DOI: 10.19902/j. cnki. zgyz. 1003 - 7969. 230186

中链甘油三酯中甘油二酯的分离与结构鉴定

王国财,唐顺之,袁 诚,李继荣,牟肖男,许文东

(广州白云山汉方现代药业有限公司,中药制药过程技术与新药创制国家工程研究中心, 广东省药用脂质重点实验室,广州510006)

摘要:旨在阐明中链甘油三酯产品中的主要副产物甘油二酯类杂质的化学成分,以中链甘油三酯为 原料,通过硅胶柱层析和半制备高效液相色谱法分离其中的甘油二酯,并通过核磁谱、质谱、红外光 谱、紫外光谱和气相色谱对甘油二酯的结构进行鉴定。结果表明:从中链甘油三酯中分离出6种甘 油二酯(DG-1~DG-6),结构依次被鉴定为1,3-二辛酸甘油二酯、1,2-二辛酸甘油二酯、1,3-辛酸癸酸甘油二酯、1,2-辛酸癸酸甘油二酯、1,3-二癸酸甘油二酯、1,2-二癸酸甘油二酯。了解 中链甘油三酯中甘油二酯的结构有助于中链甘油三酯的质量控制和临床应用。

关键词:中链甘油三酯;甘油二酯;分离;鉴定

中图分类号:TS228;TQ646 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2024)11-0081-05

Isolation and identification of diglycerides from medium – chain triglycerides

WANG Guocai, TANG Shunzhi, YUAN Cheng, LI Jirong,

MU Xiaonan, XU Wendong

(Guangdong Provincial Key Laboratory of Medicinal Lipid, National Engineering Research Center of Pharmaceutical Processing Technology of Traditional Chinese Medicine and Drug Innovation,

Guangzhou Hanfang Pharmaceutical Co., Ltd., Guangzhou 510006, China)

Abstract: To clarify the chemical composition of diglycerides impurities, a major by – product in medium – chain triglycerides products, diglycerides were isolated from medium – chain triglycerides through silica gel column and semipreparative high performance liquid chromatography, and the structures of diglycerides were identified. The results showed that six diglycerides (DG - 1 - DG - 6) were isolated from medium – chain triglycerides, and the structures of DG - 1 - DG - 6 were identified as 1, 3 – dicaprylin glycerate, 1, 2 – dicaprylin glycerate, 1, 3 – caprylin, caprin glycerate, 1, 2 – dicaprin glycerate, 1, 3 – dicaprin glycerate, 1, 2 – dicaprin glycerate by nuclear magnetic spectrum, mass spectrum, IR spectrum, ultraviolet spectrum, and gas chromatography. Knowing the structure of diglycerides in medium – chain triglycerides is conducive to the quality control and clinical application of medium – chain triglycerides.

Key words: medium - chain triglycerides; diglycerides; isolation; identification

中链甘油三酯(Medium - chain triglycerides,

MCT),是由中链脂肪酸(主要为辛、癸酸混合物)与 甘油通过酯化反应生成的甘油三酯混合物,辛、癸酸 混合物主要是从椰子(Cocos nucifem L.)或油棕 (Elaeis guineensis Jacq.)提取的油脂中分离而得^[1]。 多年来,MCT 在国内外被广泛应用于药品、食品、保 健品等方面,安全可靠,具有广阔的应用领域和较高 的使用价值^[2-4]。目前对于 MCT 的研究主要集中 在合成方法、应用、药理、脂肪酸组成、甘油三酯含 量、分析方法等方面^[5-9],对于 MCT 制备过程中的

收稿日期:2023-04-15;修回日期:2024-06-17

基金项目:广东省科技计划项目"广东省药用脂质重点实验 室"(2023B1212070030)

