

# 核磁共振法监控山茶油甘油解的方法研究

龙娟,肖新生,唐珊珊,李瑶,杨宁

(湖南科技学院 化学与生物工程学院,湘南优势植物资源综合利用湖南省重点实验室,湖南 永州 425199)

**摘要:**对核磁共振法监控山茶油甘油解的方法进行了研究。通过查找核磁共振谱图中山茶油甘油一酯(MAG)、甘油二酯(DAG)及甘油三酯(TAG)的特征指标,建立了其特征指标与含量的定量关系,从而实现了山茶油甘油解反应程度的有效监控。对 $^1\text{H}$  NMR谱分析得到甘油一酯的特征峰化学位移( $\delta$ )为3.92,1,2-甘油二酯的特征峰化学位移( $\delta$ )为5.09,1,3-甘油二酯的特征峰化学位移( $\delta$ )为4.09,甘油三酯的特征峰化学位移( $\delta$ )为5.27,其相对峰面积分别为88.69、42.11、27.26和36.74,进而推导出未知样甘油酯含量的计算方法。通过对比,发现核磁共振法和柱层析法监控山茶油甘油解反应的测定结果无显著性差异,核磁共振法所得到的结果可靠,可以用于山茶油甘油解反应过程的监控。

**关键词:**山茶油;甘油解;甘油一酯;甘油二酯;核磁共振

中图分类号:TS221;TQ641

文献标识码:A

文章编号:1003-7969(2020)10-0121-06

## Method of monitoring glycerolysis of oil – tea camellia seed oil by NMR

LONG Juan, XIAO Xinsheng, TANG Shanshan, LI Yao, YANG Ning

(Key Laboratory of Comprehensive Utilization of Advantage Plants Resources in Hunan South, Department of Chemistry and Biological Engineering, Hunan University of Science and Engineering, Yongzhou 425199, Hunan, China)

**Abstract:** The method of monitoring glycerolysis of oil – tea camellia seed oil by nuclear magnetic resonance (NMR) was studied. The characteristic indexes of monoacylglycerols (MAG), diacylglycerols (DAG) and triacylglycerols (TAG) were searched from NMR spectrum, and the quantitative relationship between the characteristic index and content was established so as to effectively monitor the reaction degree of glycerolysis of oil – tea camellia seed oil. The chemical shifts of the characteristic peaks of monoacylglycerols, 1, 2 – diacylglycerols, 1, 3 – diacylglycerols and triacylglycerols were  $\delta$  3.92,  $\delta$  5.09,  $\delta$  4.09 and  $\delta$  5.27, and their relative peak areas were 88.69, 42.11, 27.26 and 36.74, respectively. Then the calculation method of glyceride content in unknown samples was deduced. It was found that there was no significant difference between the results of NMR and column chromatography in monitoring glycerolysis of oil – tea camellia seed oil by comparison. The results obtained by NMR were reliable and NMR could be used for monitoring the glycerolysis of oil – tea camellia seed oil.

**Key words:** oil – tea camellia seed oil; glycerolysis; monoacylglycerols; diacylglycerols; NMR

收稿日期:2019-12-09;修回日期:2020-02-18

基金项目:湖南省大学生研究性学习和创新性实验计划项目(湘教通[2018]255号);湘南优势植物资源综合利用湖南省重点实验室开放基金(XNZW17C10, XNZW17C08);湖南省自然科学基金面上项目(2018JJ2143)

作者简介:龙娟(1999),女,在读本科,专业为制药工程(E-mail)2757174186@qq.com。

通信作者:肖新生,副教授,博士(E-mail)58022849@qq.com。

以山茶油和甘油为原料进行甘油解反应,制备得到主要组分为甘油一酯(MAG)、甘油二酯(DAG)和甘油三酯(TAG)的混合物,进一步分离后可以得到高纯度的MAG、DAG和TAG。这些组分在食品中具有不同的功能,并得到广泛的应用。甘油解反应进行的程度对产物的组成具有重要的影响,而对反应过程中各种甘油酯组成的快速测定是控制的关键环节。目前监控食用油甘油解反应过程的主要方

法有色谱法(柱层析法、高效液相色谱法<sup>[1-2]</sup>、气相色谱法<sup>[3-4]</sup>和薄层色谱法<sup>[5-6]</sup>)、质谱法<sup>[7-8]</sup>、色谱质谱联用技术<sup>[9-10]</sup>和近红外光谱技术<sup>[11]</sup>等,但这些方法具有操作烦琐、检测时间长和污染环境等缺点,因此寻找快速简单的测定方法具有重要意义。

