

冷冻离心净化-高效液相色谱法测定 植物油中苯并(a)芘含量

王朝仁¹,黄忆婷¹,杨 柳¹,王衍彬¹,吴翠蓉¹,薛锦松²

(1.浙江省林业科学研究院,杭州 310023; 2.温州瑞雪农业开发有限公司,浙江 温州 325500)

摘要:建立了冷冻离心净化-高效液相色谱测定植物油中苯并(a)芘含量的方法。样品经乙腈-丙酮(体积比4:6)提取,采用冷冻离心净化,Kromasil C18柱分离,在乙腈-水(体积比9:1)为流动相、流速1.0 mL/min、激发波长365 nm、发射波长406 nm条件下,采用荧光检测器检测。结果表明:苯并(a)芘在0.2~20 μg/L范围内线性关系良好($r=0.9997$);植物油样品中苯并(a)芘低、中、高3个水平的平均加标回收率在81.3%~90.8%之间,相对标准偏差为1.35%~2.97%;检出限和定量限分别为0.13 μg/kg和0.5 μg/kg。该方法准确、简单,适于植物油中苯并(a)芘含量的测定。

关键词:苯并(a)芘;高效液相色谱;植物油;冷冻离心;净化

中图分类号:TS225.1;TQ646 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2021)05-0121-05

Determination of benzo (a) pyrene in vegetable oil by high performance liquid chromatography with freeze - centrifugation purification

WANG Chaoren¹, HUANG Yiting¹, YANG Liu¹, WANG Yanbin¹,
WU Cuirong¹, XUE Jinsong²

(1. Zhejiang Academy of Forestry, Hangzhou 310023, China; 2. Wenzhou Ruixue Agricultural Development Co., Ltd., Wenzhou 325500, Zhejiang, China)

Abstract: A method was developed for the determination of benzo(a)pyrene in vegetable oil using freeze - centrifugation purification and high performance liquid chromatography. The sample was extracted with acetonitrile and acetone (volume ratio 4:6), and then cleaned up by freeze - centrifugation. Benzo(a)pyrene was separated on a Kromasil C18 column, using a mobile phase consisting of acetonitrile and water (volume ratio 9:1) at a flow rate of 1.0 mL/min. The excitation wavelength and emission wavelength were set at 365 nm and 406 nm respectively, and benzo (a) pyrene was detected with fluorescence detector. The results showed that the calibration curve showed good linearity in the range of 0.2 - 20 μg/L and the correlation coefficient was 0.9997. The recoveries of benzo(a)pyrene in vegetable oil were in the range of 81.3% - 90.8% at low, middle and high levels with RSD 1.35% - 2.97%. The limit of detection (LOD) was 0.13 μg/kg and the limit of quantitation (LOQ) was 0.5 μg/kg. The established method was accurate, simple and suitable for the determination of benzo (a) pyrene in vegetable oil.

Key words: benzo (a) pyrene; high performance liquid chromatography; vegetable oil; freeze - centrifugation; purification

收稿日期:2020-07-01;修回日期:2021-01-22

基金项目:浙江省重点研发计划项目(2018C02016);浙江省科技厅省属科研院所专项(2018F10005)

作者简介:王朝仁(1986),男,助理工程师,研究方向为食品质量安全(E-mail)444382378@qq.com。

通信作者:杨 柳,高级工程师,硕士(E-mail)yangliuxs@163.com。

苯并(a)芘是由一个苯环和一个芘分子稠合而成的一种污染最广、毒性最大的多环芳烃类化合物,其化学性质稳定,易溶于正己烷、乙醚、甲苯、丙酮等有机溶剂。植物油中苯并(a)芘来源主要有两种途径^[1-2]:①油料作物生长过程中,从空

