

# 超高效合相色谱(UPC<sup>2</sup>)技术快速测定植物油中的维生素A和维生素E

彭熾雯<sup>1</sup>,王波<sup>2</sup>,刘阿静<sup>2</sup>,王莹捷<sup>1</sup>,把灵珍<sup>1</sup>,韩舜愈<sup>1</sup>,管贤贤<sup>3</sup>,周小平<sup>2</sup>

(1. 甘肃农业大学食品科学与工程学院,兰州730070; 2. 兰州海关技术中心,兰州730000;

3. 西北师范大学地理与环境科学学院,兰州730070)

**摘要:**为了使植物油中脂溶性维生素E异构体得到更好的分离,建立一种超高效合相色谱(UPC<sup>2</sup>)快速分离和测定植物油中维生素A和维生素E的方法。样品经异丙醇溶解,过0.22 μm有机相滤膜后直接进样分析。分析条件为HSS C<sub>18</sub> SB色谱柱(3.0 mm×100 mm,1.8 μm),CO<sub>2</sub>和0.2%甲酸甲醇溶液为流动相,梯度洗脱,流速1.0 mL/min,柱温50℃,检测波长290 nm。结果表明:维生素A和维生素E在测定范围内呈现良好的线性关系,相关系数均在0.999 5及以上,样品回收率为82.00%~106.82%,RSD在0.94%~3.57%之间,日内精密性与日间精密度的RSD分别为1.94%~3.51%与3.74%~5.13%,并采用已建立的方法对26份植物油样品中的维生素A和维生素E含量进行测定,表明植物油中维生素E含量最高,其中以α-生育酚和γ-生育酚为主,β-生育酚含量较低。该方法简单高效、灵敏度高、重复性好,可用于植物油中脂溶性维生素A和维生素E的分离检测。

**关键词:**超高效合相色谱法;植物油;维生素A;维生素E

中图分类号:O657.72;TS225.1 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2022)01-0147-06

## Rapid determination of vitamin A and vitamin E in vegetable oil based on ultra high performance convergence chromatography(UPC<sup>2</sup>)

PENG Yanwen<sup>1</sup>, WANG Bo<sup>2</sup>, LIU Ajing<sup>2</sup>, WANG Yingjie<sup>1</sup>, BA Lingzhen<sup>1</sup>, HAN Shunyu<sup>1</sup>, GUAN Xianxian<sup>3</sup>, ZHOU Xiaoping<sup>2</sup>

(1. School of Food Science and Engineering, Gansu Agricultural University, Lanzhou 730070, China;

2. Lanzhou Customs Technology Center, Lanzhou 730000, China; 3. College of Geography and Environmental Science, Northwest Normal University, Lanzhou 730070, China)

**Abstract:** In order to better separate the fat-soluble vitamin E isomers in vegetable oils, a method for rapid separation and determination of vitamin A and vitamin E in vegetable oil by ultra high performance convergence chromatography was established. The sample was dissolved in isopropanol and passed through a 0.22 μm organic phase filter membrane, and then directly injected for analysis. The analysis conditions were as follows: HSS C<sub>18</sub> SB chromatographic column (3.0 mm×100 mm, 1.8 μm), with CO<sub>2</sub> and 0.2% formic acid methanol solution as mobile phase, gradient elution, flow rate 1.0 mL/min, column temperature 50℃, detection wavelength 290 nm. The results showed that vitamin A and vitamin E showed a good linear relationships in the determination range, the correlation coefficients were not less than 0.999 5, the sample recovery was 82.00% - 106.82%, the RSD was 0.94% - 3.57%, and the RSD of intraday precision and daytime precision were 1.94% - 3.51% and 3.74% - 5.13%, respectively. The contents of

收稿日期:2021-03-02;修回日期:2021-08-17

作者简介:彭熾雯(1994),女,硕士研究生,研究方向为食品检测(E-mail)418247061@qq.com。

通信作者:周小平,研究员,硕士生导师(E-mail)zhxp1123@163.com。

vitamin A and vitamin E in 26 vegetable oil samples were determined by the established method. The vitamin E content was the highest, in which α-tocopherol and γ-tocopherol was the main tocopherol, while β-tocopherol content was

lower. The method is simple, efficient, sensitive and reproducible. The method can be used for the separation and determination of vitamin A and vitamin E in vegetable oil.