核磁共振技术(NMR)是基于原子核对射频辐射所产生吸收的一种波谱技术,在物质的定性定量分析方面有着广泛的应用<sup>[12]</sup>。某种特定的原子核在给定的外加磁场中只能吸收某一特定频率,在核磁共振谱图上具有特定的化学位移。由于山茶油 MAG、DAG 和 TAG 结构的差异,导致其特定氢原子的化学位移有差异(特别是甘油骨架上的氢)。因此,利用 NMR 技术对山茶油甘油解制备甘油酯的反应过程进行监控,对其产物中所含的甘油酯进行定性以及定量分析是可行的。

本研究首先制备了纯的山茶油 MAG、1,2-DAG、1,3-DAG 和 TAG,然后采用 NMR 技术对纯品进行了氢谱分析,寻找各氢谱中特征峰并计算峰面积,总结 MAG、1,2-DAG、1,3-DAG 和 TAG 特征峰面积与甘油酯含量的关系,从而推导出甘油酯含量的计算公式。最后,利用建立的方法准确监控了山茶油甘油解过程中各组分含量的变化规律。本研究可为核磁共振法在其他反应过程的应用提供技术参考。

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料

山茶油,购于永州市零陵区农贸市场。石油醚、正己烷、无水乙醚和甘油,分析纯,购于天津市大茂化学试剂厂。氘代氯仿,分析纯,购于东京化成工业株式会社。2,7-二氯荧光素,分析纯,购于上海翰思化工有限公司。甲醇钠,分析纯,购于汇鑫化工有限责任公司。

Bruker Avance III HD400 型核磁共振波谱仪,RE-52A 型旋转蒸发仪,78-1 型磁力搅拌器,SHB-III A 型循环水式真空泵,C381730C 型具砂板存储球层析柱。

### 1.2 试验方法

#### 1.2.1 山茶油甘油解反应制备甘油酯

将 88.4 g 山茶油与 4.6 g 甘油(摩尔比 2:1)放入 250 mL 两口烧瓶中,往烧瓶中加入 1.78 g 甲醇钠(山茶油质量的 2%)作为反应的催化剂,并在瓶中放入四氟磁力搅拌子一粒,在两口烧瓶的其中一个接口装上磁力搅拌器的温控探头,另外一个接口接尾气收集装置。将两口烧瓶放入 150 °C 的磁力搅拌器中加热反应。从反应开始后的 0、10、30、50、

70、90、110、130、150 min 分别取 2 mL 的反应产物待测。

山茶油与甘油底物摩尔比 1:2 的反应将甘油的质量从 4.6 g 调整为 18.4 g,其余条件不变。从反应开始后的 0、20、40、60、80、100、120、150 min 分别取 2 mL 的反应产物待测。

#### 1.2.2 柱层析法分离产物

向 C381730C 型具砂板存储球层析柱中加入硅胶石油醚溶液(150 mL 石油醚 + 60 g 硅胶),加压压紧后,加入 1 g 样品。首先用石油醚进行洗脱,以 2,7-二氯荧光素为显色剂,采用 TLC 监测产物点,石油醚洗脱出来的点为 TAG。收集完 TAG 后,改用石油醚-乙醚-甲酸(体积比 70:30:1)为洗脱剂,分别得到 1,3-DAG 和 1,2-DAG。收集完成上述两个点后,改用乙醚-甲酸(体积比 100:2)进行洗脱,得到 MAG。收集得到的各点分别脱除溶剂后即得到山茶油 MAG、1,2-DAG、1,3-DAG 和 TAG 的纯品。将 4 个样品分别称重,计算各个组分的相对含量。

#### 1.2.3 核磁共振法分析

将纯化得到的 MAG、1,2-DAG、1,3-DAG、TAG 及甘油解反应液各取 10 mg,用 0.5 mL 氘代氯仿溶解,将溶解的样品转移至核磁管中,用 Bruker Avance III HD400 型核磁共振波谱仪,选择氢谱扫描 16 次,即得样品的氢谱图。将得到的谱图采用 MestReNova 软件进行分析,整理数据信息。MAG、1,2-DAG、1,3-DAG、TAG 样品特征峰的化学位移( $\delta$ )分别为 3.92、5.09、4.09、5.27,以端甲基(化学位移( $\delta$ )为 0.88)峰面积 300 为参考,计算各峰面积与含量的校正系数。进而根据未知样品中各特征峰的面积,利用校正系数可计算各组分的含量。