气、水体及土壤中吸收富集苯并(a)芘,最终转移到油脂产品中;②油料作物在转运和加工环节,如原料在收获、运输、晾晒、烘干等过程中可能接触到苯并(a)芘而受污染,在加工环节因炒制受热不均,局部温度过高,导致部分油脂发生聚合反应生成苯并(a)芘以及浸提溶剂直接带入等。董广彬等^[3]收集并测定了19种、262份国内外食用植物油样品的苯并(a)芘含量,结果显示苯并(a)芘检出率为98.5%,超标率为2.3%。因此,植物油作为人们日常烹饪必需品,加强该类产品安全监管及苯并(a)芘污染物检测尤为重要。我国在GB 2762—2017《食品安全国家标准 食品中污染物限量》中明确规定植物油中苯并(a)芘残留量不得超过10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。目前有关苯并(a)芘检测方法的研究报道较多,如酶联免疫法^[4]、荧光光度法^[5]、高效液相色谱法^[6-11]、气相色谱-质谱联用法^[12-13]等。酶联免疫法虽然检测快速,但检测易造成假阳性结果;荧光光度法前处理步骤烦琐,试剂消耗量大,且灵敏度有限;气相色谱-质谱联用法作为较为常用的苯并(a)芘测定方法,虽具有较好的分离能力及较高的灵敏度,但对仪器温度条件及色谱柱要求比较高,结果稳定性比高效液相色谱法差;高效液相色谱法具有更好的分离效果,更高的精密度、准确度及更低的检出限等优点^[14],与其他常用分析方法相比,具备明显优势,应用也最为广泛。

植物油的主要成分是脂肪酸甘油酯,并含植物甾醇、多酚类化合物、维生素E等物质^[15],基体成分复杂,前处理是成功测定植物油中苯并(a)芘含量的关键。目前植物油中苯并(a)芘含量测定前处理净化方法主要有皂化法净化^[16]、中性氧化铝柱层析净化^[17]、分子印迹柱净化^[17]、凝胶渗透色谱净化^[18-19]等。皂化法净化后提取溶剂消耗量大,耗时长,且净化效果欠佳,稳定性不足;固相萃取小柱净化法则耗材费用较高;而凝胶渗透色谱净化法存在设备价格高、耗时长等劣势。本文利用植物油在低温状态会凝结这一物理特性,采用冷冻处理提取液,使植物油冷凝固化,利用密度差异,采用冷冻离心沉淀提取液中残留的植物油悬浮物,从而达到净化提取液的目的,然后采用反相液相色谱分离,荧光检测器检测苯并(a)芘含量。该方法能够有效消除干扰,简便、环保、准确、稳定且成本低。

1 材料与方法

1.1 试验材料

油茶籽油、菜籽油、大豆油,市售;乙腈、正己烷、

石油醚均为分析纯,上海凌峰化学试剂有限公司;丙酮,分析纯,杭州双林化工试剂有限公司;乙腈,色谱纯,德国默克公司;超纯水;苯并(a)芘标准溶液(20 $\mu\text{g}/\text{mL}$),农业部环境保护科研监测所。

Agilent 1260 Infinity II 高效液相色谱仪(含四元泵、自动进样器、柱温箱、荧光检测器);IKA MS 3 Basic 涡旋混匀器;Sartorius BSA2202S 电子天平;东旺 TG20KR 冷冻离心机;Organomation N-EVAP112 氮吹仪;Merck Milli-Q 超纯水仪;澳柯玛 BC/BD-560TC(NE)冰柜。

1.2 试验方法

1.2.1 标准工作溶液的配制

准确吸取1.0 mL 苯并(a)芘标准溶液(20 $\mu\text{g}/\text{mL}$)于10 mL 容量瓶中,乙腈定容至刻度线,得到质量浓度为2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准储备液。把标准储备液用乙腈稀释得到0.2、1、5、10、20 $\mu\text{g}/\text{L}$ 的系列标准工作溶液。

