

检测分析

DOI: 10.19902/j.cnki.zgyz.1003-7969.210508

反相高效液相色谱法同时测定植物油中 8 种维生素 E 异构体

武利梅¹, 吴丽华^{1,2}, 赵晶晶², 吴晓霞¹, 李建科¹

(1. 陕西师范大学 食品工程与营养科学学院, 西安 710119; 2. 西安市粮油质量检验中心, 西安 710003)

摘要:为准确、快速地测定植物油中 8 种维生素 E 异构体,建立了均质快速提取法结合反相高效液相色谱法同时测定植物油中 8 种维生素 E 异构体的方法,并采用该方法对 14 种常见植物油进行测定。结果表明:与传统的皂化法和固相萃取法比较,均质快速提取法前处理快速简便,测定准确度和精密度高,重现性好;8 种维生素 E 异构体在 15 min 内可以实现良好分离;在 0.5~10 μg/mL 质量浓度范围内 8 种维生素 E 异构体线性关系良好($R^2 > 0.999$),检出限为 0.02~0.05 μg/mL,定量限为 0.07~0.17 μg/mL,相对标准偏差在 2.48%~5.79% 之间,加标回收率在 90.00%~110.00% 之间;不同食用植物油中生育酚和生育三烯酚的种类和含量存在明显差异。建立的均质快速提取法结合反相高效液相色谱法适用于植物油中 8 种维生素 E 异构体的同时测定。

关键词:反相高效液相色谱;均质快速提取;植物油;维生素 E

中图分类号:O657.7 + 2; TS227 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2022)10-0124-06

Simultaneous determination of eight vitamin E isomers in vegetable oils by RP - HPLC

WU Limei¹, WU Lihua^{1,2}, ZHAO Jingjing², WU Xiaoxia¹, LI Jianke¹

(1. College of Food Engineering and Nutritional Science, Shaanxi Normal University, Xi'an 710119, China; 2. Xi'an Grain & Oil Quality Inspection Center, Xi'an 710003, China)

Abstract: In order to accurately and quickly determine eight vitamin E isomers in vegetable oils, a method for simultaneous determination of eight vitamin E isomers in vegetable oils by homogeneous rapid extraction combined with RP - HPLC was established, and the method was used to determine 14 common vegetable oils. The results showed that compared with the conventional saponification method and solid - phase extraction method, the homogeneous rapid extraction method was fast and simple, with high accuracy, precision and good reproducibility. Eight kinds of vitamin E isomers could be well separated within 15 min. The linearities of eight vitamin E isomers were well in the range of 0.5~10 μg/mL ($R^2 > 0.999$). The detection limits, quantitation limits, relative standard deviations and spiked recoveries were 0.02~0.05 μg/mL, 0.07~0.17 μg/mL, 2.48%~5.79% and 90.00%~110.00%, respectively.

There were obvious differences in the types and contents of tocopherols and tocotrienols in different edible vegetable oils. The established homogeneous rapid extraction combined with RP - HPLC is suitable for the simultaneous determination of eight vitamin E isomers in vegetable oils.

Key words: RP - HPLC; homogeneous rapid extraction; vegetable oil; vitamin E

收稿日期:2021-08-22;修回日期:2022-06-19

基金项目:国家重点研发计划项目(2019YFD1002400, 2019YFD1002403);陕西省技术创新引导专项(2020QFY08-03);陕西省林业科学院科技创新计划专项重点项目(SXLK2020-0213)

作者简介:武利梅(1996),女,硕士研究生,研究方向为食品化学与营养学(E-mail)iwulimei@163.com;吴丽华(1978),女,高级工程师,硕士,主要从事粮油检验工作(E-mail)wulihua0820@126.com。武利梅、吴丽华共同为第一作者。

