

单甘酯的高压液相色谱分析

倪永全 杜志云

(化学工程系)

摘要 采用 HPLC 测定了由纯油酸和棕榈酸合成产物中的单甘酯含量。油酸单甘酯的 RF 值较棕榈酸单甘酯的略高。HPLC 法的 MG 测定值与柱色谱法相接近。

主题词 HPLC; 柱层析法; 甘油酯 / 单甘酯

中图分类号 TQ649.5

0 前言

单脂肪酸甘油酯(简称单甘酯, MG)是一种重要的非离子表面活性剂, 常用作 W/O 型乳化剂, 广泛应用于食品、化妆品、医药、纺织等工业。生产单甘酯的方法通常为甘油与脂肪酸反应的直接酯化法和甘油与油脂作用的醇解法, 产物中含有单甘酯、二甘酯、三甘酯, 还含有甘油和少量未反应的脂肪酸, 也可能存在少量聚甘油酯。

分析产物中单甘酯含量的方法有化学分析法、薄板层析法、柱层析法、气相色谱法及高压液相色谱(HPLC)^[1~3]法等。作者采用纯度较高的棕榈酸($\geq 91\%$)和高纯油酸($\geq 96\%$)的单甘酯标样用 HPLC 法对饱和与不饱和酸单甘酯产物进行了定量测定。

1 分析方法

1.1 仪器

HP1050 高压液相色谱, 示差折光检测器(RI)。

1.2 柱层析条件

粒度为 $5\mu\text{m}$ 硅胶载体的硅胶柱 $4\times 300\text{mm}$, 柱温 30°C , 流动相为正己烷~异丙醇, 流速 1.0ml/min 。

1.3 分析测定

将样品溶于流动相, 流动相中正己烷: 异丙醇 = 95: 5, 单甘酯含量高的样品, 可适当增加异丙醇用量, 以利于样品的溶解。对棕榈酸单甘酯和油酸单甘酯, 用柱层析进行分离。将分离出来的单甘酯、二甘酯和三甘酯样用薄板色谱进行校验。将除去二、三甘油酯的样品作为标样对单甘酯产品进行分析测定。

收稿日期: 1995-06-05

2 样品的测定

图 1,2 为用柱层析分离、薄板色层法检验过的高纯油酸单甘酯和较高纯度棕榈酸单甘

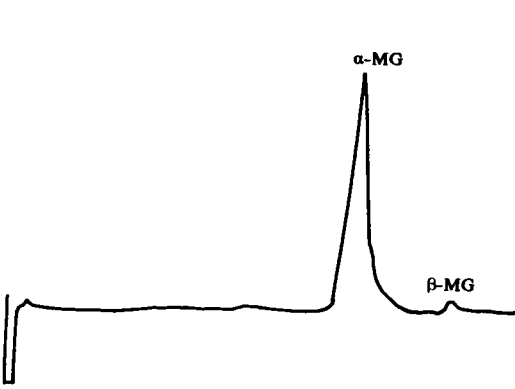


图 1 油酸单甘酯标准样

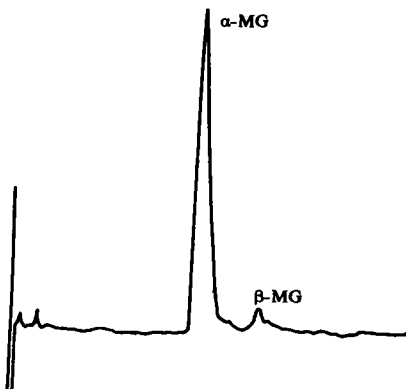


图 2 棕榈酸单甘酯标准样

酯标准样的高压液相色谱图。以上述样品为基准,对实验室中合成的高纯油酸单甘酯和纯棕榈酸单甘酯产物进行高压液相色谱分析,其图谱见图 3,4。图中的出峰顺序为三酯、二酯和单酯。对照“标准样”和“样品”分析图可见,高压液相色谱分析时可将二酯和单酯的异构体予