1.2.2 样品处理

称取2.00 g 植物油样品于50 mL 离心管中,加入20 mL 乙腈-丙酮(体积比4:6),高速涡旋提取2 min,将其置于-20 $^{\circ}\text{C}$ 冰柜中冷冻处理2 h,待油样完全呈现白色凝固状态,放入冷冻离心机,于-15 $^{\circ}\text{C}$ 下10 000 r/min 离心5 min;分取上层提取液4 mL 于40 $^{\circ}\text{C}$ 水浴氮气吹至近干,1 mL 乙腈(色谱纯)定容,过0.22 μm 微孔滤膜,收集于进样瓶中,待上机测定。

1.2.3 色谱条件

Kromasil C18 色谱柱(4.6 mm \times 250 mm, 5 μm);流动相为乙腈-水(体积比9:1),流速1.0 mL/min;柱温35 $^{\circ}\text{C}$;进样量20 μL ;激发波长365 nm,发射波长406 nm。

1.2.4 加标回收率和精密度测定

选择苯并(a)芘含量低于检出限的油茶籽油作为空白试样,向其中添加苯并(a)芘标准工作溶液,加标量分别为1、5、10 $\mu\text{g}/\text{kg}$,按照1.2.2 进行处理,在1.2.3 色谱条件下上机测定苯并(a)芘含量,计算加标回收率和精密度。每个添加水平重复测定6次。

1.2.5 市售植物油中苯并(a)芘含量分析

按照1.2.2 方法对市售的5 批次油茶籽油、5 批次菜籽油、10 批次大豆油进行处理,在1.2.3 色谱条件下上机测定苯并(a)芘含量。

2 结果与分析

2.1 荧光检测器激发波长的选择

GB 5009.27—2016《食品安全国家标准 食品中

苯并(a)芘的测定》仪器参考条件中荧光检测器激发波长 384 nm,发射波长 406 nm。将发射波长固定为 406 nm,激发波长围绕 384 nm 进行调节,以仪器对苯并(a)芘灵敏度及方法检出限的高低为考量依据,选择最佳激发波长。对配制的质量浓度 10 $\mu\text{g/L}$ 的苯并(a)芘标准工作溶液在不同激发波长下进行峰面积测定;选取空白试样,加入苯并(a)芘标准工作溶液,加标量为 1 $\mu\text{g/kg}$,按 1.2.2 步骤处理,所得待测液在不同激发波长下测定,并以 3 倍信噪比计算方法检出限,记录其变化情况。结果如图 1 所示。

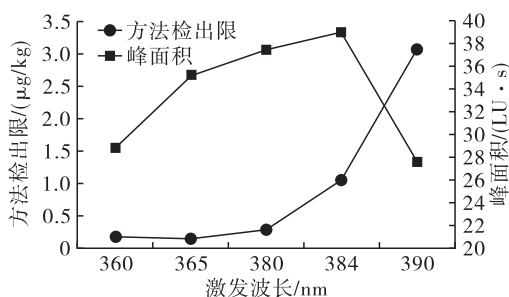


图1 不同激发波长下苯并(a)芘标准溶液峰面积变化及方法检出限变化

由图 1 可知,随着激发波长的增大,峰面积呈先增大后减小的趋势,激发波长为 384 nm 时峰面积最大,响应最佳;随着激发波长的增大,方法检出限先降低后升高,当激发波长为 384 nm 时,方法检出限为 1.04 $\mu\text{g/kg}$,当激发波长为 365 nm 时,获得最低方法检出限(为 0.13 $\mu\text{g/kg}$),比 384 nm 处降低了 0.91 $\mu\text{g/kg}$,降幅达 87.5%。可见灵敏度和方法检出限的变化规律并不一致,灵敏度最高时方法检出限不一定最低,方法检出限最低时灵敏度也不一定最高。考虑到激发波长为 365 nm 时苯并(a)芘标准工作溶液的峰面积为 384 nm 时峰面积的 90.5%,而相较于 384 nm 激发波长,激发波长为 365 nm 时基线更平直,仪器基线噪声更低(见图 2、图 3),更有利于降低仪器检出限及方法检出限,将激发波长定为 365 nm。