通信作者:李建科,教授,博士生导师,博士(E-mail)jiankel@snnu.edu.cn。

维生素E包括8种异构体,分别为 α -、 β -、 γ -、 δ -生育酚及相应的生育三烯酚,是人体主要的脂溶性抗氧化剂^[1]。其中, α -生育酚被认为是维生素E的主要活性形式,也是植物油中普遍含量较高的一种^[2]。不同形式的维生素E具有不同的生物活性作用^[3],如 γ -生育酚可缓解中度结肠炎,并抑制中度结肠炎促进的结肠癌,但也有报道, γ -、 δ -生育酚的混合物对偶氮甲烷诱导的结肠癌的发生无明显影响^[4],同时 α -生育酚对结肠癌也无影响^[5]。

人体从外界摄入维生素E的主要来源之一是植物油^[6],维生素E作为植物油的伴随物之一,其组成和含量不仅体现了植物油的营养价值,而且对植物油的氧化稳定性(可以延缓植物油的氧化酸败,延长植物油的保质期^[7])。也存在一定的影响。因此,在检测维生素E含量时仅以总含量反映还不够,有必要准确测定各种异构体的含量。

检测食用植物油中生育酚和生育三烯酚常用的方法主要有高效液相色谱法^[8-9]、液相色谱-质谱法^[10-11]、气相色谱法^[12]、气相色谱-质谱法^[13-14]和非水毛细管电泳法^[15]等。其中气相色谱法和气相色谱-质谱法分析时间较长,分离效果较差。液相色谱法分为反相液相色谱法和正相液相色谱法。一般实验室或检测机构常用的反相液相色谱法无法有效分离 β -生育酚与 γ -生育酚,以及 β -生育三烯酚与 γ -生育三烯酚两对异构体,如果采用正相液相色谱法则需要更换柱塞杆等配件,而一般正相液相色谱法不宜与反相液相色谱法在一台仪器中混用,因此实验室还需单独配置液相色谱,同时正相液相色谱检测时所用流动相具有强挥发性和致癌性,且分析时间长、稳定性差。因此,建立简单的前处理方法及快速的分析方法是非常必要的。

本文采用均质快速提取法提取植物油中维生素E,并与皂化法、固相萃取法进行对比,结合反相高效液相色谱法分析,外标法定量,测定植物油中8种维生素E同分异构体的含量,以期为相关植物油的品质评价提供参考。

1 材料与方法

1.1 试验材料

橄榄油,甘肃陇南田园油橄榄科技开发有限公司;油茶籽油,湖南大三湘茶油股份有限公司;漆树籽油,陕西秦乔农林生物科技有限公司;其余植物油均来源于西安爱菊油脂有限公司。

α -生育酚($\geq 98\%$)、 γ -生育酚($\geq 97\%$)、 δ -生育酚($\geq 97\%$)、 β -生育三烯酚($\geq 97\%$)、 δ -生

育三烯酚($\geq 97\%$)标准品,2,6-二叔丁基对甲酚(BHT),美国Sigma公司; β -生育酚($\geq 98\%$)、 α -生育三烯酚($\geq 97\%$)、 γ -生育三烯酚($\geq 95\%$)标准品,上海源叶生物科技有限公司;氨基固相萃取柱(500 mg,3 mL),博纳艾杰尔科技有限公司;甲醇、正己烷,色谱级,Fisher Scientific公司;抗坏血酸,山东天力生物化工有限公司。

Agilent 1200 高效液相色谱仪(配备荧光检测器),美国安捷伦公司;均质机,广州IKA公司;Z36HK 高速冷冻离心机,HERMLE公司。

1.2 试验方法

1.2.1 样品前处理

皂化法:参照GB 5009.82—2016中皂化法。

固相萃取法:参照严婉盈等^[14]的方法。

均质快速提取法:称取(0.5 ± 0.01)g油样于50 mL离心管中,加入0.1 g BHT、1 g抗坏血酸、5 mL正己烷溶解,加入8 mL 90%甲醇溶液,均质90 s,4℃下以10 000 r/min离心5 min,收集水醇层于25 mL容量瓶中,重复提取3次,合并提取液,定容到25 mL,过0.22 μm滤膜,待测。为防止光对维生素E的影响,整个操作处于避光环境。若样品中维生素E含量超出线性范围,需对样品进行稀释。

