oils using reversed-phase high-performance liquid chromatography and atmospheric pressure chemical ionization mass spectrometry[J]. Rapid Commun Mass Spectrom, 2004, 18(2): 218-224.

- [6] Montealegre C, Marina M L, García-Ruiz C. Separation of olive proteins combining a simple extraction method and a selective capillary electrophoresis (CE) approach: application to raw and table olive samples [J]. *J Agric Food Chem*, 2010, 58(22): 11808-11813.
- [7] Saliu F, Modugno F, Orlandi M, et al. HPLC-APCI-MS analysis of triacylglycerols (TAGs) in historical pharmaceutical ointments from the eighteenth century [J]. *Anal Bioanal Chem*, 2011, 401(6): 1785-1800.
- [8] Zeb A, Murkovic M. Analysis of triacylglycerols in refined edible oils by isocratic HPLC-ESI-MS [J]. *Eur J Lipid Sci Technol*, 2010, 112(8): 844-851.
- [9] Zeb A, Murkovic M. Carotenoids and triacylglycerols interactions during thermal oxidation of refined olive oil [J]. *Food Chem*, 2011, 127(4): 1584-1593.
- [10] Laakso P, Voutilainen P. Analysis of triacylglycerols by silver-*Ion* high-performance liquid chromatography-atmospheric pressure chemical ionization mass spectrometry [J]. *Lipids*, 1996, 31(12): 1311-1322.
- [11] Nagai T, Gotoh N, Mizobe H, et al. Rapid separation of triacylglycerol positional isomers binding two saturated Fatty acids using octadecyl silylation column [J]. *J Oleo Sci*, 2011, 60(7): 345-350.
- [12] Lin J T, Arcinas A. Regiospecific analysis of diricino-leoylacylglycerols in *Castor (Ricinus communisL.)* oil by electrospray ionization - mass spectrometry [J]. *J Agric Food Chem*, 2007, 55(6): 2209-2216.
- [13] Kallio H, Nylund M, Boström P, et al. Triacylglycerol regioisomers in human milk resolved with an algorithmic novel electrospray ionization tandem mass spectrometry method [J]. *Food Chem*, 2017, 233: 351-360.
- [14] Dugo P, Beccaria M, Fawzy N, et al. Mass spectrometric elucidation of triacylglycerol content of *Brevoortia tyrannus* (menhaden) oil using non-aqueous reversed-phase liquid chromatography under ultra high pressure conditions [J]. *J Chromatogr A*, 2012, 1259: 227-236.
- [15] Tu A Q, Du Z X, Qu S P. Rapid profiling of triacylglycerols for identifying authenticity of edible oils using supercritical fluid chromatography-quadruple time-of-flight mass spectrometry combined with chemometric tools [J]. *Anal Methods*, 2016, 8(21): 4226-4238.
- [16] 谢亚, 魏芳, 吕昕, 等. 直接进样串联质谱法分析冷榨菜籽油中甘油三酯 [J]. *中国食品学报*, 2018, 18(1): 292-300.
- [17] 李秀娟, 薛雅琳, 朱琳, 等. 大麻仁油甘油三酯高效液相色谱-质谱分析研究 [J]. *中国油脂*, 2017, 42(8): 145-148.

(责任编辑:王丽芳)