作者简介:王国财(1989),男,正高级工程师,博士,研究方向为药用脂质新产品开发(E-mail)wanggc@byshf.com。

通信作者:许文东,教授级高级工程师(E-mail)312882011@ qq. com。

主要副产物甘油二酯类杂质的分离及化学成分研 究几乎没有报道,而对于甘油二酯的研究较多集 中在合成、毒性等方面^[10-13],例如其对小鼠生殖 细胞有无致畸作用,是否增加小鼠肿瘤的发生率 等,关于其成分鉴定的系统研究尚未涉及。了解 甘油二酯类杂质的化学结构对 MCT 的药用研究至 关重要,可为 MCT 质量、安全、杂质的控制及临床使 用提供科学依据。

本研究以广州白云山汉方现代药业有限公司生产的 MCT(由辛、癸酸混合物为原料生产)为原料,通过硅胶柱层析和半制备高效液相色谱(HPLC)分离其中的甘油二酯,并利用紫外光谱、红外光谱、质谱、氢谱、碳谱、气相色谱以及导核多键相关谱(HMBC)等分析方法对甘油二酯进行表征,鉴定甘油二酯的化学结构,以期为 MCT 的质量控制和临床应用提供参考。

1 材料与方法

1.1 实验材料

MCT,广州白云山汉方现代药业有限公司;硅 胶,青岛海洋化工有限公司;乙酸乙酯、己烷、异辛 烷,分析纯,国药集团化学试剂有限公司;乙腈、异丙 醇、正己烷、庚烷、异丙醇,色谱纯,Sigma – Aldrich 公司。

Shimadzu UV - 2550 紫外光谱仪, FTIR - 650 傅 里叶变换红外光谱仪, Agilent 6890N 气相色谱仪, TSQ - Quantum Ultra 质谱仪, Waters 半制备高效液 相色谱仪, Bruker 500 NMR 和 125 NMR 核磁共 振仪。

1.2 实验方法

1.2.1 MCT 中甘油二酯的分离纯化

取 200 g MCT,采取硅胶柱层析进行分离,以乙酸乙酯 - 正己烷(体积比 3:1、2:1、1:1、1:2)为洗脱

剂分离得到3个组分(A1~A3)。利用半制备 HPLC 对组分 A3进行分离,得到3个馏分(A3a、 A3b、A3c),分析条件:流动相为乙腈-异丙醇(体积 比48:52)溶液,流速3.0 mL/min,等度洗脱。A3a、 A3b、A3c 再分别经半制备 HPLC 分离纯化得到甘油 二酯化合物 DG-1、DG-2,DG-3、DG-4和 DG-5、DG-6,分析条件:流动相为庚烷-异丙醇(体积 比94:6),流速3.0 mL/min,等度洗脱。

1.2.2 甘油二酯的表征及鉴定

依据 JY/T 003—1996《有机质谱分析方法通则》采用电喷雾电离(ESI)质谱对 6 种甘油二酯的 化学结构进行鉴定。分析条件:ESI离子源,离子源 温度 250℃;电子能量 70 eV;检测器电压 1 200 V; 扫描范围(*m/z*)50~1 000。

依据 JY/T 007—1996《超导脉冲傅里叶变换核 磁共振波谱方法通则》进行核磁共振氢谱、碳谱以 及二维 HMBC 测定。分析条件:选用的溶剂为 CDCl₃;氢谱内标选用四甲基硅烷。

紫外、红外光谱分析分别参考《中国药典 2020 版》四部通则 0401 紫外分光光度法和 0402 红外分 光光度法。

1.2.3 甘油二酯的脂肪酸组成测定

参照文献[14],采用配备氢火焰离子化检测器的 Agilent 6890N 气相色谱仪测定脂肪酸组成。

GC 条件: 熔融石英毛细管柱(0.53 mm × 30 m);升温程序为进样后保持柱温 70℃约 2 min,然后 以 5℃/min 升温至 240℃,保持 5 min;进样口温度 220℃;载气为氦气,流速 50 cm/s。

2 结果与讨论

2.1 甘油二酯 DG-1~DG-6 的化学结构

甘油二酯 DG - 1 ~ DG - 6 的化学结构如图 1 所示。







^{2.2} DG-1~DG-6 结构的鉴定

甘油二酯 DG-1~DG-6 的核磁共振(NMR)