**Key words:** ultra high performance convergence chromatography; vegetable oil; vitamin A; vitamin E

维生素 A 与维生素 E 是人体正常代谢和功能所必需的脂溶性维生素,其中:维生素 A(视黄醇)的主要功能是参与视觉细胞视紫红质的合成<sup>[1]</sup>,维持人类视觉与骨骼的健康,促进细胞的分裂识别以及维护免疫系统的完整性;维生素 E 具有防癌、抗氧化、抗衰老等功效<sup>[2-4]</sup>,根据结构不同其分为  $\alpha$ -、 $\beta$ -、 $\gamma$ -、 $\delta$ -生育酚(Tocopherol, T)和生育三烯酚(Tocotrienol, T3)<sup>[5]</sup>,其中  $\alpha$ -生育酚的生物活性最强,其次为  $\beta$ -、 $\gamma$ -生育酚, $\delta$ -生育酚的生物活性最弱,抗氧化能力强弱则是  $\alpha$ -生育酚 <  $\beta$ -生育酚 <  $\gamma$ -生育酚 <  $\delta$ -生育酚<sup>[6-7]</sup>。植物油中含有丰富的天然维生素 E,是人体从外界食物中获取维生素 E 的主要来源,研究建立同时快速检测植物油中维生素 A 和维生素 E 的方法,除了对鉴定植物油的营养价值和品质具有重要意义外,同时能更好地评估人体从膳食摄入这两种营养素的状况。

目前,测定脂溶性维生素 A 和维生素 E 的方法主要有分光光度法<sup>[8]</sup>、电化学法<sup>[9-10]</sup>、气相色谱法<sup>[11]</sup>、高效液相色谱法<sup>[12]</sup>、液质联用法<sup>[13]</sup>等。其中高效液相色谱法(HPLC)应用最广泛,如:姜波等<sup>[14]</sup>建立了 HPLC 同时测定植物油中维生素 A 和不同构型维生素 E 含量的方法,但  $\beta$ -维生素 E 和  $\gamma$ -维生素 E 的保留时间一致,不能分离;乔坤云<sup>[15]</sup>、王晖<sup>[16]</sup>、陈春晓<sup>[17]</sup>等采用反相 HPLC 对不同食品中维生素 A 和维生素 E 含量进行测定,但检测时间较长,样品前处理需要经过皂化处理,无法实现快速分离检测的目的。刘莹等<sup>[18]</sup>建立了固相萃取-在线二维快速同时测定食品中维生素 A、D 和 4 种维生素 E 异构体的含量,实现了 4 种维生素 E 异构体的有效分离,样品前处理方法使用固相萃取代替液液萃取,简化了前处理操作步骤,提高了检测效率。反相 HPLC 无法分离  $\beta$ -维生素 E 和  $\gamma$ -维生素 E,样品需经过皂化,操作烦琐,而正相 HPLC 虽然可实现维生素 E 各种异构体的分离<sup>[19]</sup>,但流动相挥发性强,溶剂强致癌,对仪器损耗较大。因此,建立快速高效的维生素 A 和维生素 E 检测方法具有重要意义。

超高效合相色谱(UPC<sup>2</sup>)作为一种新型色谱分离技术,可分析不适用气相色谱(GC)分析的高沸点样品,又比传统的 HPLC 分析速度快,且具有有机溶剂使用量少、重现性好、绿色环保的优点<sup>[20-22]</sup>。因

此,本实验运用 UPC<sup>2</sup> 技术,对不同植物油样品中的脂溶性维生素 A 和维生素 E(大量文献表明,植物油中  $\delta$ -生育酚含量较少,对总维生素 E 含量贡献不大,故本文只对  $\alpha$ -、 $\beta$ -、 $\gamma$ -生育酚进行研究)进行测定,以期建立一种快速高效的分离检测方法。

## 1 材料与方法

### 1.1 实验材料

26 份植物油样品,主要来自实验室储存以及当地超市。

维生素 A 标准品(纯度  $\geq 99.3\%$ )、 $\alpha$ -生育酚标准品(纯度  $\geq 98.4\%$ )、 $\beta$ -生育酚标准品(纯度  $\geq 96\%$ )、 $\gamma$ -生育酚标准品(纯度  $\geq 96\%$ ),上海安谱实验科技股份有限公司;异丙醇、甲酸、乙腈、甲醇,均为色谱纯,德国 Merck 公司;无水乙醇、正己烷,均为分析纯,上海国药集团;屈臣氏饮用水,广州屈臣氏食品饮料有限公司;CO<sub>2</sub>(纯度 > 99.997%),兰州汇能公司。

