

doi: 10.12452/j.fxcxb.25121601

核磁共振波谱法测定液态乳中的总单甘酯的含量

李 玮*, 张秋月, 孙 蕊

(北京市食品检验研究院(北京市食品安全监控和风险评估中心), 北京 100094)

摘要: 采用NMR脉冲宽度定量(PULCON)结合多种NMR技术,对液态乳中的单甘油脂肪酸酯进行了定性、定量研究。选择性一维全相关谱(1D-TOCSY)结合2D-NMR技术,精确定性分析了液态乳中 α -单甘酯和 β -单甘酯的核磁共振氢谱(^1H NMR)信号。在定性分析基础上,采用PULCON技术,以2 mmol/L顺丁烯二酸重水溶液为定量外标,分别以 δ 3.93、 δ 3.82信号为 α -单甘酯和 β -单甘酯定量峰,测定了液体乳中两种构型单甘酯的绝对含量,方法对 α -单甘酯的检出限和定量下限分别为0.17 mmol/L和0.51 mmol/L,对 β -单甘酯的检出限和定量下限分别为0.02 mmol/L和0.06 mmol/L。所建方法具有快速、取样量少、无需自身对照品作参比等优点,适用于液态乳中两种构型和总单甘酯含量的快速测定。

关键词: 核磁共振氢谱法; 定量核磁共振法; 单甘油脂肪酸酯; 脉冲宽度定量; 液态乳

中图分类号: O657.61; TS252.2 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-4957(2026)04-0829-07

Quantitative Determination of Monoglyceride Content in Liquid Milk by Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy

LI Wei*, ZHANG Qiu-yue, SUN Rui

(Beijing Municipal Center for Food Safety Monitoring and Risk Assessment, Beijing 100094, China)

Abstract: Qualitative and quantitative analysis of monoglycerides in liquid milk was conducted using NMR pulse length-based concentration determination (PULCON) combined with multiple NMR techniques. Selective one-dimensional total correlation spectroscopy (1D-TOCSY) and two-dimensional NMR were employed to accurately assign the ^1H NMR signals of α -monoglycerides and β -monoglycerides in liquid milk. Based on the qualitative results, the absolute contents of the two monoglyceride isomers were determined using the PULCON method, with 2 mmol/L maleic acid in D_2O as the external standard and the signals at δ 3.93 and δ 3.82 as the quantitative peaks for α -monoglyceride and β -monoglyceride, respectively. The limits of detection for α -monoglyceride and β -monoglyceride were 0.17 mmol/L and 0.02 mmol/L, while the limits of quantification were 0.51 mmol/L and 0.06 mmol/L, respectively. This method is rapid, requires only a small sample amount, and does not need internal reference standards, making it suitable for the rapid determination of both isomeric forms and total monoglyceride content in liquid milk.

Key words: proton nuclear magnetic resonance (^1H NMR); quantitative nuclear magnetic resonance (qNMR); monoglyceride; pulse length based concentration determination (PULCON); liquid milk

单甘油脂肪酸酯(单甘酯, Monoglyceride)是一类重要的非离子型表面活性剂,其分子中含有一个亲油的长链烷基和两个亲水的羟基。根据甘油骨架上酯键位置的不同,单甘酯可分为 α -单甘酯和 β -单甘酯两种构型^[1]。因其具有良好的表面活性,单甘酯在食品工业中被广泛用作乳化剂,特别是在乳饮料生产过程中,能有效抑制蛋白质聚集,维持体系的稳定性^[2]。

反刍动物乳中天然存在少量单甘酯,目前不同研究对其含量的报道差异较大。Rodríguez-Alcala等^[3-4]采用液相色谱法分析西班牙Catalonia等地的牧场奶源,发现牛乳中单甘酯含量(以乳脂质量分数计,下同)分布较宽,介于0.001%~0.38%之间,而山羊乳和绵羊乳中分别为0.1%和0.03%。同样采用气相色谱法,Castro-Gómez等^[5]测得产自西班牙Castilla-La Mancha地区的不同农场牛、绵羊和山羊生乳中单甘酯含量均低于0.01%;Bareth等^[6]测得产自德国的牛奶及其制品中的单甘酯含量为:生牛乳中

收稿日期: 2025-12-16; 修回日期: 2026-01-20

基金项目: 国家重点研发计划“国家质量基础设施体系”重点专项(2023YFF0612602)