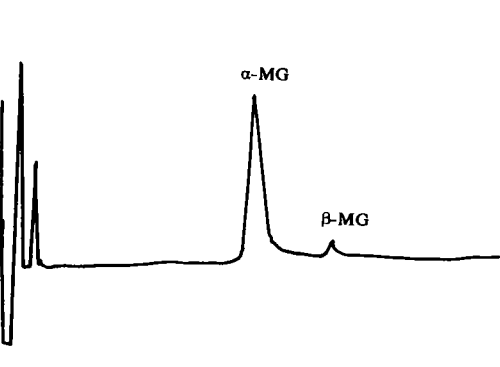


图 3 高纯油酸单甘酯样

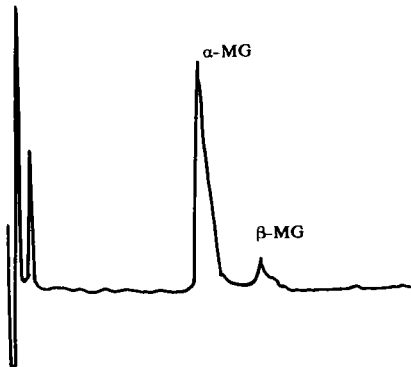


图 4 纯棕榈酸单甘酯样

以分离。由于溶剂峰与三酯重合,以及基线的扰动,对积分有一定的影响。且在实验室中作者仅取得了纯的单甘酯标样,故仅对样品中单甘酯的含量进行了定量计算。

测定时标样及样品的浓度约为 10~20mg/ml,进样量为 20μl。基于色谱分析条件相同,且样品中单甘酯的量与标样仅差 50%左右,可近似地认为峰面积与单甘酯的量成正比。分别以油酸单甘酯和棕榈酸单甘酯的标准样品为基准,计算各自的 RF 值(RF=进样量/峰面积值),再按下式计算样品中的单甘酯含量:

单甘酯% = $\frac{\text{样品中单甘酯的峰面积} \times \text{RF}}{\text{样品重量}}$ × 100

测定结果列于表 1。单甘酯样品的化学分析及柱色谱测定结果列于表 2。
由表 1 可知,油酸单甘酯的 RF 值为 1.062×10^{-6} ,比饱和酸(十六酸)单甘酯的 RF 值略高。

表 1 HPLC 测定结果

标 样	浓度 (mg/ml)	进样量 (μ l)	峰面积	RF $\times 10^{-6}$	样 品	浓度 (mg/ml)	进样量 (μ l)	峰面积	单甘酯 (%)
高纯油酸 单甘酯标样	10.16	20	191237	1.062	高纯油酸 单甘酯样品	11.62	20	135590	62.01
纯棕榈酸 单甘酯标样	18.07	20	345411	1.046	纯棕榈酸 单甘酯样品	14.74	20	180996	64.23

表 2 单甘酯样品的化学分析及柱层析分析结果

样 品	化学分析			柱层析*		
	α -MG (%)	MG ^[5] (%)	甘油 (%)	MG (%)	二甘酯 (%)	三甘酯 (%)
高纯油酸单甘酯	62.13	65.57	8.21	62.46	24.70	3.63
纯棕榈酸单甘酯	59.25	65.09	0.23	64.48	29.40	5.89
Henkel 硬脂酸单甘酯	47.14	49.09	1.20	49.72	36.49	12.59

* 采用化学分析法中甘油含量为基准,对柱层析结果进行归一化处理

由表 2 可知,饱和酸 MG 的化学分析数值与柱层析的结果相接近。而不饱和酸的 MG 含量远低于于化学分析法的 MG 含量,这可能是高氯酸氧化法测定总单甘酯($\alpha+\beta$)含量时不饱和双键被氧化所致^[5]。故高氯酸氧化法不能用来测定不饱和酸单甘酯中的总单甘酯含量。

对照表 1 和表 2 可知,HPLC 的分析结果略低于柱层析的分析结果,高纯油酸单甘酯和纯棕榈酸单甘酯产物中 MG 含量的测定值分别比柱层析法的低 0.45% 和 0.25%。棕榈酸单甘酯中 MG 的 HPLC 测定值较化学分析法低 0.86%。

3 结 论

HPLC 测定不饱和酸单甘酯的 RF 值比饱和酸的略高,饱和、不饱和酸单甘酯产物中的 MG 含量与柱层析分析值相接近。

参 考 文 献

- 1 Payne-waki K J. Chromatag (NLD), 1981,209(1):61~66
- 2 黄家璧等. 化学通报,1981,(12)
- 3 宋佩珍等. 表面活性剂工业,1986,(1):50~53
- 4 黎顺兰译. 油脂及其衍生物的标准分析方法. 粮食部陕西科研所,1981
- 5 徐海军等. 中国油脂,1991(4):49~50

The Monoglyceride Analysis with HPLC

Ni Yongquan Du Zhiyun

(Dept. of Chem. Eng.)

Abstract Monoglycerides(MG) synthesized with pure oleic and pure palmitic acid were analyzed with HPLC. RF of monoolein is slightly higher than that of monopalmitin. The value of MG content analysed with HPLC is close to that with Column Chromatography.

Subject-words HPLC; Column chromatography; Glyceride / Monoglyceride