Acquity UPC<sup>2</sup> 仪,美国 Waters 公司;电子天平( $\pm 0.01$  g);分析天平( $\pm 0.0001$  g),德国 Sartorius 公司;3K30 冷冻离心机,美国 Sigma 公司;MS3 涡旋仪,德国 IKAMS3 公司;移液枪(100 ~ 1000  $\mu$ L, 20 ~ 100  $\mu$ L),美国 Thermo Electron 公司。

### 1.2 实验方法

#### 1.2.1 标准溶液配制

分别精确称取各标准品 0.0100 g(精确至 0.0001 g),用异丙醇准确定容至 100 mL 容量瓶中,配制成 100 mg/L 的标准储备液,于  $-18$  °C 避光储存,使用期限不超过 3 个月。

分别取一定体积的维生素 A、 $\alpha$ -生育酚、 $\beta$ -生育酚、 $\gamma$ -生育酚标准储备液,用流动相(助溶剂)配制成维生素 A 质量浓度为 0.5、1.0、5.0、10.0、25.0、50.0 mg/L,  $\alpha$ -生育酚、 $\gamma$ -生育酚质量浓度均为 5.0、10.0、25.0、50.0、100.0 mg/L,  $\beta$ -生育酚质量浓度为 5.0、10.0、25.0、50.0、100.0、250.0 mg/L 的系列标准工作溶液。

#### 1.2.2 样品前处理

准确称取 3.00 g 植物油样品(精确至 0.01 g)于 50 mL 聚乙烯塑料离心管中,加入提取溶剂异丙醇定容至 10 mL。涡旋振荡 5 min,充分混匀后取 1.5 mL 上清液,经 0.22  $\mu$ m 有机相滤膜过滤后装入

棕色进样小瓶中,直接进行 UPC<sup>2</sup> 测定(整个过程中避光)。

### 1.2.3 UPC<sup>2</sup> 色谱条件

HSS C<sub>18</sub> SB 色谱柱(3.0 mm × 100 mm, 1.8 μm); 流动相 A 为 CO<sub>2</sub>, 流动相 B(助溶剂)为 0.2% 甲酸甲醇溶液, 梯度洗脱程序见表 1; 检测波长 290 nm; 动态背压 13.1 MPa; 柱温 50 °C; 进样量 1.0 μL。数据处理使用 Empower 3 软件。在对色谱条件进行优化实验时,只改变其中一个变量的值,其他条件不变。

表 1 流动相梯度洗脱条件

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%	流速/(mL/min)
0	95	5	1.0
3	95	5	1.0
7	90	10	1.0
9	60	40	1.0
12	60	40	1.0
13	95	5	1.0
15	95	5	1.0

## 2 结果与分析

### 2.1 色谱条件的优化

#### 2.1.1 色谱柱的选择

为了使 4 种脂溶性维生素(维生素 A、α-生育酚、β-生育酚、γ-生育酚)能够在较短的时间内实现良好的分离,本实验比较了 2 种填料的 UPC<sup>2</sup> 色谱柱 HSS C<sub>18</sub> SB(3.0 mm × 100 mm, 1.8 μm) 和 CSH Fluoro-Phenyl(2.1 mm × 150 mm, 1.7 μm) 对目标物分离的影响。HSS C<sub>18</sub> SB 色谱柱填充了高强度硅胶颗粒,有利于脂溶性维生素、碱性类物质的分离,CSH Fluoro-Phenyl 色谱柱固定相表面带电杂化颗粒,适用于天然产物的分离<sup>[23]</sup>。实验结果表明,CSH Fluoro-Phenyl 色谱柱无法有效分离 4 种脂溶性维生素,其色谱峰均互相包埋或形成肩峰,而 HSS C<sub>18</sub> SB 色谱柱在 5 min 之内可实现 4 种脂溶性维生素的有效分离(见图 1)。因此,本实验选用 HSS C<sub>18</sub> SB 作为分析色谱柱。