* 通讯作者: 李 玮, 博士, 正高级工程师, 研究方向: 高场核磁共振技术在食品安全领域的应用, E-mail: liwei5220139@163.com
网络首发日期: 2026-02-14

含量为0.001%，巴氏杀菌乳中为0.011%，脱脂牛奶中为0.002%；Sankhla等^[7]发现印度地区的骆驼奶单甘酯含量分布较宽，介于0.389%~0.927%之间。综合分析表明，尽管受动物品种、检测方法、产地环境、饲料水源及泌乳阶段等多种因素影响，不同研究间结果存在差异，但单甘酯在常见动物乳中的含量普遍较低，且表现出一定的种间异质性。

此外，有研究指出，生乳在贮存过程中因脂肪酶对甘油三酯的水解作用，可生成更多单甘酯^[8]，该过程可能使单甘酯含量显著高于其天然本底水平。因此，准确测定生乳中单甘酯的含量，不仅有助于客观评估液态乳的真实本底组成、揭示贮存过程中的动态变化规律，还可为阐释其种属异质性成因提供依据。对乳饮料工业而言，明确单甘酯在原料乳中的本底含量及其变化，有助于优化乳化剂添加策略、提升产品稳定性，并推动基于天然组分的配方研发。因此，建立准确、快速的单甘酯检测方法，可为生乳及乳制品的品质鉴定及产品开发提供一种可选的分析技术方案。

目前检测单甘酯含量的方法有化学滴定法^[9]、气相色谱法^[10]、质谱联用法^[11-12]等。这些方法存在以下缺陷：(1)检测对象多为乳化剂原料，针对食品基质，特别是针对液体乳基质的检测方法较少；(2)方法前处理操作复杂，检测时间长；(3)单甘酯种类繁多，结构复杂，依赖于标准品进行定性、定量的常规检测难以满足实际的检测需求。定量核磁共振(qNMR)是一种基于化学结构特征的分析方法，具有快速、专属性强、无需待测物对照品即可同步实现定性定量等优势^[13]，近年来被广泛用于食品^[14-16]、药品^[17-18]等领域。传统的qHNMR内标法中的内标物要满足含量准确、溶解性好、至少有一个与待测物定量峰完全分离的峰等要求^[19]。由于食品基质的复杂性严重限制了内标物的选择，在实际检测中，外标qHNMR分析方法在食品样品的检测中展现出更强的实用性和普适性。NMR脉冲宽度定量(PULCON)技术^[20]，通过依次测定外标物与样品在相同探头下的90°脉冲宽度及¹H NMR谱定量峰信号面积，可完成对分析物无需内标的绝对定量，操作简单，结果可靠。

本研究运用多种NMR技术，在对液态乳脂溶性成分中单甘酯主要¹H NMR谱特征信号峰进行准确性分析的基础上，建立了液态乳中总单甘酯的PULCON定量分析方法。本方法能够分别针对 α 和 β 两种构型的单甘酯进行定量，且无需自身对照品及内标物，检测速度快、取样量少，为液态乳的质量控制和品质评价提供了可选的检测方法。

1 实验部分

1.1 仪器、试剂与材料

布鲁克600 MHz超导傅里叶变换核磁共振仪(瑞士Bruker公司)；Centrifuge 5424R冷冻离心机(德国Eppendorf公司)；XS204电子天平(瑞士Mettler Toledo公司)。

多类单脂肪酸甘油酯对照品、顺丁烯二酸(纯度>98%)(天津阿尔塔公司)；氘代氯仿(CDCl₃，氘代度：99.8%)、重水(D₂O，氘代度：99.8%)(美国CIL公司)；三氯甲烷(分析纯，天津市富宇精细化工有限公司)；甲醇(色谱纯，美国赛默飞公司)；Norell 5 mm核磁管(美国Norell公司)。

液态乳样品购于网络电商及超市，均在保质期内，开启后密闭容器内-18℃保存不超过10天。

1.2 实验方法

1.2.1 标准溶液的制备

精确称取一定质量的顺丁烯二酸，以D₂O溶解并定容，配制为浓度为2 mmol/L的外标溶液；随后移取600 μ L该溶液置入核磁管中，作为外标定量分析用样品管。

1.2.2 样品溶液的制备

准确称取1 g液态乳试样(精确至0.01 g)于15 mL离心管中，加入2 mL甲醇和4 mL氯仿涡旋5 min，再加入2 mL水涡旋5 min，于冰水混合物中超声10 min，随即8 000 r/min离心10 min。吸取下层清液，剩余上层液体加入4 mL氯仿，重复上述涡旋、超声和离心步骤后，吸取下层清液。合并两次清液，室温下氮气吹干，600 μ L氘代氯仿复溶，转移至5 mm核磁管中，待测。