氢谱和碳谱结果见表1、表2。

位置	DG – 1	DG – 2	DG – 3	DG – 4	DG – 5	DG – 6				
1	$4.09 \sim 4.20$, m	$4.21 \sim 4.34$, m	4.10~4.17, m	$4.21 \sim 4.33$, m	$4.12 \sim 4.20$, m	4.21~4.34, m				
2	$4.05\sim\!4.08,~\mathrm{m}$	5.08, m	$4.05\sim\!4.09,\mbox{ m}$	5.08, m	$4.06 \sim 4.11$, m	5.08, m				
3	$4.09 \sim 4.20$, m	$3.69 \sim 3.75$, m	4.10~4.17, m	$3.69 \sim 3.75$, m	$4.12 \sim 4.20$, m	$3.69 \sim 3.75$, m				
2'	$2.30 \sim 2.36$, m	$2.30 \sim 2.36$, m	$2.27 \sim 2.36$, m	$2.30 \sim 2.36$, m	$2.33 \sim 2.36$, m	$2.30 \sim 2.34$, m				
3'	1.60~1.66, m	1.58~1.66, m	$1.60 \sim 1.65$, m	1.58~1.65, m	1.59~1.65, m	1.58~1.65, m				
4′	1.24~1.29, m	1.27~1.30, m	1.26~1.29, m	1.26~1.29, m	1.26~1.31, m	1.26~1.31, m				
5'	1.24~1.29, m	1.27~1.30, m	1.26~1.29, m	1.26~1.29, m	1.26~1.31, m	1.26~1.31, m				
6′	1.24~1.29, m	1.27~1.30, m	1.26~1.29, m	1.26~1.29, m	1.26~1.31, m	1.26~1.31, m				
7′	1.24~1.29, m	1.27~1.30, m	1.26~1.29, m	1.26~1.29, m	1.26~1.31, m	1.26~1.31, m				
8′	0.88, t	0.88, t	1.26~1.29, m	1.26~1.29, m	1.26~1.31, m	1.26~1.31, m				
9′	-	-	1.26~1.29, m	1.26~1.29, m	1.26~1.31, m	1.26~1.31, m				
10'	_	-	0.88, t	0.88, t	0.88, t	0.88, t				
2″	$2.30 \sim 2.36$, m	$2.30 \sim 2.36$, m	$2.27 \sim 2.36$, m	$2.30 \sim 2.36$, m	$2.33 \sim 2.36$, m	$2.30 \sim 2.34$, m				
3″	1.60~1.66, m	1.58~1.66, m	$1.60 \sim 1.65$, m	1.58~1.65, m	1.59~1.65, m	1.58~1.65, m				
4″	1.24~1.29, m	$1.27 \sim 1.30$, m	$1.26 \sim 1.29$, m	$1.26 \sim 1.29$, m	1.26~1.31, m	1.26~1.31, m				
5″	$1.24 \sim 1.29$, m	$1.27 \sim 1.30$, m	$1.26 \sim 1.29$, m	$1.26 \sim 1.29$, m	1.26~1.31, m	1.26~1.31, m				
6″	1.24~1.29, m	1.27~1.30, m	1.26~1.29, m	1.26~1.29, m	1.26~1.31, m	1.26~1.31, m				
7″	1.24~1.29, m	1.27~1.30, m	1.26~1.29, m	1.26~1.29, m	1.26~1.31, m	1.26~1.31, m				
8″	0.88, t	0.88, t	0.88, t	0.88, t	1.26~1.31, m	1.26~1.31, m				
9″	_	-	-	-	1.26~1.31, m	1.26~1.31, m				
10″	-	-	-	-	0.88, t	0.88, t				

表 1 DG - 1 ~ DG - 6 ¹H NMR 化学位移 Table 1 ¹H NMR Chemical shifts of DG - 1 - DG - 6