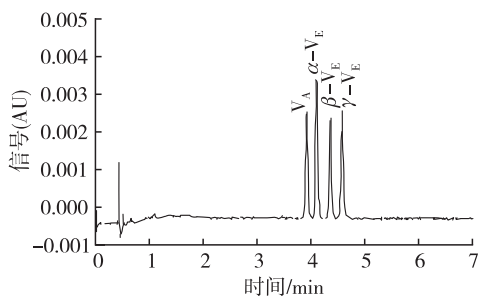


图 1 HSS C<sub>18</sub> SB 色谱柱分离 4 种脂溶性维生素的色谱图

#### 2.1.2 助溶剂的选择

本实验考察了 4 种不同极性的助溶剂甲醇、乙

腈、异丙醇、乙醇对 4 种脂溶性维生素分离效果的影响。结果表明,随着助溶剂极性的降低,流动相的洗脱能力和选择性也发生了相应的变化,使用乙腈、乙醇作为助溶剂时,无法将 4 种脂溶性维生素很好地洗脱出来甚至不出峰,使用异丙醇作为助溶剂时,基线发生严重的漂移,使用甲醇作为助溶剂时,4 种维生素可达到分离的目的。为了增强维生素在色谱柱上的保留效果,改善峰形,在助溶剂甲醇中加入甲酸以改变流动相的酸性环境,实验比较了 3 种不同体积分数(0.05%、0.1%、0.2%)的甲酸甲醇溶液对 4 种脂溶性维生素峰形的影响。结果表明,0.05% 甲酸甲醇溶液和 0.1% 甲酸甲醇溶液基本未改变 4 种脂溶性维生素的峰形,而 0.2% 甲酸甲醇溶液对 4 种脂溶性维生素的峰形均有较好的改善。因此,选用 0.2% 甲酸甲醇溶液作为助溶剂。

#### 2.1.3 色谱柱温度的选择

色谱柱的温度(柱温)对目标物的分离度和保留时间均有一定的影响,当柱温升高、背压减小时,超临界 CO<sub>2</sub> 密度变小,化合物的保留时间延长。本实验考察了柱温在 30、35、40、45、50、55 °C 时对 4 种脂溶性维生素分离的影响。结果表明:柱温低于 40 °C 时,只能分离出 3 种脂溶性维生素;柱温为 45 °C 时,α-生育酚和 β-生育酚分离不完全,出现拖尾;柱温为 50 °C 时,4 种脂溶性维生素完全分离,且峰形良好。考虑到柱子的使用情况以及实际样品的分离度、系统压力等因素,最终选择色谱柱温度为 50 °C。

#### 2.1.4 流速的选择

流速也是影响目标物峰形和保留时间的重要因素之一。随着流速的增大,目标物的出峰时间提前,峰形变得尖锐,但是流速过大容易造成柱压过高,影响峰形,缩短色谱柱的使用寿命;较小的流速会造成分析时间过长,峰展宽较大,影响灵敏度。本实验在 0.8 ~ 1.5 mL/min 范围内对流速进行了优化。结果表明,当流速为 0.8 mL/min 时,分离时间延长,无法达到快速分离的目的,当流速为 1.2 mL/min 时,α-生育酚和 β-生育酚分离不完全。因此,选择 1.0 mL/min 为最佳流速。

#### 2.2 样品前处理提取溶剂的选择

按 1.2.2 方法,分别用正己烷、异丙醇、甲醇作为提取溶剂,通过比较 4 种脂溶性维生素的峰面积评价 3 种溶剂对植物油中目标物的提取效果,结果如图 2 所示。

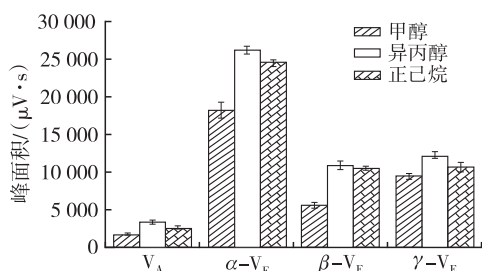


图2 不同提取溶剂对4种脂溶性维生素的提取效果

由图2可见,甲醇对植物油中维生素A和维生素E的提取率最低,其次是正己烷,而异丙醇的提取率最高。计算结果表明,正己烷、异丙醇、甲醇作为提取溶剂时,维生素A峰面积的相对标准偏差(RSD)分别为2.61%、3.08%、2.35%, $\alpha$ -生育酚峰面积的RSD分别为2.42%、1.93%、2.79%, $\beta$ -