## 2 结果与讨论

### 2.1 山茶油甘油酯的核磁共振谱图分析

通过柱层析法分离后得到的样品,采用 Bruker Avance III HD400 型核磁共振波谱仪扫描即可得到氢谱图(<sup>1</sup>H NMR 谱),见图 1。将所得谱图用 MestReNova 软件进行分析,对<sup>1</sup>H NMR 谱图中的各个特征峰进行积分并计算峰面积。将<sup>1</sup>H NMR 谱图局部放大进行分析,见图 2。

由图 1 可知,山茶油各甘油酯的化学位移( $\delta$ ) 0~2.5 的吸收峰是基本一致的,对  $\delta$  0~2.5 的各个峰进行积分发现其峰面积一致。位于最右侧的  $\delta$  0.88 的峰是由脂肪酸的端甲基产生的吸收峰,该峰出现的位置以及对该峰进行积分所得到的峰面积最稳定,因此将此峰的峰面积赋值为 300,以其为基准

峰对各甘油酯的特征峰进行积分。对 $^1\text{H}$  NMR谱图中的 $\delta$  2.5~5.5进行分析, MAG、1,2-DAG、1,3-DAG和TAG的特征峰的化学位移( $\delta$ )分别为3.92、5.09、4.09、5.27。在本反应产物中杂质含量微小可忽略不计,所以总含量可视为MAG、1,2-DAG、1,3-DAG和TAG的含量之和。

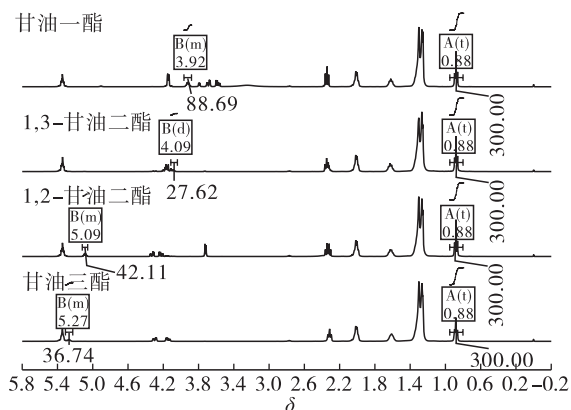


图1 各甘油酯的 $^1\text{H}$  NMR谱图

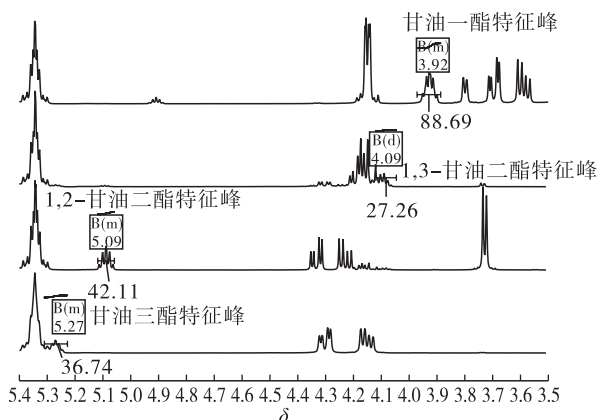


图2 各甘油酯局部放大 $^1\text{H}$  NMR谱图

从图2可以直观看出MAG、1,2-DAG、1,3-DAG和TAG的特征峰的位置。对甘油一酯的 $^1\text{H}$  NMR谱进行分析,脂肪酸端甲基所形成的吸收峰的化学位移( $\delta$ )为0.88(即A峰),以其为基准对峰面积赋值为300,对MAG的特征峰进行积分并计算其峰面积,得到特征峰(即B峰)的 $\delta$ 为3.92,峰面积为88.69。通过与1,2-DAG、1,3-DAG和TAG的 $^1\text{H}$  NMR谱进行比对,发现在1,2-DAG、1,3-DAG和TAG的谱图中 $\delta$  3.92处不存在吸收峰。对1,2-DAG的 $^1\text{H}$  NMR谱进行分析,以脂肪酸端甲基所形成的吸收峰为基准对峰面积赋值为300,再对1,2-DAG的特征峰积分并计算其峰面积,得特征峰(即B峰)的 $\delta$ 为5.09,峰面积为42.11。通过与MAG、1,3-DAG和TAG的 $^1\text{H}$  NMR谱对比,发现其他 $^1\text{H}$  NMR谱的 $\delta$  5.09处不存在吸收峰。对此现象进行分析,假设该处的特征峰峰面