1.2.2 标准溶液的配制

用色谱级丙酮配制质量浓度为1.00 mg/mL的维生素E标准储备液,转移至棕色标液瓶中,置于-20℃冰箱中避光保存。移取1 mL上述标准储备液于容量瓶中,90%甲醇溶液定容至10 mL,得到混合标准中间液。用90%甲醇溶液将混合标准中间液稀释成质量浓度分别为0.5、1、2、4、6、8、10 μg/mL的混合标准工作液,现配现用。

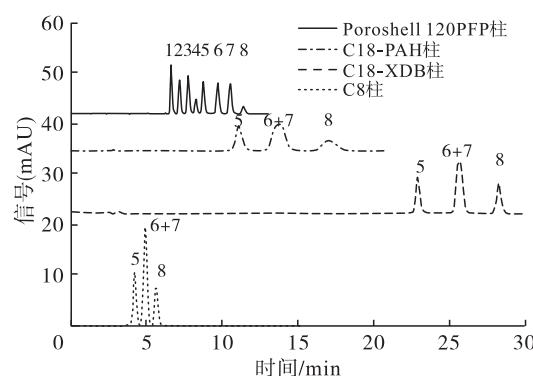
1.2.3 液相色谱条件

Poroshell 120 PFP色谱柱(250 mm × 4.6 mm,4 μm);流动相为90%甲醇溶液;等度洗脱,流速0.8 mL/min;进样量10.0 μL;柱温30℃;检测器激发波长294 nm,发射波长328 nm。

2 结果与讨论

2.1 色谱柱的优化

在设定的洗脱条件下,比较了C8(150 mm × 4.6 mm,5 μm)、C18-PAH(250 mm × 4.6 mm,5 μm)、C18-XDB(250 mm × 4.6 mm,5 μm)、Poroshell 120 PFP 4种色谱柱对维生素E标准品的分离效果(C8和C18色谱柱只采用生育酚标准品),结果见图1。



注:1. δ -生育三烯酚; 2. β -生育三烯酚; 3. γ -生育三烯酚; 4. α -生育三烯酚; 5. δ -生育酚; 6. β -生育酚; 7. γ -生育酚; 8. α -生育酚。下同

图 1 不同色谱柱分离维生素 E 标准品液相色谱图

由图 1 可知,C18 和 C8 色谱柱不能分离 β -生育酚和 γ -生育酚,而 Poroshell 120 PFP 液相色谱柱在硅胶基质上键合五氟代苯基硅烷,对极性化合物具有独特的保留能力,能在 15 min 内实现 8 种维生素 E 异构体的分离,同时避免了使用极端 pH 条件和复杂流动相。

采用 1.2.1 中均质快速提取法对样品进行前处理, Poroshell 120 PFP 色谱柱进行液相色谱分析, 维生

素 E 标准品和菜籽油样品液相色谱图见图 2。

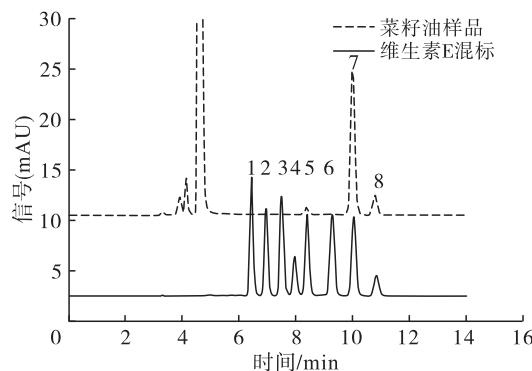


图 2 维生素 E 标准品和菜籽油样品液相色谱图

由图 2 可知,菜籽油中的维生素 E 异构体可以被有效分离,菜籽油中检测出 α -生育酚、 β -生育酚、 γ -生育酚、 δ -生育酚 4 种生育酚和 γ -生育三烯酚。