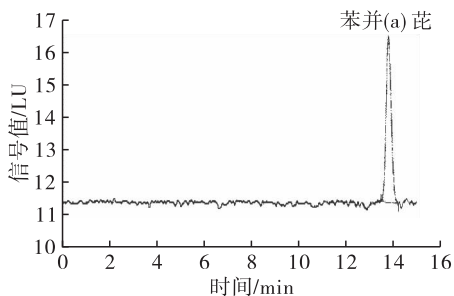


图2 激发波长 384 nm、发射波长 406 nm 下苯并(a)芘标准溶液(10 $\mu\text{g/L}$)色谱图

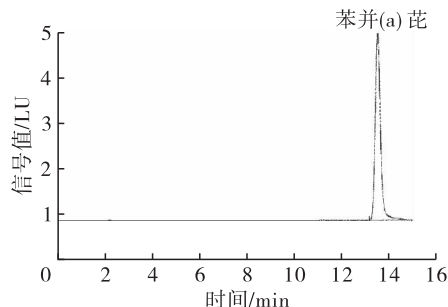


图3 激发波长 365 nm、发射波长 406 nm 下苯并(a)芘标准溶液(10 $\mu\text{g/L}$)色谱图

2.2 提取溶剂的选择

以正己烷、石油醚、乙腈、丙酮、乙腈-水(体积比 9:1)、乙腈-丙酮(体积比 9:1)为提取溶剂,对植物油中苯并(a)芘进行提取试验。在称取的 6 份空白试样中加入苯并(a)芘标准工作溶液,使其在样品中含量为 10 $\mu\text{g/kg}$,轻摇混匀,分别加入上述提取溶剂各 20 mL,高速涡旋提取 2 min,置于 -20°C 环境中冷冻处理 2 h 后观察发现:以正己烷、石油醚为提取溶剂,植物油样完全溶解其中,冷冻处理后未出现凝固现象,油脂与提取溶剂未能有效分离,未达到冷冻净化的目的;以乙腈、丙酮、乙腈-水(体积比 9:1)、乙腈-丙酮(体积比 9:1)作为提取溶剂,经冷冻处理后植物油样呈白色凝固状态,上层提取液澄清,表明除油效果明显。取上层提取液按 1.2.2 后续步骤进行处理,按 1.2.3 色谱条件上机测定,计算苯并(a)芘加标回收率。结果发现,当提取溶剂为乙腈-丙酮(体积比 9:1)时,获得最佳的苯并(a)芘加标回收率,故选其作为提取溶剂。

以不同体积比的乙腈-丙酮作为提取溶剂,按上述方法测定苯并(a)芘含量,考察不同体积比乙腈-丙酮对苯并(a)芘加标回收率的影响,结果如图 4 所示。

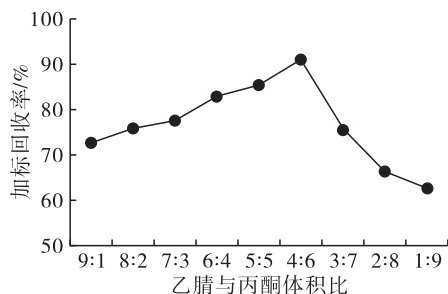


图4 以不同体积比的乙腈-丙酮作为提取溶剂时苯并(a)芘的加标回收率

由图 4 可知,随着丙酮在提取溶剂中比例的增大,加标回收率先增加后降低趋势。当丙酮比例在 10%~60% 区间时,加标回收率由 72.5% 逐渐增

至 90.8%；而随着丙酮比例继续提升，加标回收率则呈不断下降的趋势，当丙酮比例为 90% 时，加标回收率仅为 62.4%。丙酮对植物油的溶解力强于乙腈，且从植物油中提取苯并(a)芘的能力较乙腈好。试验过程中发现随着提取溶剂中丙酮比例的提高，提取液中含油量会随之增加，当含油量达到一定量后，加标回收率降低明显，其主要原因是乙腈溶解油的能力较弱，部分苯并(a)芘仍溶于植物油中，经微孔滤膜过滤后，乙腈相与未能溶解的植物油分离，从而造成苯并(a)芘含量的损失。当乙腈与丙酮体积比为 4:6 时，分取的提取液虽仍含微量油脂，但可获得较好的苯并(a)芘加标回收率，故选定乙腈-丙酮(体积比 4:6)为提取溶剂。