生育酚峰面积的RSD分别为3.11%、2.28%、3.50%, $\gamma$ -生育酚峰面积的RSD分别为3.52%、3.02%、3.34%。异丙醇提取4种脂溶性维生素时峰面积的RSD相对较好,因此选择异丙醇作为样品中4种脂溶性维生素的提取溶剂。

### 2.3 方法学考察

#### 2.3.1 线性关系、方法检出限和定量限

将维生素A、 $\alpha$ -生育酚、 $\beta$ -生育酚、 $\gamma$ -生育酚系列标准工作溶液进行UPC<sup>2</sup>测定,以标准溶液的质量浓度( $X$ )为横坐标,对应峰面积( $Y$ )为纵坐标,绘制标准曲线,求得回归方程和相关系数。同时,以3倍信噪比计算检出限,以10倍信噪比计算定量限,结果如表2所示。

表2 维生素A和维生素E的线性方程、相关系数、检出限和定量限

脂溶性维生素	线性范围/(mg/L)	线性方程	相关系数( $R^2$ )	检出限/(mg/L)	定量限/(mg/L)
维生素A	0.5~50.0	$Y=5.60 \times 10^3 X - 8.84 \times 10^2$	0.999 9	0.1	1.0
$\alpha$ -生育酚	5.0~100.0	$Y=3.50 \times 10^2 X - 3.95 \times 10^2$	0.999 9	1.5	5.0
$\beta$ -生育酚	5.0~250.0	$Y=4.50 \times 10^2 X - 6.72 \times 10^2$	0.999 9	1.5	5.0
$\gamma$ -生育酚	5.0~100.0	$Y=4.08 \times 10^2 X - 2.07 \times 10^2$	0.999 5	1.5	5.0

由表2可见,标准曲线回归方程的相关系数( $R^2$ )均在0.999 5及以上,说明4种脂溶性维生素在相应的线性范围内呈现良好的线性关系,方法的检出限和定量限分别为0.1~1.5 mg/L和1.0~5.0 mg/L。

#### 2.3.2 加标回收率

准确称取空白样品3.00 g(精确至0.01 g)于离心管中,分别添加低、中、高3个水平的标准工作溶液,按照1.2.2的方法进行前处理,按1.2.3条件进行测定,每个加标水平平行测定6次,计算平均回收率及RSD,结果如表3所示。

表3 样品加标回收率及相对标准偏差( $n=6$ )

脂溶性维生素	样品含量/(mg/kg)	加标量/(mg/kg)	测定值/(mg/kg)	平均回收率/%	RSD/%
维生素A	3.61	5.00	7.71	82.00	3.04
		25.00	24.83	84.88	3.57
		50.00	54.21	101.20	2.48
$\alpha$ -生育酚	321.01	10.00	329.29	82.80	2.30
		50.00	368.40	94.78	1.16
		100.00	419.11	98.10	1.74
$\beta$ -生育酚	141.27	10.00	149.57	83.00	2.03
		100.00	238.51	97.24	1.11
		250.00	408.32	106.82	0.94
$\gamma$ -生育酚	173.82	10.00	183.06	92.40	1.67
		50.00	221.89	96.14	1.81
		100.00	273.07	99.25	1.79

由表3可见,3个不同加标水平的回收率在82.00%~106.82%之间,RSD在0.94%~3.57%之间,说明该方法的准确度良好。

#### 2.3.3 精密度

取质量浓度为50.0 mg/L的4种脂溶性维生素标准工作液于一日内连续进样测定6次,记录4种脂溶性维生素的峰面积并计算峰面积的RSD。结果表明,维生素A、 $\alpha$ -生育酚、 $\beta$ -生育酚、 $\gamma$ -生育酚峰面积的RSD分别为2.08%、1.94%、3.51%和2.72%。同样取质量浓度为50.0 mg/L的4种脂溶性维生素标准工作液,每天进样测定3次,连续进样测定3 d,记录4种脂溶性维生素的峰面积并计算峰面积的RSD。结果表明,维生素A、 $\alpha$ -生育酚、 $\beta$ -生育酚、 $\gamma$ -生育酚峰面积的RSD分别为3.97%、5.13%、3.74%和4.66%,说明本方法的精密度良好。