2.2 线性范围、检出限和定量限

按 1.2.2 配制标准溶液,按 1.2.3 液相色谱条件采用外标法进行定量,以维生素 E 异构体的质量浓度 (x) 为横坐标,目标物质的峰面积 (y) 为纵坐标进行线性回归,同时对目标化合物的检出限(3 倍信噪比)、定量限(10 倍信噪比)进行考察,结果见表 1。

表 1 方法的线性范围、标准曲线、检出限、定量限($n=5$)

维生素 E	线性范围/($\mu\text{g}/\text{mL}$)	标准曲线	相关系数(R^2)	检出限/($\mu\text{g}/\text{mL}$)	定量限/($\mu\text{g}/\text{mL}$)
δ -生育三烯酚	0.5~10	$y = 17.26x - 0.64$	0.999 5	0.02	0.07
β -生育三烯酚	0.5~10	$y = 17.25x - 0.64$	0.999 5	0.02	0.07
γ -生育三烯酚	0.5~10	$y = 21.65x - 0.43$	0.999 5	0.02	0.07
α -生育三烯酚	0.5~10	$y = 8.49x - 0.11$	0.999 2	0.02	0.07
δ -生育酚	0.5~10	$y = 25.11x - 1.56$	0.999 4	0.02	0.07
β -生育酚	0.5~10	$y = 19.65x - 0.87$	0.999 7	0.02	0.07
γ -生育酚	0.5~10	$y = 20.22x - 0.33$	0.999 5	0.02	0.07
α -生育酚	0.5~10	$y = 5.50x + 0.09$	0.999 5	0.05	0.17

由表 1 可知,在 0.5~10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内,8 种维生素 E 异构体的质量浓度与峰面积的线性关系良好,相关系数均大于 0.999,检出限为 0.02~0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$,定量限为 0.07~0.17 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。该检测方法分离度好、灵敏度较高,可以同时对植物油中的 8 种

维生素 E 异构体进行定量分析。

2.3 样品前处理优化

采用不同前处理方法对压榨一级菜籽油样品进行处理,按 1.2.3 液相色谱条件进行测定,平行测定 6 次,结果见表 2。

表 2 前处理方法对菜籽油中维生素 E 异构体含量测定结果的影响($n=6$)

维生素 E	皂化法	固相萃取法	均质快速提取法	mg/kg
δ -生育酚	10.71 ± 0.95	15.01 ± 1.50	22.19 ± 0.66	
β -生育酚	2.02 ± 0.06	3.61 ± 0.20	5.58 ± 0.28	
γ -生育酚	342.12 ± 4.61	384.75 ± 4.86	392.76 ± 12.60	
α -生育酚	111.08 ± 9.06	147.92 ± 4.01	153.26 ± 5.80	
δ -生育三烯酚	-	-	-	
β -生育三烯酚	-	-	-	
γ -生育三烯酚	-	3.33 ± 0.59	3.94 ± 0.22	
α -生育三烯酚	-	-	-	
总量	465.94 ± 10.30	554.63 ± 9.77	577.73 ± 17.68	

由表2可知:采用GB 5009.82—2016的方法对样品进行皂化处理,操作过程繁琐导致维生素E损耗,测定结果偏低,精密度相对较差,同时皂化过程不利于快速检测,且会用到大量乙醚等有毒试剂;固相萃取法和均质快速提取法所得的结果均高于皂化法的测定结果,精密度高、重现性好,但固相萃取法固相萃取小柱价格较为昂贵,且样品处理范围较窄,

而均质快速提取法操作方便、快速,减少了前处理过程中维生素E的损耗,精密度较高。

2.4 加标回收率与精密度

对菜籽油样品添加低、中、高3个水平的维生素E标准品,采用均质快速提取法进行前处理,按1.2.3液相色谱条件进行测定,每个水平进行3次重复试验,得到该方法的加标回收率,结果见表3。