2.3 标准曲线及方法检出限

取一定量 1.2.1 配制的苯并(a)芘系列标准工作溶液在 1.2.3 色谱条件下，上机测定。以苯并(a)芘标准工作溶液质量浓度(X)为横坐标，以相应的峰面积(Y)为纵坐标，绘制标准曲线，得到线性回归方程为 $Y=3.64X-0.41$ ，相关系数为 0.999 7，表明苯并(a)芘在 0.2 ~ 20 $\mu\text{g/L}$ 范围内线性关系良好。

取空白试样，加入苯并(a)芘标准工作溶液，加标量为 1 $\mu\text{g/kg}$ ，按 1.2.2 方法处理，按 1.2.3 色谱条件上机测定，以基线 3 倍信噪比计算得方法检出限为 0.13 $\mu\text{g/kg}$ ；以基线 10 倍信噪比计算得 0.43 $\mu\text{g/kg}$ ，取 0.5 $\mu\text{g/kg}$ 作为定量限。

2.4 方法加标回收率和精密度

按 1.2.4 方法进行方法的加标回收率和精密度测定，结果见表 1。

表 1 植物油中苯并(a)芘加标回收率及精密度($n=6$)

加标量/ ($\mu\text{g/kg}$)	测定值/ ($\mu\text{g/kg}$)	回收率/ %	平均 回收率/%	相对标准 偏差/%
1	0.788~0.854	78.8~85.4	81.3	2.97
5	4.16~4.46	83.2~89.2	86.5	2.44
10	8.93~9.27	89.3~92.7	90.8	1.35

由表 1 可知，3 个加标水平下的苯并(a)芘平均加标回收率在 81.3% ~ 90.8% 之间，相对标准偏差在 1.35% ~ 2.97% 之间。结果表明该方法重现性及精密度较好，测定结果稳定可靠。

2.5 实际样品测定

对市售的 5 批次油茶籽油、5 批次菜籽油及 10 批次大豆油共计 20 批次植物油样中的苯并(a)芘含量进行测定。结果显示，20 批次样品中有 18 批次检出苯并(a)芘，检出率达 90%。其中：油茶籽油

样品 1 批次未检出，检出的 4 批次样品苯并(a)芘含量范围在 0.66 ~ 3.2 $\mu\text{g/kg}$ ；菜籽油样品 5 批次全部有检出，苯并(a)芘含量范围在 0.92 ~ 5.9 $\mu\text{g/kg}$ ；大豆油样品 1 批次未检出，检出的 9 批次样品苯并(a)芘含量范围在 0.70 ~ 4.6 $\mu\text{g/kg}$ 。

3 结论

本研究在 GB 5009.27—2016 基础上优化了植物油中苯并(a)芘含量的分析方法，以冷冻离心作为前处理净化的主要方法，并对提取溶剂及仪器的激发波长进行了选择，建立了一种冷冻离心净化-高效液相色谱测定植物油中苯并(a)芘含量的分析方法。以乙腈-丙酮(体积比 4:6)为提取溶剂，提取液经冷冻离心净化后上机分析，流动相为乙腈-水(体积比 9:1)，激发波长 365 nm，发射波长 406 nm。本方法中苯并(a)芘在 0.2 ~ 20 $\mu\text{g/L}$ 范围内线性关系良好(相关系数为 0.999 7)，植物油样品中苯并(a)芘低、中、高 3 个水平的平均加标回收率在 81.3% ~ 90.8% 之间，相对标准偏差为 1.35% ~ 2.97%，检出限和定量限分别为 0.13 $\mu\text{g/kg}$ 和 0.5 $\mu\text{g/kg}$ 。本方法准确、简单，适于植物油中苯并(a)芘含量的测定。