注:t为三重峰;m为多重峰。下同

Note: "t" is triple peak; "m" is multiple peak. The same below

表	2	DG - 1 ~ DG - 6 ¹³ C NMR 化学位移

位置	DG – 1	DG – 2	DG - 3	DG -4	DG - 5	DG - 6
1	64.9	62.0	65.0	62.0	65.0	62.0
2	68.3	72.1	68.3	72.1	68.3	72.1
3	64.9	61.5	65.0	61.5	65.0	61.4
1′	173.9	173.8	173.9	173.8	173.9	173.8
2'	34.1	34.0	34.1	34.1	34.1	34.1
3'	24.9	24.8	24.8	24.8	24.8	24.8
4′	28.8 ~ 29.0	28.8 ~ 29.0	28.8 ~ 29.3	28.8 ~ 29.3	29.0 ~ 29.3	29.0~29.3
5'	28.8 ~ 29.0	28.8 ~ 29.0	28.8 ~ 29.3	28.8 ~ 29.3	29.0 ~ 29.3	29.0~29.3
6'	31.6	31.6	28.8 ~ 29.3	28.8 ~ 29.3	29.0 ~ 29.3	29.0~29.3
7′	22.5	22.5	28.8 ~ 29.3	28.8~29.3	29.0 ~ 29.3	29.0~29.3
8′	14.0	14.0	31.6	31.6	31.8	31.8
9'	-	-	22.5	22.6	22.6	22.6
10'	-	-	14.0	14.0	14.1	14.1
1″	173.9	173.4	173.9	173.4	173.9	173.4
2″	34.1	34.0	34.1	34.1	34.1	34.1
3″	24.9	24.8	24.8	24.8	24.8	24.8
4″	28.8 ~ 29.0	28.8 ~ 29.0	28.8 ~ 29.3	28.8 ~ 29.3	29.0 ~ 29.3	29.0~29.3
5″	28.8 ~ 29.0	28.8 ~ 29.0	28.8 ~ 29.3	28.8~29.3	29.0 ~ 29.3	29.0~29.3
6″	31.6	31.6	31.6	31.6	29.0 ~ 29.3	29.0~29.3
7″	22.5	22.5	22.5	22.6	29.0~29.3	29.0~29.3
8″	14.0	14.0	14.0	14.0	31.8	31.8
9″	-	-	-	-	22.6	22.6
10"	-	-	-	-	14.1	14.1

Table 2 ¹³C NMR Chemical shifts of DG – 1 – DG – 6

ESI 质谱结果显示, DG-1 具有 ESI - MS(m/z)367 [M+Na]⁺的分子离子峰,表明其相对分子质 量为344。DG-1的紫外吸收在210 nm 波长处有 最大吸收,红外光谱结果揭示 DG-1 具有羟基 (3 606 cm⁻¹)和羰基(1 735 cm⁻¹)基团。由表 1、表 2 可知, DG-1 具有特征的甘油残基基团(δ_H 4.09~ 4.20,δ_H4.05~4.08,δ_C64.9,δ_C68.3),2个相同碳谱 化学位移的酯羰基(δ_c 173.9),2 个氢谱和碳谱化学 位移均相同的甲基($\delta_{\rm H}$ 0.88, $\delta_{\rm C}$ 14.0), 12 个饱和亚 甲基($\delta_{\rm H}$ 2.30~2.36, $\delta_{\rm H}$ 1.60~1.66, $\delta_{\rm H}$ 1.24~ $1.29, \delta_{\rm H} 1.24 \sim 1.29, \delta_{\rm H} 1.24 \sim 1.29, \delta_{\rm H} 1.24 \sim 1.29;$ $\delta_{\rm C}$ 34. 1, $\delta_{\rm C}$ 24. 9, $\delta_{\rm C}$ 28. 8 ~ 29. 0, $\delta_{\rm C}$ 28. 8 ~ 29. 0, δ_{c} 31.6, δ_{c} 22.5), 上述信息表明 DG - 1 的分子式 为 $C_{19}H_{36}O_5$,包含2个不饱和度。高度对称的核磁 数据表明化合物 DG-1 具有对称结构,可初步判断 其为1,3-甘油二酯。气相色谱检测 DG-1 的脂 肪酸组成发现,DG-1中含有100%的辛酸。因此, 鉴定化合物 DG-1为1,3-二辛酸甘油二酯。