表3 方法的加标回收率

维生素E	平均本底值/ μg	加标量/ μg	平均测定值/ μg	加标回收率/%
δ -生育酚	5.55	2.5	7.95	96.00
		5.0	10.41	97.20
		25.0	30.31	99.04
		0.7	2.09	98.57
β -生育酚	1.40	1.5	2.93	102.00
		7.0	8.18	96.86
		50	147.57	98.76
		100	193.77	95.58
γ -生育酚	98.19	500	623.24	105.01
		20	57.10	93.90
		38.32	77.21	97.23
		200	234.72	98.20
δ -生育三烯酚	-	0.1	0.11	110.00
		0.2	0.19	95.00
		1.0	1.02	102.00
		0.1	0.10	100.00
β -生育三烯酚	-	0.2	0.21	105.00
		1.0	1.03	103.00
		0.5	1.46	94.00
		0.99	1.0	106.00
γ -生育三烯酚	-	5.0	6.45	109.20
		0.1	0.09	90.00
		0.2	0.19	95.00
		1.0	1.05	105.00

注: - 表示未检出。下同

由表3可知,8种维生素E异构体的加标回收率为90.00% ~ 110.00%,表明该方法的准确度高。

使用同一菜籽油进行6次重复试验,考察方法的精密度,结果见表4。

由表4可知,除 δ -生育三烯酚、 β -生育三烯酚和 α -生育三烯酚未检出外,其余检出的5种维生素E异构体的相对标准偏差(RSD)均不大于5.79%,说明方法重现性良好。

表4 方法的精密度($n=6$)

维生素E	含量/(mg/kg)						RSD/%
	1	2	3	4	5	6	
δ -生育酚	22.79	22.44	21.98	21.73	21.22	21.96	2.48
β -生育酚	5.53	5.79	5.76	6.17	5.65	6.23	4.83
γ -生育酚	375.52	397.63	400.66	392.35	409.32	381.10	3.20
α -生育酚	144.83	156.42	157.66	152.95	148.08	159.66	3.78
δ -生育三烯酚	-	-	-	-	-	-	-
β -生育三烯酚	-	-	-	-	-	-	-
γ -生育三烯酚	4.16	4.00	4.09	3.58	3.74	4.08	5.79
α -生育三烯酚	-	-	-	-	-	-	-

2.5 植物油样品测定

采用本研究建立的方法测定了 14 类植物油(共 19 个批次产品)中维生素 E 的含量,每个样品重复测定 3 次,结果见表 5。

从表 5 可以看出:维生素 E 总量排序为漆树籽油>米糠油>压榨一级菜籽油>压榨三级菜籽油>压榨三级红花籽油>水代法二级芝麻油>压榨一级葵花籽油>棉籽油>浸出一级大豆油>压榨二级葵花籽油>压榨二级亚麻籽油>葡萄籽油>混合品种橄榄油>莱星橄榄油>核桃油>鄂植 8 号橄榄油>棕榈油>鲜榨油茶籽油>原香油茶籽油;维生素 E 中 8 种异构体组分最齐全的是米糠油,且主要成分是生育三烯酚,占维生素 E 总量的 61.18%;葡萄籽油含有 4 种生育三烯酚和 2 种生育酚,棕榈油含有

4 种生育三烯酚和 1 种生育酚,这两种植物油中生育三烯酚含量分别占维生素 E 总量的 94.24%、91.10%,其余植物油中维生素 E 主要是生育酚。混合品种橄榄油、鄂植 8 号橄榄油、莱星橄榄油、原香油茶籽油、鲜榨油茶籽油、压榨一级葵花籽油、压榨二级葵花籽油、压榨三级红花籽油中主要是以 α -生育酚的形式存在。核桃油、压榨一级菜籽油、压榨三级菜籽油、压榨二级亚麻籽油、水代法二级芝麻油、浸出一级大豆油和棉籽油中 γ -生育酚含量较高。 β -生育酚和 δ -生育酚一般在植物油中的含量较低,但比较特殊的漆树籽油,其 δ -生育酚含量最高。 δ -生育酚的抗氧化活性较高,可以很好地保持植物油的品质。

表 5 植物油样品中维生素 E 组成及含量($n=3$)