参考文献：

- [1] 李进伟,王兴国,金青哲. 食用油中苯并(a)芘的来源、检测和控制[J]. 中国油脂,2011,36(6):7-11.
- [2] 宿书芳,刘艳明,薛霞,等. 植物油中苯并(a)芘的来源分析[J]. 农业机械,2013(20):58-60.
- [3] 董广彬,李鹏,姜俊. 食用植物油中苯并(a)芘检测结果分析[J]. 粮油加工,2009(7):67-68.
- [4] 陈超超,邵辉峰,王吕,等. 水体中苯并芘检测试剂盒研制及效果评价[J]. 中国公共卫生,2016,32(2):254-256.
- [5] 李春篱,梁春群,陈同欢,等. 荧光光度法测定食用油中的苯并(a)芘[J]. 化工技术与开发,2008,37(2):39-41,26.
- [6] 王浩,刘艳琴,杨红梅,等. 高效液相色谱法测定粮食中苯并芘残留的研究[J]. 粮油食品科技,2007,15(1):53-54.
- [7] 胡奇杰,沈黎炜,戚民,等. 高效液相色谱法测定肉制品中的苯并芘[J]. 食品研究与开发,2010,31(6):146-149.
- [8] 吴海智,周丛,袁列江,等. 高效液相色谱法快速测定植物油中苯并芘的研究[J]. 安徽农业科学,2011,39(10):6075-6076.
- [9] 吴钟玲,何仲强,陈树东,等. 植物油中苯并芘含量测定研究[J]. 广东微量元素科学,2012,19(6):29-33.

(下转第 134 页)

- [8] 贾洪锋,彭德川,梁爱华,等. 高效液相色谱法测定豆瓣中辣椒素类物质含量[J]. 中国调味品,2012,37(2):104-108.
- [9] 王旭,王富华,钟红舰,等. 高效液相色谱法测定食品中的辣椒素、二氢辣椒素[J]. 食品科学,2008,29(7):378-381.
- [10] 廖妍俨,龙四红,寻思颖,等. 液相色谱-荧光检测法测定辣椒制品中的辣椒素和二氢辣椒素[J]. 中国调味品,2016,41(9):123-125.
- [11] 罗辉泰,黄晓兰,吴惠勤,等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时快速测定食用油中9种外源性杂质成分[J]. 分析测试学报,2019,38(5):532-538.
- [12] 国振,李秀琴,高方园,等. 液相色谱同位素稀释质谱法检测食用油中辣椒碱类化合物[J]. 化学试剂,2016,38(6):491-495.
- [13] 梁桂娟,寻思颖,张琼,等. LC-MS/MS法测定食用油中的辣椒素和二氢辣椒素[J]. 中国酿造,2016,35(7):175-179.
- [14] 辣椒及辣椒制品中辣椒素类物质的测定及辣度表示方法:GB/T 21266—2007[S]. 北京:中国标准出版社,2007.
- [15] 辣椒及其油树脂总辣椒碱含量的测定 高效液相色谱法:GB/T 30388—2013[S]. 北京:中国标准出版社,2013.
- [16] 辣椒及其油树脂总辣椒碱含量的测定 分光光度法:GB/T 30389—2013[S]. 北京:中国标准出版社,2013.
- [17] 刘诗瑶,吴文林,肖全伟,等. 超高效液相色谱四极杆/静电场轨道阱质谱快速筛查和定量检测食用油脂中的天然辣椒素、合成辣椒素和二氢辣椒素[J]. 食品工业科技,2020,41(13):259-263.
- [18] 张忠,任飞,张盼. 液-液萃取-液相色谱-串联质谱法测定“地沟油”中辣椒碱类化合物及丁香酚[J]. 色谱,2012,30(11):1108-1112.
- [19] 徐旭文,李双,陈树兵,等. 食用油中三种辣椒素类物质的快速筛查[J]. 分析实验室,2019,38(2):191-195.
- [20] 季荣荣,韩明星,田坤,等. 液质联用法鉴定辣椒素类物质成分[J]. 信息记录材料,2020,21(3):25-28.
- [21] 刘立业,钟方丽,娄大伟,等. HPLC法测定辣椒红色素中辣椒素及二氢辣椒素含量[J]. 吉林化工学院学报,2015,32(8):1-3.
- [22] 尼海峰,但晓容,李炼钢. 高效液相色谱法测定火锅底料中辣椒素类物质[J]. 中国调味品,2014,39(11):115-119.
- [23] 王龙星,金静,王淑秋,等. 非正常食用油鉴别新方法(一):三种辣椒碱残留量的液相色谱-质谱分析[J]. 色谱,2012,30(11):1094-1099.
- [24] 赵琴,胡艺凡,许静,等. 固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱快速检测食用油和地沟油中辣椒素和二氢辣椒素[J]. 分析科学学报,2014,30(6):777-782.
- [25] 任玉洁. 川菜中辣椒素类物质检测方法的建立及辣味特征分析[J]. 保鲜与加工,2019,19(6):191-196.
- [26] 张海利,李焕秀,刘为国,等. 高效液相色谱法测定不同品种辣椒中的辣椒素[J]. 四川农业大学学报,2008,26(2):131-134.
- [27] 李卓,陈冬,舒蕊华,等. 高效液相色谱法测定辣椒粉中辣椒素的不确定度评定[J]. 中国调味品,2017,42(5):135-137.
- [28] 左英芳. 液质联用仪的基质效应研究[J]. 新农民,2019(5):20-21.
- [29] 余晓琴,李澍才. 超高效液相色谱-质谱联用法定量测定奶茶中的3种毒品成分[J]. 食品安全质量检测学报,2019,10(16):5517-5522.