#### 2.3.4 重复性

精密称取3.00 g植物油样品6份,按照1.2.2的方法进行样品前处理,按1.2.3条件进行测定,记录4种脂溶性维生素对应的峰面积并计算峰面积的RSD。结果表明,维生素A、 $\alpha$ -生育酚、 $\beta$ -生育酚、 $\gamma$ -生育酚峰面积的RSD分别为2.25%、3.80%、3.31%和3.69%,说明本方法的重复性良好。

#### 2.3.5 稳定性

取同一供试样品溶液,分别于0、4、8、12、16、20、24 h按1.2.3条件进行测定,计算峰面积的RSD。结果表明,维生素A、 $\alpha$ -生育酚、 $\beta$ -生育酚、 $\gamma$ -生育酚峰面积的RSD分别为3.12%、2.82%、4.04%和2.97%,表明该方法的样品溶液在24 h内稳定性良好。

## 2.4 实际样品的测定

采用优化的样品前处理方法及色谱条件对 26

份植物油样品中的维生素 A 和维生素 E 含量进行测定,每个植物油样品平行测定 3 次,结果见表 4。

表 4 26 份植物油样品中维生素 A 和维生素 E 含量的测定结果

mg/kg

编号	油样	维生素 A	$\alpha$ -生育酚	$\beta$ -生育酚	$\gamma$ -生育酚	编号	油样	维生素 A	$\alpha$ -生育酚	$\beta$ -生育酚	$\gamma$ -生育酚
1	浓香大豆油	-	114.03	-	532.17	14	特级初榨橄榄油	-	151.13	-	11.99
2	玉米油	-	170.61	25.48	665.95	15	压榨一级花生油	-	135.71	-	94.14
3	玉米油	-	132.07	28.31	720.66	16	花生油	-	161.19	-	119.28
4	火麻油	-	24.79	35.94	711.13	17	小磨香油	3.16	-	-	541.64
5	亚麻籽油	-	15.90	-	305.11	18	四级浸出醇香菜籽油	-	141.68	-	529.39
6	亚麻籽油(压榨)	-	-	-	263.79	19	四级小榨浓香菜籽油	-	170.45	-	483.86
7	胡麻油(二级)	-	-	-	390.41	20	四级压榨菜籽油	-	148.74	-	465.64
8	胡麻油	-	-	-	425.20	21	食用植物调和油	1.24	80.45	142.89	331.47
9	鲜花椒调味油	1.80	168.15	98.02	441.52	22	食用植物调和油	-	39.66	-	283.35
10	沙棘籽油	4.04	791.85	154.22	97.33	23	稻米油	3.61	321.01	141.27	173.82
11	特级初榨橄榄油	-	217.96	-	19.86	24	葵花籽油	-	561.57	-	39.02
12	特级初榨橄榄油	-	154.35	-	17.32	25	芝麻油	-	-	-	504.21
13	特级初榨橄榄油	-	101.11	-	12.14	26	芥末调味油	-	88.46	219.94	709.82

注:“-”为未检出。

由表 4 可知:在所检测的 26 份油样中,大豆油、橄榄油、花生油、菜籽油、葵花籽油含有  $\alpha$ -生育酚和  $\gamma$ -生育酚,不含  $\beta$ -生育酚和维生素 A,其中葵花籽油中  $\alpha$ -生育酚含量最高,为 561.57 mg/kg,大豆油中  $\gamma$ -生育酚含量最高,为 532.17 mg/kg,橄榄油中主要以  $\alpha$ -生育酚为主,而菜籽油中主要以  $\gamma$ -生育酚为主;玉米油、火麻油、芥末调味油中不含维生素 A,但含有  $\alpha$ -生育酚、 $\beta$ -生育酚和  $\gamma$ -生育酚 3 种组分,且主要以  $\gamma$ -生育酚为主,平均含量约 700 mg/kg,是所测样品中  $\gamma$ -生育酚含量最高的 3 种植物油;鲜花椒调味油、沙棘籽油、小磨香油、稻米油和食用植物调和油中检出含量极低的维生素 A,平均值不超过 10 mg/kg,除小磨香油外,其余 4 种植物油中均含有  $\alpha$ -生育酚、 $\beta$ -生育酚和  $\gamma$ -生育酚;芝麻油、压榨亚麻籽油和胡麻油中只检出  $\gamma$ -生育酚。不同植物油样品中维生素 A 和维生素 E 含量总体分布与吴轲等<sup>[24]</sup>报道的结果基本一致。