ESI 质谱结果显示, DG - 2 与 DG - 1 具有相同 的 ESI - MS(m/z) 367 [M + Na]⁺分子离子峰,表明 其相对分子质量为 344。DG - 1和 DG - 2 的紫外吸 收均在 210 nm 波长处有最大吸收,说明这两个化合 物存在相同的发色基团。由表 1、表 2 可知, 对比 DG - 1 和 DG - 2 的氢、碳谱核磁数据,提示 DG - 1 和 DG - 2 可能是同分异构体,因此 DG - 2 的分子 式为 C₁₉ H₃₆ O₅。对比 DG - 1, DG - 2 核磁图谱中 H - 2 化学位移的低场移动 ($\Delta\delta_{\rm H}$ 1.01)和 H - 3 的 高场移动 ($\Delta\delta_{\rm H}$ 0.43),表明 DG - 2 中辛酸残基由 C - 3 向 C - 2 转移。此外,进一步分析 2D NMR 数 据,通过 H - 2 (δ 5.08)和C - 1"(δ 173.4)的 HMBC 相关信号证实了这一结论。DG - 2 的脂肪酸组成结 果表明 DG - 2 中含有 100% 的辛酸。因此,化合物 DG - 2 被鉴定为 1,2 - 二辛酸甘油二酯。

ESI 质谱检测结果显示, DG - 3 具有 ESI - MS (*m/z*) 395 [M + Na]⁺分子离子峰, 比 DG - 1 多28, 表明其相对分子质量为 372。DG - 3 与 DG - 1 具有 相似的紫外最大吸收波长(210 nm) 以及红外吸收 光谱[羟基(3 606 cm⁻¹)和羰基(1 733 cm⁻¹)基 团],且由表 1、表 2 可知, DG - 3 比 DG - 2 多了 2 个 亚甲基,可推测 DG - 3 的分子式为 C₂₁ H₄₀ O₅。由表 1、表 2 可知, CH - 2 ($\delta_{\rm H}$ 4.05 ~ 4.09, $\delta_{\rm C}$ 68.3)、CH₂ - 1 和 CH₂ - 3 ($\delta_{\rm H}$ 4.10 ~ 4.17, $\delta_{\rm C}$ 65.0)极其相似,结 合 HMBC 二维核磁图谱中 H - 1(δ 4.09 ~ 4.20) 和 C - 1' (δ 173.9)相关信号表明 DG - 3 为 1,3 - 甘油 二酯类结构。进一步通过气相色谱分析 DG - 3 的脂 肪酸组成,结果发现其辛酸和癸酸的比例为1:1,确 定化合物 DG-3 为1,3-辛酸癸酸甘油二酯。

ESI 质谱检测结果显示 DG -4 与 DG -3 拥有 相同的 ESI - MS(m/z)395 [M + Na]⁺分子离子峰, 表明二者为同分异构体,因此二者分子式相同。由表 1、表 2 可知,与 DG -3 对比,DG -4 中 H -3 的高场 移动($\Delta\delta_{\rm H}$ 0.41)和 H -2 的低场移动($\Delta\delta_{\rm H}$ 1.01)表明 DG -4 是 1,2 - 甘油二酯类化合物,同时 H -1 (δ 4.21 ~ 4.33)与 C - 1'(δ 173.8)和 H - 2 (δ 5.08)与 C - 1"(δ 173.4)的 HMBC 二维核磁相 关信号证实了这一点。此外,脂肪酸组成结果显示, DG - 4 的辛酸与癸酸比为 1:1,由此推断 DG - 4 的结构为 1,2 - 辛酸癸酸甘油二酯。