(上接第124页)

- [10] 汤富彬,莫润宏,钟冬莲,等. 皂化提取-高效液相色谱法测定油茶籽油中苯并(a)芘残留[J]. 中国油脂,2012,37(2):62-64.
- [11] 黄坤,王幸平,尹佳,等. 高效液相色谱法测定大米和小麦粉中的苯并(a)芘[J]. 粮食与油脂,2018,31(10):86-88.
- [12] 李永新,张宏,毛丽莎,等. 气相色谱/质谱法测定熏肉中的多环芳烃[J]. 色谱,2003,21(5):476-479.
- [13] 马素换,汪学德,刘兵戈. 植物油中苯并(a)芘的检测方法比较研究[J]. 中国油脂,2014,39(8):91-94.
- [14] 程威威,汪学德,刘兵戈,等. HPLC-FLD和GC-MS测定芝麻油中苯并芘的方法比较[J]. 现代食品科技,2015,31(10):282-286,306.
- [15] 熊秋芳,张效明,文静,等. 菜籽油与不同食用植物油营养品质的比较:兼论油菜品质的遗传改良[J]. 中国粮油学报,2014,29(6):122-128.
- [16] 杨占南,彭全材,罗世琼,等. 贵阳市油炸食品中苯并芘的测定及其安全评价[J]. 食品科学,2008,29(10):449-452.
- [17] 食品安全国家标准 食品中苯并(a)芘的测定:GB 5009.27—2016[S]. 北京:中国标准出版社,2017.
- [18] 郑睿行,祝华明,龚鸿萍,等. 凝胶渗透色谱-高效液相色谱联用测定食用植物油中苯并(a)芘[J]. 食品科学,2011,32(22):209-212.
- [19] 刘艳琴,王浩,杨红梅. 凝胶渗透色谱-高效液相色谱法测定植物油中苯并芘[J]. 食品科技,2013,38(1):327-329.