## 3 结论

本文利用超高效合相色谱法同时测定植物油中维生素 A、 $\alpha$ -生育酚、 $\beta$ -生育酚和  $\gamma$ -生育酚,在 5 min 内可实现维生素 A 和不同构型维生素 E 的分

离,且  $\beta$ -生育酚和  $\gamma$ -生育酚分离效果良好。该方法检测时间短、灵敏度高、稳定性良好、前处理操作简便快速,可作为植物油中不同脂溶性维生素同时检测的新方法,提高检测效率。采用已建立的方法对不同植物油样品中的维生素 A 和维生素 E 进行测定,结果表明,植物油中维生素 E 的含量最高,其中以  $\alpha$ -生育酚和  $\gamma$ -生育酚为主, $\beta$ -生育酚含量相对较低,而维生素 A 只在个别植物油样品中检出,且含量很低。

## 参考文献:

- [1] 孟海男. 维生素 A 与人体健康的关系[J]. 饮料工业, 2011, 14(4): 7-10.
- [2] THU D T, DANIEL C, BEVERLY M, et al. Antioxidant capacity and vitamin E in barley: effect of genotype and storage[J]. Food Chem, 2015, 187: 65-74.
- [3] 赵贵兴, 陈霞. 维生素 E 抗油脂氧化效果的研究[J]. 中国油料作物学报, 2002, 24(3): 58-59.
- [4] RAFAEL D M, TULLIO A H, ALINE B M, et al. Vitamin E treatment decreases muscle injury in mdx mice [J]. Nutrition, 2017, 43: 39-46.
- [5] 李军生, 黄位明, 秦国梅, 等. 维生素 E 酯衍生物稳定性及其在食品中的应用研究[J]. 食品科学, 2005,

- 26(8): 29–32.
- [6] SHAHIDI F, DE CAMARGO A C. Tocopherols and tocotrienols in common and emerging dietary sources; occurrence, applications, and health benefits[J]. *Int J Mol Sci*, 2016, 17(10): 1745–1773.
- [7] SEPPANEN C M, SONG Q, CSALLANY A S. The antioxidant functions of tocopherol and tocotrienol homologues in oils, fats, and food systems[J]. *J Am Oil Chem Soc*, 2010, 87(5): 469–481.
- [8] 刘云, 丁霄霖, 胡长鹰. 分光光度法测定天然维生素 E 总含量[J]. *粮油食品科技*, 2005, 13(4): 47–49.
- [9] MARCO M, SIMON H, WALTER V. Countercurrent chromatographic isolation and purification of 11'- $\alpha$ -tocotrienol from the vitamin E extract of palm oil[J]. *Food Chem*, 2018, 256: 327–332.
- [10] 李书国, 陈辉, 李雪梅, 等. 电化学分析法测定植物油中的  $V_E$ [J]. *食品科学*, 2008, 29(3): 369–373.
- [11] 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.
- [12] 张艳海, 张大伟, 曹莹, 等. 在线二维反相色谱法快速测定  $V_{AD}$  制剂中  $V_A$ 、 $V_D$  的含量[J]. *分析测试学报*, 2016, 35(1): 28–34.
- [13] 赵孔祥, 姜婷婷, 何佳, 等. 同位素稀释/液相色谱-串联质谱测定婴幼儿配方乳粉中脂溶性维生素[J]. *分析测试学报*, 2015, 34(12): 1372–1376.
- [14] 姜波, 胡文忠, 刘长建, 等. HPLC 法同时测定植物油中维生素 A 和不同构型维生素 E 含量[J]. *食品工业科技*, 2015, 36(3): 320–323.
- [15] 乔坤云. HPLC 分析测定葡萄籽油中的维生素 A 和维生素 E[J]. *仪器仪表与分析监测*, 2002(3): 22–23.
- [16] 王晖, 刘红河, 尹江伟. HPLC 用于食品中维生素 A 和维生素 E 的测定[J]. *中国热带医学*, 2006(5): 856–857.
- [17] 陈春晓, 刘红河, 康莉, 等. 强化食品中维生素 A 和维生素 E 的反相高效液相色谱同时测定法[J]. *职业与健康*, 2005(8): 1130–1132.
- [18] 刘莹, 刘丽兰, 王艳超, 等. 固相萃取-在线二维快速同时测定食品中维生素 A、D 和 4 种维生素 E 异构体的含量[J]. *中国标准化*, 2019(18): 175–177.
- [19] 郑熠斌, 黄百芬, 任一平, 等. 正相高效液相色谱法测定食物中 8 种  $V_E$  异构体及  $V_A$ [J]. *色谱*, 2016, 34(7): 692–696.
- [20] 王波, 周围, 刘小花, 等. 基于超高效合相色谱对黄芪中 5 种主要黄酮类化合物的快速检测[J]. *分析化学*, 2016, 44(5): 731–739.
- [21] 李武林, 李雪敏, 李根容, 等. 超高效合相色谱快速检测塑料制品中的 15 种邻苯二甲酸酯[J]. *色谱*, 2016, 34(8): 795–800.
- [22] GOURMEL C, PERRENOUD A G G, WALLER L, et al. Evaluation and comparison of various separation techniques for the analysis of closely-related compounds of pharmaceutical interest[J]. *J Chromatogr A*, 2013, 1282(4): 172–177.
- [23] 李雪敏, 余文琴, 张焱, 等. Waters ACQUITY UPC<sup>2</sup> 的应用进展和方法建立[J]. *广东化工*, 2020, 47(6): 103–105.
- [24] 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.