积随着1,2-DAG含量的增大而增大。对1,3-DAG的 $^1\text{H}$  NMR谱解析,计算其特征峰的峰面积,以 $\delta$  0.88的端甲基上的H所产生的吸收峰为基准,对其赋值300为标准值,对1,3-DAG的特征峰进行积分并计算其峰面积,得到特征峰的 $\delta$ 为4.09,峰面积为27.26。与MAG、1,2-DAG和TAG的 $^1\text{H}$  NMR谱比对,虽然在其特征峰附近存在吸收峰,但吸收峰并未重叠,且该处的特征峰的化学位移在另外的 $^1\text{H}$  NMR谱中没有吸收峰,这一发现证明了前面的推测,只有当存在某一甘油酯时,才会在该甘油酯的特征峰位移处产生一定的吸收峰,即特征峰的峰面积随着其含量的改变而改变。同样,以脂肪酸端甲基所形成的吸收峰为基准对峰面积赋值为300,对TAG的特征峰进行积分,得到其特征峰的 $\delta$ 为5.27,峰面积为36.74。对比MAG、1,2-DAG和1,3-DAG的 $^1\text{H}$  NMR谱, $\delta$  5.27处没有明显的吸收峰,且该处的峰面积为0,因此在甘油三酯特征峰位置为 $\delta$  5.27处的峰面积较大的时候,其他的谱图中在该位置所产生的吸收峰对结果的影响不大。经过对比,发现MAG、1,2-DAG、1,3-DAG和TAG的特征峰的峰面积均在其为纯甘油酯的时候有一个最大值。

通过以上分析,本研究做出以下推测:假如所测样品中全部组分都是TAG时,其特征峰的峰面积为36.74;对比其他甘油酯的 $^1\text{H}$  NMR谱,对化学位移相等的位置进行积分时,其他 $^1\text{H}$  NMR谱中得到的峰面积为0,则反应体系中的TAG特征峰峰面积的取值范围为0~36.74,即峰面积的值越靠近36.74时,体系中TAG的含量越多。同理,可得到关于MAG、1,2-DAG和1,3-DAG含量变化的预测。针对上述推测,本研究将通过同时采用核磁共振法和柱层析法计算分离后的各个组分在未知样中的含量,将采用两种方法分别重复5次试验所得到的结果进行比对,验证两方法是否存在明显的差异。

## 2.2 核磁共振法计算各甘油酯含量

### 2.2.1 甘油酯含量的推导

将图1和图2进行比较,发现MAG在 $\delta$  3.92处存在吸收峰,在1,2-DAG、1,3-DAG和TAG的 $^1\text{H}$  NMR谱该化学位移处不存在吸收峰。同理对1,2-DAG、1,3-DAG和TAG的特征峰进行分析,其特征峰 $\delta$ 值分别为5.09、4.09和5.27,依次分析1,2-DAG、1,3-DAG和TAG的特征峰的情况,在除本身之外的图谱中,同一化学位移处均没有发现吸收峰。以脂肪酸端甲基所形成的吸收峰为基准对峰面积赋值为300,对其他谱图进行积分得到特征

峰的峰面积,见表1。

表1 特征峰峰面积

甘油酯	特征峰化学位移	峰面积
MAG	3.92	88.69
1,2-DAG	5.09	42.11
1,3-DAG	4.09	27.26
TAG	5.27	36.74