ESI 质谱检测结果显示, DG - 5 的分子离子峰 为 423 $[M + Na]^+$,表明其相对分子质量为 400,通 过将其紫外最大吸收波长(210 nm)、红外吸光光谱 [羟基(3 610 cm⁻¹)和羰基(1 733 cm⁻¹)基团]、氢 谱和碳谱核磁(表 1 和表 2)与 DG - 3 的对比,可推 测 DG - 5 的分子式为C₂₃H₄₄O₅。由表 1、表 2 可知, DG - 5 中甘油基团的 CH - 2 ($\delta_{\rm H}$ 4.06 ~ 4.11, $\delta_{\rm c}$ 68.3)、CH₂ - 1 和 CH₂ - 3($\delta_{\rm H}$ 4.12 ~ 4.20, $\delta_{\rm c}$ 65.0)表明 DG - 5 为 1,3 - 甘油二酯类结构。而 DG - 5 的脂肪酸组成为 100% 的癸酸。因此,鉴定 DG - 5 为 1,3 - 二癸酸甘油二酯。

ESI 质谱结果显示, DG - 6 分子离子峰为 423 [M + Na]⁺, 因此其与 DG - 5 具有同样的分子式 (C₂₃H₄₄O₅), 二者为同分异构体。由表 1、表 2 可 知,与 DG - 5 相比, DG - 6 中 H - 3 的高场移动 ($\Delta\delta_{\rm H}$ 0.44)和 H - 2 的低场移动($\Delta\delta_{\rm H}$ 1.00)表明 DG - 6 是 1,2 - 甘油二酯类化合物, 此外, H - 1 (δ 4.21 ~ 4.34)与 C - 1'(δ 173.8)和 H - 2 (δ 5.08)与 C - 1"(δ 173.4)的 HMBC 二维核磁相 关信号证实了这一点。同时, DG - 6 脂肪酸组成与 DG - 5 相同。因此, DG - 6 的结构被鉴定为 1,2 -二癸酸甘油二酯。

3 结 论

本文首次从中链甘油三酯中分离并鉴定出6种 甘油二酯(DG-1~DG-6),为中链甘油三酯的质 量控制和其中杂质的安全控制提供了物质基础研 究,为中链甘油三酯的化学成分研究提供了一套合 理可行的研究方法,可促进药用油脂的研究发展。

参考文献:

[1] BABAYAN V K. Medium - chain triglycerides: Their composition, preparation, and application [J]. J Am Oil Chem Soc, 1968, 45(1): 23-25.

(下转第105页)

- [36] ZHANG S, YANG Q, LI Z, et al. Solid phase microextraction of phthalic acid esters from vegetable oils using iron (Ⅲ) – based metal – organic framework/ graphene oxide coating [J]. Food Chem, 2018, 263: 258-264.
- [37] SHI L K, ZHANG M M, LIU Y L. Concentration and survey of phthalic acid esters in edible vegetable oils and oilseeds by gas chromatography – mass spectrometry in China [J]. Food Control, 2016, 68: 118 – 123.
- [38] XIE Q, LIU S, FAN Y, et al. Determination of phthalate esters in edible oils by use of QuEChERS coupled with ionic – liquid – based dispersive liquid – liquid microextraction before high – performance liquid chromatography [J]. Anal Bioanal Chem, 2014, 406 (18): 4563-4569.
- [39] XU D, DENG X, FANG E, et al. Determination of 23 phthalic acid esters in food by liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. J Chromatogr A, 2014, 1324: 49-56.
- [40] OSTROVSKÝ I, ČABALA R, KUBINEC R, et al. Determination of phthalate sum in fatty food by gas chromatography [J]. Food Chem, 2011, 124(1): 392 – 395.
- [41] AMANZADEH H, YAMINI Y, MORADI M, et al. Determination of phthalate esters in drinking water and edible vegetable oil samples by headspace solid phase

(上接第84页)