1.2.3 仪器条件

¹H NMR、一维全相关谱(¹H-1D-TOCSY)、二维异核相关谱(¹H-¹³C HSQC、¹H-¹³C HMBG)实验：测试温度298 K，使用Bruker标准脉冲序列，扫描次数分别为32、16、4、8次。

PULCON定量实验:使用 Bruker 仪器的 noesyg1d 脉冲序列(该脉冲对 ^{13}C 去耦,消除 ^1H 信号因 ^1H - ^{13}C 一键偶合而产生的分裂),测试温度 298 K,扫描次数 64 次,CPDPRG2 为 GARP4, d11 为 0.03 s,外标管延迟时间 20 s,样品管延迟时间 10 s。

1.2.4 样品定性图谱测定及处理

在“1.2.3”所述实验条件下,完成仪器参数设定、自动调谐、温度控制、匀场调节、信号采集及傅里叶变换等操作,获得相应核磁共振图谱。所得谱图采用 Bruker Topspin 3.2 软件进行处理,设置变换点数为 64 K,线宽因子(LB)为 1.00 Hz,并应用指数窗函数进行优化。谱图通过手动方式完成基线与相位校正,内标采用四甲基硅烷(TMS),其化学位移定为 δ 0.00。

1.2.5 样品定量图谱测定及定量计算公式

在 PULCON 定量实验条件下,调整仪器参数设定、系统调谐、温度控制、匀场调节、信号采集,分别测定 2 mmol/L 的外标定量管和待测样品管,得到 ^1H NMR 图谱。通过分别测定定量用外标物与待测物的特征峰面积以及 90° 脉冲宽度,将其带入公式(1)计算样品中单甘酯的绝对含量。

$$c_U = f_T c_R \frac{S_U T_U \theta_{90}^U n_R}{S_R T_R \theta_{90}^R n_U} \quad (1)$$

其中 c 为物质的摩尔浓度; f_T 为修正因子; S 为定量峰积分面积; T 为实验温度; θ_{90} 为 90° 脉冲宽度; n 为定量峰所包含的质子数;下标 U 及 R 分别代表被测物和外标物,当定量外标物和被测物使用同一个脉冲在短时间内先后测定时, f_T 可视为等于 1。

2 结果与讨论

2.1 液态乳脂溶性提取物中 α 、 β -单甘酯的定性分析

按照“1.2.2”操作制备待测溶液,测定 ^1H NMR、1D-TOCSY 及 2D 图谱。通过仔细观察液态乳脂溶性成分的 ^1H NMR 放大图(图 1A)可以发现,在 δ 3.55- δ 4.00 间包含几组信号较强且分辨率较高的峰。采用 1D-TOCSY 技术对其中的 δ 3.93 进行选择照射,得到 1 个质子耦合体系(图 1B): δ 4.18(dd)- δ 4.14(dd)- δ 3.93(m)- δ 3.68(dd)- δ 3.59(dd)。其中, δ 4.18 质子的耦合常数为 4.62 Hz 和 11.64 Hz, δ 4.14 质子的耦合常数为 6.18 Hz 和 11.64 Hz,可以看出, δ 4.18 与 δ 4.14 的最大耦合常数大于 11.00 Hz,具有典型的同碳耦合特征,进一步结合 HSQC 数据明确 δ 4.18 和 δ 4.14 质子均与 δ_c 65.2 的碳原子相连。同理, δ 3.68 的耦合常数为 3.96 Hz 和 11.46 Hz, δ 3.59 的耦合常数为 5.8 Hz 和 11.46 Hz,最大耦合常数也均大于 11.00 Hz,同样具有典型的同碳耦合特征,结合 HSQC 数据明确 δ 3.68 和 δ 3.59 均与 δ_c 63.3 的碳原子相连。同时, HSQC 数据也给出了 δ 3.93 质子与 δ_c 70.4 碳信号相连的信息。进一步观察,发现该组质子耦合体系中, δ 4.18 和 δ 4.14 质子的化学位移、峰形裂分与甘油三酯中丙三醇 α 位的两个质子相似, δ 3.68 和 δ 3.59 质子的化学位移、峰形裂分与丙三醇 α 位的两个质子相似, δ 3.93 质子的化学位移、峰形裂分与丙三醇 β 位的一个质子相似。结合标准品(图 1D)推断,该物质为 α -单脂肪酸甘油酯,结构式见图 2A,具体 ^1H NMR、 ^{13}C NMR 数据信号归属及二维相关信号见表 1。