针对甘油酯的特征峰的峰面积会随着甘油酯含量的变化而变化这一推测,再根据各甘油酯的<sup>1</sup>H NMR谱的实际情况可做出推断:甘油酯的含量与特征峰的峰面积呈正比,由此推导出相应的关系式如下。

$$\text{甘油一酯含量} = \frac{S_{\text{未知样}83.92}}{88.69} \times 100\%$$

$$1,2\text{-甘油二酯含量} = \frac{S_{\text{未知样}55.09}}{42.11} \times 100\%$$

$$1,3\text{-甘油二酯含量} = \frac{S_{\text{未知样}84.09}}{27.26} \times 100\%$$

$$\text{甘油三酯含量} = \frac{S_{\text{未知样}55.27}}{36.74} \times 100\%$$

式中: $S$ 为特征峰的峰面积; $\delta$ 为<sup>1</sup>H NMR谱中的化学位移。

### 2.2.2 甘油酯含量计算

取甘油解反应液样品10 mg,用0.5 mL氘代氯仿溶解,将溶解的样品转移至核磁管中,用Bruker Avance III HD400型核磁共振波谱仪,选择氢谱扫描16次,即得样品的氢谱图,见图3。经过对<sup>1</sup>H NMR谱进行积分,得到特征峰的峰面积,结果见表2。

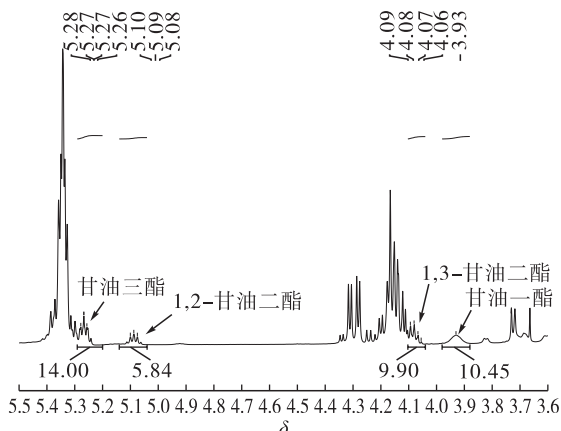


图3 未知样中甘油酯各组分的特征峰

表2 150 min 时<sup>1</sup>H NMR谱特征峰峰面积

甘油酯	各试验次数下甘油酯特征峰峰面积				
	1	2	3	4	5
MAG	10.45	10.51	10.49	10.53	10.41
1,2-DAG	5.84	5.86	5.84	5.82	5.84
1,3-DAG	9.90	9.89	9.93	9.85	9.94
TAG	14.00	13.94	13.91	14.03	13.93

将表2中的结果带入2.2.1中的公式,得到各甘油酯的含量,见表3。

表3 150 min 时各甘油酯含量

甘油酯	各试验次数下甘油酯含量/%				
	1	2	3	4	5
MAG	11.78	11.85	11.83	11.87	11.74
1,2-DAG	13.87	13.92	13.87	13.82	13.87
1,3-DAG	36.32	36.28	36.43	36.13	36.46
TAG	38.11	37.94	37.86	38.19	37.92

### 2.3 柱层析法计算各甘油酯含量

取甘油解反应液样品(与采用核磁共振法的甘油解反应液样品相同)1.0 g,采用柱层析法分离得到山茶油MAG、1,2-DAG、1,3-DAG和TAG的纯品。将4个样品分别称重并计算各个组分的相对含量,结果见表4、表5。

表4 柱层析法测得各甘油酯质量

甘油酯	各试验次数下甘油酯质量/g				
	1	2	3	4	5
MAG	0.115 7	0.116 6	0.115 2	0.116 0	0.115 9
1,2-DAG	0.136 5	0.136 8	0.136 8	0.136 3	0.136 5
1,3-DAG	0.356 0	0.357 3	0.357 4	0.355 5	0.358 1
TAG	0.372 7	0.371 1	0.371 3	0.373 6	0.372 7

表5 柱层析法各甘油酯相对含量

甘油酯	各试验次数下甘油酯相对含量/%				
	1	2	3	4	5
MAG	11.79	11.88	11.75	11.82	11.79
1,2-DAG	13.92	13.93	13.95	13.89	13.88
1,3-DAG	36.29	36.39	36.44	36.22	36.42
TAG	37.99	37.80	37.86	38.07	37.91

### 2.4 两种方法的方差分析

利用单因素方差分析对核磁共振法和柱层析法进行比较分析,结果如表6~表9所示。

表6 MAG方差分析结果

差异源	平方和	自由度	均方	$F$	$P$	$F_{crit}$
组间	3.104 86E-08	1	3.104 86E-08	0.121 423	0.736 489	5.317 655
组内	2.045 65E-06	8	2.557 06E-07			
总计	2.076 7E-06	9				