植物油	δ -生育三烯酚	β -生育三烯酚	γ -生育三烯酚	α -生育三烯酚	δ -生育酚	β -生育酚	γ -生育酚	α -生育酚	维生素 E 总量 mg/kg
漆树籽油	4.89	-	2.54	-	435.12	2.16	202.89	-	647.60
混合品种橄榄油	-	-	-	-	4.46	2.55	15.90	164.34	187.25
鄂植 8 号橄榄油	-	-	-	-	3.38	4.19	13.87	111.35	134.63
莱星橄榄油	-	-	-	-	3.47	2.54	9.94	165.06	181.01
原香油茶籽油	-	-	-	-	-	2.41	1.72	43.69	47.82
鲜榨油茶籽油	-	3.72	-	-	-	3.67	2.76	50.30	60.45
核桃油	-	4.08	3.59	-	37.15	4.77	91.61	8.95	150.15
压榨一级菜籽油	-	-	3.94	-	22.19	5.58	392.76	153.26	578.02
压榨三级菜籽油	-	-	3.10	-	13.25	4.04	220.30	125.73	366.42
压榨一级葵花籽油	-	3.31	2.13	-	5.60	11.92	20.91	265.77	309.65
压榨二级葵花籽油	-	2.93	1.55	-	6.03	8.78	13.61	221.22	254.13
压榨二级亚麻籽油	-	-	1.57	-	5.77	-	204.48	10.44	222.26
压榨三级红花籽油	-	5.83	2.94	-	4.44	9.28	11.44	291.63	325.56
水代法二级芝麻油	-	-	2.57	-	9.68	-	295.53	3.00	310.78
米糠油	13.20	11.05	189.49	140.53	77.05	12.77	52.68	82.25	579.02
葡萄籽油	6.91	6.87	67.11	99.77	-	-	3.63	7.42	191.71
棕榈油	16.56	4.83	48.21	16.97	-	-	-	8.46	95.03
浸出一级大豆油	-	-	2.20	-	4.20	2.73	163.06	103.17	275.36
棉籽油	-	-	-	-	93.57	5.14	183.51	22.63	304.85

3 结 论

建立了均质快速提取法前处理结合反向高效液相色谱法同时测定植物油中8种维生素E异构体的方法。与传统的固相萃取法和皂化法前处理比较,均质快速提取法快速简便,测定准确度和精密度高,重现性好。所建方法的检出限为0.02~0.05 μg/mL,定量限为0.07~0.17 μg/mL,相对标准偏差在2.48%~5.79%之间,加标回收率在90.00%~110.00%之间。建立的均质快速提取法结合反相高效液相色谱法适用于植物油中8种维生素E异构体的同时测定。不同食用植物油中生育酚和生育三烯酚的种类和含量均存在明显差异。大多数植物油维生素E的主要组分是 α -生育酚或 γ -生育酚, δ -生育酚、 β -生育酚及生育三烯酚在植物油中含量很低,所测植物油中维生素E组分最全的是米糠油,含有8种维生素E异构体,葡萄籽油和棕榈油主要维生素E组分是生育三烯酚,漆树籽油中 δ -生育酚含量最高。

参考文献:

- [1] SAINI R K, KEUM Y S. Tocopherols and tocotrienols in plants and their products: a review on methods of extraction, chromatographic separation, and detection [J]. Food Res Int, 2016, 82:59~70.
- [2] 吴轲,孙涵潇,祝捷,等.常见食用植物油中维生素E异构体含量调查研究[J].中国油脂,2019,44(10):95~99.
- [3] 徐红丽,王静,韩丽华,等. α 、 β 、 γ 、 δ -生育酚对小鼠急性四氯化碳肝损伤保护作用的研究[J].营养学报,2017,39(3):270~274.
- [4] JIANG Q, JIANG Z Y, HALL Y J, et al. Gamma-tocopherol attenuates moderate but not severe colitis and suppresses moderate colitis-promoted colon tumorigenesis in mice [J]. Free Radic Biol Med, 2013, 65: 1069~1077.
- [5] DOLFI S C, YANG Z H, JUNG L M, et al. Inhibitory effects of different forms of tocopherols, tocopherol phosphates, and tocopherol quinones on growth of colon cancer cells [J]. J Agric Food Chem, 2013, 61(36): 8533~8540.
- [6] LI J, BI Y L, SUN S D, et al. Simultaneous analysis of *tert*-butylhydroquinone, *tert*-butylquinone, butylated hydroxytoluene, 2-*tert*-butyl-4-hydroxyanisole, 3-*tert*-butyl-4-hydroxyanisole, α -tocopherol, γ -tocopherol, and δ -tocopherol in edible oils by normal-phase high performance liquid chromatography [J]. Food Chem, 2017, 234: 205~211.
- [7] 范琛.天然抗氧化剂在文冠果油中抗氧化效果的研究[D].北京:北京林业大学,2016.
- [8] 薛庆海.正相高效液相色谱法测定植物油中维生素E的含量[J].食品工业,2019,40(3):270~272.
- [9] 温运启,刘玉兰,王璐阳,等.不同食用植物油中维生素E组分及含量研究[J].中国油脂,2017,42(3):35~39.
- [10] 彭祖茂,朱丽,邓梦雅,等.超高效液相色谱-串联质谱同时测定植物油中14种营养成分[J].色谱,2018,36(11):1140~1146.
- [11] 刘旭,蒋国振,郭美琳,等.正相高效液相色谱法同时测定食用油中生育酚和生育三烯酚的含量[J].中国油脂,2021,46(1):137~140.
- [12] 甘欢华,张斌,刘钟栋,等.气相色谱法同时快速测定大豆油脱臭馏出物中的生育酚、植物甾醇和角鲨烯含量[J].中国油脂,2021,46(5):39~42,70.
- [13] 沈伟健,王红,陆慧媛,等.气相色谱-质谱法测定植物油中8种维生素E及其在芝麻油真伪鉴别方面的应用[J].色谱,2020,38(5):595~599.
- [14] 严婉盈,洗燕萍,林晓佳,等.固相萃取-气相色谱/质谱法同时测定植物油中胆固醇和维生素E[J].中国酿造,2017,36(8):168~172.
- [15] TERESA G D, ISABEL A V, ANTONIO S R. Determination of tocopherols in vegetable oil samples by non-aqueous capillary electrophoresis (NACE) with fluorimetric detection [J]. J Food Compos Anal, 2012, 25(1): 24~30.

(上接第123页)

- [12] 赵佳莹,李晓敏,卢晓华,等.高效液相色谱-荧光检测法测定橄榄油中4种多环芳烃[J].色谱,2017,35(7):748~754.
- [13] JUNG S Y, PARK J S, CHANG M S, et al. A simple method for the determination of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) in edible oil employing solid phase extraction (SPE) cartridge purification [J]. Food Sci Biotechnol, 2013, 22(1): 241~248.
- [14] 尹佳,余琼卫,赵琴,等.固相萃取-高效液相色谱联用测定食用油中的4种多环芳烃[J].中国油脂,2015,40(3):52~56.
- [15] 张冰,张蕊,叶金,等.分子印迹固相萃取-高效液相色谱法测定植物油中11种多环芳烃[J].中国粮油学报,2018,33(11):111~115.
- [16] 许婷,汤桦,陈大舟,等.同位素稀释-气相色谱-三重四极杆串联质谱法分析食用油中18种多环芳烃[J].质谱学报,2015,36(2):120~127.
- [17] 王建华,杨君,刘靖婧,等.同位素稀释-气相色谱-串联质谱法测定植物油中的15种欧盟优控多环芳烃[J].分析试验室,2014,33(1):48~53.
- [18] 张利飞,黄业茹,史双昕,等.土壤中多环芳烃和酞酸酯类有机污染物气相色谱-质谱测定方法中的质量控制与质量保证[J].色谱,2010,28(5):465~469.