同样,采用 1D-TOCSY 技术对 ^1H NMR 中的 δ 3.82 信号进行选择照射,得到 1 个质子耦合体系(图

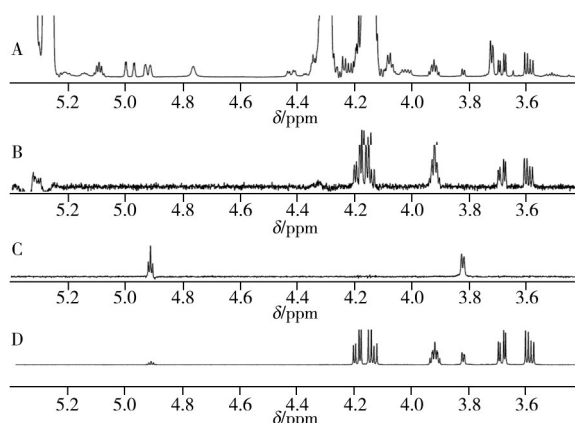


图1 液态乳脂溶性成分 ^1H NMR放大图(A)、选择性照射 1D-TOCSY 图(B、C)和单甘酯标准品 ^1H NMR 图谱(CDCl_3)(D)

Fig. 1 ^1H NMR magnification spectrum of liquid milk fat-soluble components(A), 1D-TOCSY spectra under selective irradiation(B-C), and ^1H NMR spectrum of monoglyceride standards(CDCl_3)(D)

B. 1D-TOCSY spectrum under selective irradiation of δ 3.93, C. 1D-TOCSY spectrum under selective irradiation of δ 3.82, D. ^1H NMR spectrum of monoglyceride standard (mixture of α -position and β -position substitution)(B 是选择性照射 δ 3.93 的 ^1H -1D-TOCSY 图, C 为选择性照射 δ 3.82 的 1D-TOCSY 图, D 是单甘酯标准品(α 位、 β 位取代的混合物)的 ^1H NMR 图谱)

1C): δ 3.82(m)– δ 4.93(m)。结合 HSQC 数据, 进一步发现 δ 3.82 的质子与 δ 62.73 的碳信号相连, 而 δ 4.93 的质子与 δ 74.98 的碳信号相连。根据参考文献及标准品核磁图谱比对(图 1D), 确定这组质子信号属于 β -单脂肪酸甘油酯, 结构式见图 2B, 具体 ^1H NMR、 ^{13}C -NMR 数据信号归属及二维相关信号见表 2。

2.2 定量分析

2.2.1 定量峰的确定

2.2.1.1 外标及定量峰的选择 采用外标法时, 选择标准物的核心在于其信号的单一与稳定, 而无需考虑被测样品的溶解性、信号重叠或弛豫时间等因素。顺丁烯二酸结构简单, 其核磁共振氢谱在 δ 6.25(重水溶液中) 处呈现一个尖锐的单峰(图 3), 此特征峰易于识别且无重叠干扰, 因此本方法采用顺丁烯二酸重水溶液作为外标物, δ 6.25 信号作为外标定量峰。

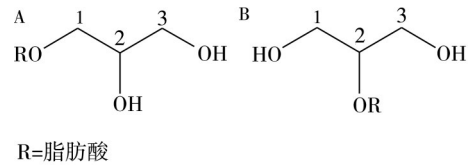


图 2 α -单甘酯(A)和 β -单甘酯(B)的分子结构式

Fig. 2 Molecular structural formulas of α -monoglyceride(A) and β -monoglyceride(B)

表 1 液态乳脂溶性提取物中 α -单甘酯信号归属(CDCl_3)

Table 1 The attribution of α -monoglyceride signals in liquid milk fat-soluble extracts(CDCl_3)