表7 1,2-DAG 方差分析结果

差异源	平方和	自由度	均方	<i>F</i>	<i>P</i>	<i>F</i> <sub>crit</sub>
组间	4.300 98E-07	1	4.300 98E-07	2.985 002	0.122 305	5.317 655
组内	1.152 69E-06	8	1.440 86E-07			
总计	1.582 79E-06	9				

表8 1,3-DAG 方差分析结果

差异源	平方和	自由度	均方	<i>F</i>	<i>P</i>	<i>F</i> <sub>crit</sub>
组间	2.473 66E-07	1	2.473 66E-07	0.193 015	0.672 044	5.317 655
组内	1.025 27E-05	8	1.281 58E-06			
总计	1.05E-05	9				

表9 TAG 方差分析结果

差异源	平方和	自由度	均方	<i>F</i>	<i>P</i>	<i>F</i> <sub>crit</sub>
组间	1.509 72E-06	1	1.509 72E-06	0.990 488	0.348 769	5.317 655
组内	1.219 38E-05	8	1.524 22E-06			
总计	1.370 35E-05	9				

通过方差分析的特性,当  $F > F_{crit}$  时,存在差异,此时再比较 *P* 值,若  $0.01 < P < 0.05$ ,则存在显著性差异,若  $P < 0.01$  则表示差异极显著。反之则不存在显著性差异。

从表6~表9可知,所有组分(MAG、1,2-DAG、1,3-DAG和TAG)经方差分析计算得到的 *F* 值均小于 *F*<sub>crit</sub> 值,*P* 值均大于0.05,因此核磁共振法和柱层析法无显著性差异。

## 2.5 山茶油甘油解反应过程监控

### 2.5.1 山茶油与甘油摩尔比1:2时的甘油解反应

过程监控

将88.4 g 山茶油与18.4 g 甘油(摩尔比1:2)反应,从反应开始后的0、20、40、60、80、100、120、150 min 分别取2 mL 的反应产物,使用 Bruker Avance III HD400 型核磁共振波谱仪得到氢谱图,将得到的谱图采用 MestReNova 软件进行分析,计算特征峰的峰面积,将其峰面积带入2.2.1中的公式中,得到不同反应时间的MAG、1,2-DAG、1,3-DAG、TAG 含量,结果见表10。

表10 山茶油与甘油摩尔比1:2时不同反应时间的甘油酯含量

甘油酯	不同反应时间甘油酯含量/%							
	0 min	20 min	40 min	60 min	80 min	100 min	120 min	150 min
MAG	0	1.10	2.23	2.66	5.00	8.65	14.13	16.25
1,3-DAG	0	1.15	9.94	11.18	11.87	23.06	24.85	22.65
1,2-DAG	0	1.21	2.09	2.52	3.93	9.83	15.12	15.21
TAG	100	96.54	85.74	83.64	79.20	58.46	45.90	45.89

由表10可以看出:在反应开始后的0~20 min、40~80 min 和120~150 min,反应相对比较缓慢,反应过程中有两次比较剧烈的变化,第一次是在20~40 min,生成了较多的1,3-DAG,TAG 减少得较快,第二次是在80~120 min 时,此时TAG 的含量大幅减少,其余甘油酯含量大幅增多,然后反应进入平衡状态。甘油解反应是一种可逆反应,在反应进行到120 min 后基本进入平衡状态,此时各个组分的含量变化不大。

### 2.5.2 山茶油与甘油摩尔比2:1时的甘油解反应过程监控

将88.4 g 山茶油与4.6 g 甘油(摩尔比2:1)反应,从反应开始后的0、10、30、50、70、90、110、130、

150 min 分别取2 mL 的反应产物,使用 Bruker Avance III HD400 型核磁共振波谱仪得到氢谱图,将得到的谱图采用 MestReNova 软件进行分析,计算特征峰的峰面积,将其峰面积带入2.2.1中的公式,得到不同反应时间的MAG、1,2-DAG、1,3-DAG、TAG 含量,结果见表11。

由表11可以看出,在此反应过程中,TAG 含量从100%减少到38.10%,与以山茶油与甘油摩尔比1:2进行反应的结果相比较,减少幅度更大。从化学反应的角度来看,2 mol 的甘油三酯与1 mol 的甘油完全反应可以得到2 mol 的甘油二酯,因为甘油解反应为可逆反应,在反应达到一定程度之后会趋于平衡。