- [2] 卢宇欣,陈雪帆.中链甘油三酯的制备、分析及应用研究 进展[J]. 食品与发酵工业,2022,48(24):352-358.
- [3] 张星弛,韩培涛,李晓莉,等.中链甘油三酯的研究进展 [J].食品研究与开发,2017,38(23):220-224.
- [4] 夏秋瑜,赵松林,李从发,等. 中碳链脂肪酸甘油三酯的 研究进展 [J]. 食品研究与开发, 2007, 28(7): 150-153.
- [5]黄昭先,王满意,孙承国,等. 酶法催化紫苏油和 MCT
 合成中长链甘油三酯研究[J]. 农业机械学报,2021,52
 (1):360-366,359.
- [6] 周飞. 脂肪酶催化樟树籽仁油和大豆油合成中长碳链 甘油三酯及其分离纯化[D]. 南昌: 南昌大学,2018.
- [7] KHATIB T, BURDEN S, LAL S, et al. SUN P0007: Evaluating long - term use of soybean oil, medium - chain triglyceride, olive oil and fish oil (SMOFlipid[®]) in adults with intestinal failure [J]. Clin Nutr, 2019, 38: S60 -S61.
- [8] 王小妹,温恺嘉,梁北梅,等. 气相色谱内标法测定中链

microextraction using graphene/polyvinylchloride nanocomposite coated fiber coupled to gas chromatography – flame ionization detector [J]. J Chromatogr A, 2016, 1465; 38 – 46.

- [42] WU P, YANG D, ZHANG L, et al. Simultaneous determination of 17 phthalate esters in edible vegetable oils by GC – MS with silica/PSA – mixed solid – phase extraction [J]. J Sep Sci, 2012, 35(21): 2932 – 2939.
- [43] ARENA A, ZOCCALI M, MONDELLO L, et al. Direct analysis of phthalate esters in vegetable oils by means of comprehensive two dimensional gas chromatography combined with triple quadrupole mass spectrometry [J/OL]. Food Chem, 2022, 396: 133721 [2023 04 25]. https://doi.org/10. 1016/j. foodchem. 2022. 133721.
- [44] 张明明, 孙远明, 杨艺超, 等. 高效液相色谱法测定食用油中邻苯二甲酸酯类污染物总量[J]. 中国油脂, 2012, 37(7): 46-50.
- [45] XIE Q, SUN D, HAN Y, et al. Determination of total phthalates in edible oils by high - performance liquid chromatography coupled with photodiode array detection [J]. J Sep Sci, 2016, 39(5): 857-863.
- [46] LI X, ZHANG Q, CHEN L, et al. Determination of 16 phthalate esters in sesame oil by isotope dilution liquid chromatography with tandem mass spectrometry [J]. Anal Methods, 2018, 10(26): 3197 - 3206.

甘油三酯的含量[J]. 今日药学, 2016, 26(10): 703-706.

- [9] 辜慧,蔡秀凤,杨柳,等.GC 法测定中链甘油三酯的含量 [J].华西药学杂志,2014,29(4):436-437.
- [10] 李熠阳, 王远亮. 甘油二酯的功能及安全性评价研究进展[J]. 食品与机械, 2012, 28(3): 255 257, 261.
- [11] CHENGELIS C P, KIRKPATRICK J B, BRUNER R H, et al. A 24 – month dietary carcinogenicity study of DAG (diacylglycerol) in rats[J]. Food Chem Toxicol, 2006, 44(1): 98 – 121.
- [12] 梅岚,李祎铭. 甘油二酯的酶法合成及纯化工艺研究进展[J]. 现代食品,2022,28(15):48-52.
- [13] 万思迪,朱恩恒,向霞,等. 甘油二酯的合成、代谢及应 用研究进展[J]. 中国粮油学报,2022,37(11):270-278.
- [14] 王国财,袁诚,唐顺之,等.蛋黄孵磷脂中两种溶血磷脂的分离与结构鉴定[J].中国油脂,2019,44(3): 158-160.