Position	$\delta_{\text{H}}(\text{J/Hz})$	δ_{C}	^1H - ^{13}C HSQC	^1H - ^1H COSY	^1H - ^{13}C HMBC
1a	4.18(dd, 4.62, 11.64)	65.2	+	H-1b, 2	H-3a, 3b
1b	4.14(dd, 6.18, 11.64)			H-1a, 2	
2	3.93(m)	70.4	+	H-1a, 1b, 3a, 3b	H-3a, 3b
3a	3.68(dd, 3.96, 11.46)	63.3	+	H-3b, 2	-
3b	3.59(dd, 5.82, 11.46)			H-3b, 2	

表 2 液态乳脂溶性提取物中 β -单甘酯信号归属(CDCl_3)

Table 2 The attribution of β -monoglyceride signals in liquid milk fat-soluble extracts(CDCl_3)

Position	$\delta_{\text{H}}(\text{J/Hz})$	δ_{C}	^1H - ^{13}C HSQC	^1H - ^1H COSY	^1H - ^{13}C HMBC
1a, 1b	3.82(m)	62.73	+	H-2	H-3a, 3b
2	4.93(m)	74.98	+	H-1, 3	-
3a, 3b	3.82(m)	62.73	+	H-2	H-1a, 1b

2.2.1.2 单甘酯定量峰的选择 在 NMR 定量检测中, 被测物质的定量特征峰应具备: 与样品基质完全分离、易于识别、弛豫时间短等特性。观察图 1A, 可以看出在液体乳脂溶性提取物的 ^1H NMR 图谱中, δ 3.93 和 δ 3.82 质子信号与其他信号无重叠, 因此选用 δ 3.93 质子信号作为 α -单甘酯的定量峰, 选用 δ 3.82 质子信号作为 β -单甘酯定量峰。

2.2.2 脉冲延迟时间的确定

在定量实验中, 为避免采集时间过长和信号饱和, 脉冲延迟时间($D1$) 需要优化。通过设置不同的 $D1$ 值, 考察不同脂肪酸组成的两种构型单甘酯的定量特征峰面积的稳定性, 测定结果见表 3。结果显示, 当 $D1=10$ s 时, α 和 β 两个构型的单甘酯定量峰信号的积分面积稳定在最大值, 因此, 确定定量实验的 $D1$ 为 10 s。

表 3 不同脂肪酸组成单甘酯定量峰延迟时间对定量峰积分面积的影响

Table 3 The influence of the delay time of the quantitative peak of monoglycerides with different fatty acid compositions on the relative integral area

No.	$D1/\text{s}$	Quantitative peak integral area						
		α -Linoleic acid	α -Palmitic acid	α -Behenic acid	α -Stearic acid	α -Lauric acid	β -Palmitic acid	β -Stearic acid
1	1	8 432 469	847 264	1 297 433	325 158	4 039 045	1 869 808	207 189
2	2	8 826 221	903 939	1 354 717	337 448	4 224 631	1 941 340	209 852
3	4	9 260 864	944 193	1 420 532	349 657	4 449 198	2 033 705	212 256
4	10	9 791 392	1 012 619	1 492 462	371 857	4 692 317	2 120 673	212 268
5	20	9 720 406	1 012 424	1 502 812	371 487	4 707 338	2 120 294	211 903
6	30	9 736 591	1 011 256	1 503 737	371 206	4 702 674	2 121 373	212 746

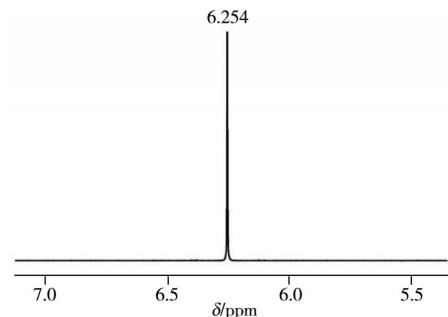


图 3 顺丁烯二酸的 ^1H NMR 谱(D_2O 溶液)
Fig. 3 ^1H NMR of maleic acid in D_2O

2.2.3 前处理方法的选择

以1.00 g液态乳阳性样品为考察对象,分别采用MTBE法^[21]、Folch法^[22]和CDCl₃直接提取法对样品进行前处理,实验结果显示,采用Folch法提取的待测样品中两种构型的单甘酯检测值最高。进一步优化Folch提取方法,考察萃取次数对单甘酯提取效能的影响,测试结果见表4。结果显示,两次萃取的提取效率最佳,因此最终选择两次萃取Folch法。