表 11 山茶油与甘油摩尔比 2:1 时不同反应时间的甘油酯含量

甘油酯	不同反应时间甘油酯含量/%								
	0 min	10 min	30 min	50 min	70 min	90 min	110 min	130 min	150 min
MAG	0.00	1.06	1.35	1.48	1.24	5.36	10.84	11.28	11.78
1,3-DAG	0.00	2.00	5.19	6.98	16.85	29.11	30.08	35.83	36.32
1,2-DAG	0.00	0.94	1.46	1.77	1.83	6.46	9.81	13.03	13.80
TAG	100.00	96.00	92.00	89.76	80.08	59.08	49.28	39.86	38.10

对比山茶油与甘油摩尔比为 1:2 和 2:1 的甘油解反应,共同点有:反应到达一定时间后可逆反应就趋于平衡。这两个反应过程中的不同点有:①后者的反应程度大于前者的反应程度,即山茶油与甘油摩尔比为 2:1 的反应中 1,3-DAG 的含量更多, TAG 含量更少;②反应达到平衡状态时,前者的 MAG 和 1,2-DAG 含量较后者多。

### 3 结论

通过对山茶油甘油一酯、1,2-甘油二酯、1,3-甘油二酯和甘油三酯纯品的核磁共振氢谱分析,可以找到各自的特征峰,其化学位移( $\delta$ )分别为 3.92、5.09、4.09 和 5.27,其相对峰面积分别为 88.69、42.11、27.26 和 36.74,进而推导出未知样甘油酯含量的计算方法。将相同甘油解产物分别采用柱层析法和核磁共振法进行分析测定,通过方差分析发现两种方法测定的结果没有显著性差异,即利用 NMR 技术对山茶油甘油解制备甘油酯的反应过程进行监控,对其产物中所含的甘油酯进行定量分析是可行的。同时,本研究利用建立的方法准确监控了山茶油甘油解过程中各组分的含量变化规律。核磁共振法监控山茶油甘油解反应过程中各个组分的含量具有快速、准确和环保等特点,值得采用并推广到其他合成反应中。

#### 参考文献:

- [1] 钟南京,李琳,李冰,等. 甘油酯的液相色谱分析[J]. 现代食品科技,2012,28(1):123-126.  
[2] 樊巧英,曹迪迪,张星星,等. 甘油二酯异构体高效液相

色谱分析法的建立[J]. 中国油脂,2017,42(8):131-135.

- [3] 王丽丽,汪勇,胡长鹰,等. 高温气相色谱分析甘油酯的研究[J]. 中国油脂,2011,36(7):75-79.  
[4] LIPP M. Determination of the adulteration of butter fat by its triglyceride composition obtained by GC. A comparison of the suitability of PLS and neural networks[J]. Food Chem,1996,55(4):389-395.  
[5] 周思,王志耕,梅林,等. 乳脂中 1,3-甘油二酯检测方法的研究[J]. 中国油脂,2011,36(7):67-70.  
[6] 鲍方宇,张敏. 薄层色谱法测定油脂中甘油三酯含量[J]. 食品科学,2013,34(4):125-128.  
[7] 陆妹欢,余超,柴莎莎,等. 大气压化学电离源-质谱法分析花生四烯酸油脂成分[J]. 中国油脂,2016,41(4):92-95.  
[8] 张耀利,裴兴丽,龚灿,等. 大气压化学电离-高分辨质谱直接分析食用油中的甘油三酯[J]. 分析化学,2017(2):183-190.  
[9] 高晓红,郑毅,袁建,等. 反相高效液相色谱-蒸发光散射检测法测定大豆油中的甘油二酯[J]. 中国油脂,2014,39(1):65-68.  
[10] 雷小瑞,龚灿,杜嘉琳,等. 高温气相色谱-质谱联用法分析玉米油、掺杂油和煎煮油[J]. 分析实验室,2017,36(6):655-659.  
[11] 明朗,陈哲,张军,等. 近红外光谱法检测甘油酸酯及游离脂肪酸[J]. 光谱实验室,2013,30(3):1418-1421.  
[12] 周秋菊,向俊锋,唐亚林,等. 纯位移核磁共振氢谱及其应用[J]. 波谱学杂志,2016,33(3):502-513.

**《中国油脂》微博已开通,欢迎广大油友互动交流!**

新浪官方微博:中国油脂 <http://e.weibo.com/2841983372/profile>