(上接第 146 页)

### 3 结论

本研究以大豆油中典方法为参考依据, 分别对定量方法、前处理方法、色谱条件进行优化与考察, 以优化的条件进行线性、精密度、准确度、稳定性、耐用性的考察, 证实该方法适用于蛋黄卵磷脂(供注射用)中 7 种脂肪酸含量的测定。笔者也将本方法进行了拓展, 将其应用于蛋黄卵磷脂粗品、脱油蛋黄粉等样品的脂肪酸含量测定中, 均能达到较好的精密度与准确度, 为日后工艺研究及产品脂肪酸来源考察, 提供了可靠的分析与控制手段。

### 参考文献:

- [1] 朱帅, 黄梦玲, 吴倩倩, 等. 蛋黄卵磷脂的结构、提取、功能与脂质体研究进展[J]. *粮油食品科技*, 2020, 28(3): 18–25.
- [2] 刘颖, 肖静静, 李硕绵, 等. 蛋黄卵磷脂提取方法的研究[J]. *河北农业大学学报*, 2013, 36(6): 105–108.
- [3] 侯相林, 杜俊民, 齐永琴, 等. 高纯度蛋黄卵磷脂的分析研究[J]. *中国油脂*, 2004, 29(12): 54–55.
- [4] 孙静, 张巍, 张梦珂, 等. 鸭蛋黄中卵磷脂的提取工艺优化[J]. *食品安全质量检测学报*, 2019, 10(21): 7311–7315.
- [5] 周勤兰, 葛红莉, 徐远清. 蛋黄卵磷脂细菌内毒素检查法研究[J]. *化工时刊*, 2019, 33(9): 11–14.
- [6] 孔凡华, 王轩, 于连洋, 等. 高效液相色谱-蒸发光检测器法测定鸡蛋中卵磷脂的含量[J]. *食品工业科技*, 2021, 42(13): 299–303.
- [7] 杨水艳, 邵志凌, 聂绪恒. 10 种云南植物油脂肪酸组成比较分析与评价[J]. *中国油脂*, 2018, 43(1): 144–146.
- [8] 张丽, 杨志, 邹维, 等. 美藤果油和普洱茶籽油的主要脂肪酸组成及氧化动力学研究[J]. *食品研究与开发*, 2020, 41(7): 19–25.
- [9] 应美蓉, 杜文凯, 章程, 等. 气相色谱法测定脂肪酸含量判定山茶油纯度[J]. *中国油脂*, 2020, 45(1): 132–136.
- [10] 耿薇, 魏永生, 刘静. GC-MS 外标法分析核桃仁中的脂肪酸含量[J]. *化学工程师*, 2015, 29(6): 26–27, 25.
- [11] 汪胜福, 刘建君, 门敬菊, 等. 气相色谱外标法测定南极磷虾油中的 EPA 和 DHA 含量[J]. *食品研究与开发*, 2014, 35(13): 96–99.