表4 萃取次数优化结果表

Table 4 Table of optimization results for extraction times

Extraction time	α -Monoglycerides/(mmol·L ⁻¹)	β -Monoglycerides/(mmol·L ⁻¹)	Sum/(mmol·L ⁻¹)
1	2.552	0.186	2.74
2	2.994	0.230	3.22
3	2.965	0.249	3.21

2.2.4 方法学验证

2.2.4.1 线性 分别准确称取一定量的 α -单甘酯和 β -单甘酯标准品,加入CDCl₃溶解,配制标准储备液。使用 α -单甘酯与 β -单甘酯的储备液配制混合标准溶液,以CDCl₃为溶剂逐级稀释,最终得到5个不同浓度的混合标准系列。其中, α -单甘酯的浓度梯度为8.00、4.00、2.00、1.00、0.50 mmol/L; β -单甘酯对应的浓度梯度依次为0.80、0.40、0.20、0.10、0.06 mmol/L。在“1.2.3”条件下,依次测定外标管及上述5个混标溶液的¹H NMR谱。计算被测物定量峰面积与90°脉冲宽度乘积和外标物峰面积与90°脉冲宽度乘积的比值($S_U\theta_{90}^U/S_R\theta_{90}^R$),以此比值为纵坐标,被测物的浓度与外标物浓度的比值(C_U/C_R)为横坐标进行线性回归。在标准品与内标摩尔比为0.25~4.00范围内, α -单甘酯的线性方程为 $y=0.4771x-0.0291$ 、线性系数(r)为0.9992;在标准品与内标摩尔比为0.03~0.40范围内, β -单甘酯的线性方程为 $y=1.7050x-0.0120$ 、线性系数(r)为0.9983。因此本方法线性关系良好。

2.2.4.2 检出限及定量下限 采用逐级稀释法测定 α -单甘酯和 β -单甘酯的检出限。结果显示,本方法 α -单甘酯的检出限为0.17 mmol/L, β -单甘酯的检出限为0.02 mmol/L。采用3倍检出限计算方法定量下限, α -单甘酯的定量下限为0.51 mmol/L, β -单甘酯的定量下限为0.06 mmol/L。

2.2.4.3 稳定性 取同一液体乳加入一定量配制好的 α -单甘酯和 β -单甘酯标准品储备液,按照“1.3.1”条件制备测定样品。分别在制备后0、4、8、12、16、20、24、48 h,于“1.3.2”条件下测定¹H NMR图谱,计算各时间点待测物含量的相对标准偏差(RSD),得到 α -单甘酯的RSD为2.5%, β -单甘酯为2.3%,因此样品溶液在48 h内稳定。

2.2.4.4 回收率和精密度 平行称取24份液态乳样品,其中6份作为对照,其余分别加入低、中、高3个不同浓度的 α -单甘酯和 β -单甘酯标准品溶液,每个添加水平重复6次。加标回收率实验结果见表5, α -单甘酯的平均加标回收率为95.0%~98.4%,RSD为3.7%~3.8%; β -单甘酯的平均加标回收率为87.0%~93.8%,RSD为2.7%~9.0%。实验结果显示,本方法的准确度良好,符合定量分析要求。

表5 液态乳中 α -单甘酯和 β -单甘酯的加标回收率($n=6$)

Table 5 Recoveries of α -monoglyceride and β -monoglyceride in liquid milk samples($n=6$)

Compound	Added/(mmol·L ⁻¹)	Recovery/%	RSD/%
α -Monoglyceride	0.51	95.8	3.8
	2.01	98.4	3.8
	6.02	95.0	3.7
β -Monoglyceride	0.06	87.0	9.0
	0.20	93.8	2.7
	0.61	87.2	3.5

2.3 样品测试结果

称取不同种类的液体乳样品,每个样品3个平行($n=3$),制备供试品溶液,测定¹H NMR图谱(图4),按照公式(1)计算样品中的 α -单甘酯和 β -单甘酯含量,将两种单甘酯的含量相加得到总单甘酯的含量,结果见表6。在本次检测的样品中,样品1~6为调制乳,样品7~9为巴氏杀菌乳,样品10~15为全脂灭菌乳。结果显示,调制乳中单甘酯含量范围为1.28~3.95 mmol/L。根据国家食品安全标准中食品添加剂的使用规定,调制乳中允许按需添加单、双甘油脂肪酸酯作为乳化剂,因此其含量显著较高。

相比之下, 巴氏杀菌乳与灭菌乳中单甘酯含量均不高于 0.90 mmol/L, 远低于调制乳中的水平。该差异可能主要源于这两类乳制品中的单甘酯属于天然本底成分, 并未额外添加, 因此含量显著低于允许添加乳化剂的调制乳产品。

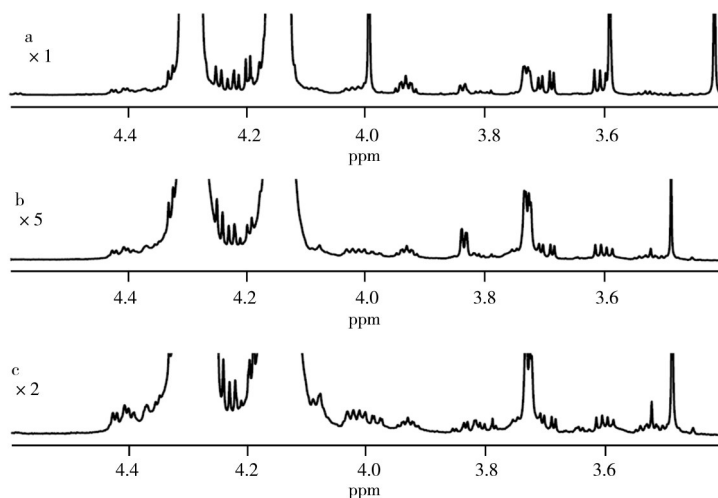


图4 实际测试样品¹H NMR图谱(CDCl₃)

Fig. 4 ¹H NMR spectra of the analyzed sample(CDCl₃)

a: formulated milk; b: pasteurized milk; c: whole sterilized milk (a、b、c 分别为调制乳、巴氏杀菌乳和全脂灭菌乳)
×1, ×5, ×2 represent the relative magnification on the Y-axis of the spectrum (×1, ×5, ×2 代表图谱 Y 轴的相对放大倍数)

表6 液体乳样品中 α -单甘酯和 β -单甘酯的含量测定结果($n=3$)

Table 6 Determination results of α -monoglyceride and β -monoglyceride contents in liquid milk samples ($n=3$)

No.	α -Monoglyceride/(mmol·L ⁻¹)	β -Monoglyceride/(mmol·L ⁻¹)	Sum/(mmol·L ⁻¹)
1	3.71±0.09	0.24±0.01	3.95±0.10
2	2.93±0.04	0.21±0.01	3.14±0.04
3	2.40±0.04	0.190±0.002	2.59±0.04
4	2.05±0.02	0.18±0.01	2.23±0.01
5	1.24±0.03	0.110±0.003	1.35±0.03
6	1.17±0.07	0.110±0.003	1.28±0.07
7	0.71±0.05	0.190±0.001	0.90±0.05
8	<LOQ	0.06±0.01	0.06±0.01
9	0.59±0.05	0.08±0.01	0.67±0.05
10	<LOQ	<LOQ	<LOQ
11	0.55±0.01	<LOQ	0.55±0.01
12	0.58±0.02	<LOQ	0.58±0.02
13	0.60±0.004	<LOQ	0.60±0.004
14	0.55±0.02	<LOQ	0.55±0.02
15	0.60±0.01	<LOQ	0.60±0.01

3 结 论

本研究运用多种 NMR 技术, 对液态乳脂溶性提取物¹H NMR 谱中单甘酯信号进行了定性分析, 在此基础上建立了液态乳中总单甘酯的 PULCON 定量分析方法。本方法准确度高, 不依赖传统标准品做参比, 检测速度快, 可同时测定 α 和 β 两种构型单甘酯的含量, 适用于大批量液态乳样品中单甘酯的含量测定, 为乳制品的质量评价和产品研发提供了可选的技术手段。

参考文献:

- [1] Nitbani F O, Tjitda P J P, Nurohmah B A, Wogo H E. *J. Oleo Sci.*, **2020**, 69(4): 277-295.
- [2] Guo B H. *Liquid Milk*. Beijing: Chemical Industry Press (郭本恒. 液态奶. 北京: 化学工业出版社), **2004**: 103-104.
- [3] Rodríguez-Alcalá L M, Castro-Gómez P, Felipe X, Noriega L, Fontecha J. *LWT Food Sci. Technol.*, **2015**, 62(1): 265-270.
- [4] Rodríguez-Alcalá L M, Fontecha J. *J. Chromatogr. A*, **2010**, 1217(18): 3063-3066.
- [5] Castro-Gómez M P, Rodríguez-Alcalá L M, Calvo M V, Romero J, Mendiola J A, Ibañez E, Fontecha J. *J. Dairy Sci.*, **2014**, 97(11): 6719-6728.

- [6] Bareth A, Strohmar W, Kitzelmann E. *Eur. Food Res. Technol.*, **2003**, 216(4): 365-368.
- [7] Sankhla A K, Kumar A, Gupta M P, Sankhla A, Sankhla A. *Indian J. Dairy Sci.*, **2010**, 63(6): 447-451.
- [8] Fereidoon S. *Bailey's Industrial and Fat Products*. 6th ed. Wang X G, Jin Q Z, transl. Beijing: China Light Industry Press(费雷敦·沙希迪. 贝雷油脂化学与工艺学. 六版. 王兴国, 金青哲, 译. 北京: 中国轻工业出版社), **2016**: 1990-1991.
- [9] GB15612-1995. Food Additive-Distilled Glyceryl Monostearate. National Standards of the People's Republic of China(食品添加剂-蒸馏单硬脂酸甘油酯. 中华人民共和国国家标准).
- [10] GB1886.65-2015. National Food Safety Standards for Food Additives: Glyceryl Monostearate and Distearate. National Standards of the People's Republic of China(食品安全国家标准-食品添加剂: 单、双硬脂酸甘油酯. 中华人民共和国国家标准).
- [11] Vennard T, Meredith N A, Maria S D, Brink L, Shah N, Morrow A L, Simmons R, Gray M A, Phillips S C. *J. Pharm. Biomed. Anal.*, **2024**, 238: 115817.
- [12] Kozlov O, Štěrbová N, Líska M. *J. Chromatogr. A*, **2025**, 1740: 465591.
- [13] Li W, Geng J Q, Xu H, Lin L. *J. Instrum. Anal.* (李玮, 耿健强, 许华, 林立. 分析测试学报), **2020**, 39(9): 1131-1136.
- [14] Li W, Wang Y H, Jiang J, Lin L. *Sci. Technol. Food Ind.* (李玮, 王奕寒, 姜洁, 林立. 食品工业科技), **2021**, 42(3): 241-246.
- [15] Lin R X, Li F, Wei W, Jin Q Z, Wang X G. *China Oils Fats*(林瑞雪, 李峰, 韦伟, 金青哲, 王兴国. 中国油脂), **2022**, 47(9): 129-135.
- [16] Chen Z, Lian X F, Zhou M C, Zhang X L, Wang C. *Foods*, **2023**, 12(12): 2421.
- [17] Shu Q, Schleiff M, Sommers C, Yang J Y, Shen X H, Rodriguez J D, Keire D. *J. Pharm. Biomed. Anal.*, **2024**, 242: 116010.
- [18] Huang Y W, Chen R, Lu H, Ren J, Wu Y. *J. Instrum. Anal.* (黄逸文, 陈蓉, 鲁辉, 任杰, 吴杨. 分析测试学报), **2025**, 44(10): 2198-2203.
- [19] Huang T, Wang J Y, Zhang W, Wan K N. *Chem. Reag.* (黄挺, 王静羽, 张伟, 万康妮. 化学试剂), **2023**, 45(6): 123-130.
- [20] Jiang J, Li W, Lu Y, He T, Zhao Y S, Song L P. *Sci. Technol. Food Ind.* (姜洁, 李玮, 路勇, 何涛, 赵雅松, 宋丽萍. 食品工业科技), **2015**, 36(8): 68-71, 77.
- [21] Wu H, Kong Y W, Zhao W J, Wang F. *J. Pharm. Biomed. Anal.*, **2024**, 248: 116332.
- [22] Pragash V, Ediriweera M K. *Biochem. Mol. Biol. Educ.*, **2025**, 53(3): 305-310.

(责任编辑: 盛文彦)