

吸附法脱除大豆油中3-氯丙醇酯及缩水甘油酯的研究

刘玉兰¹,任我行¹,马宇翔¹,王风艳²,王满意²,黄会娜¹

(1. 河南工业大学 粮油食品学院, 郑州 450001; 2. 中粮营养健康研究院有限公司, 北京 102209)

摘要:以大豆油为原料,研究了吸附剂种类、添加量对大豆油中3-氯丙醇酯的脱除效果和吸附剂种类、吸附剂添加量、吸附温度、吸附时间对大豆油中缩水甘油酯的脱除效果。结果表明:不同吸附剂对大豆油中3-氯丙醇酯的脱除效果依次为H-1号活性炭>活性白土>H-2号活性炭>普通活性炭>凹凸棒土,所有吸附剂对3-氯丙醇酯的脱除率均较低,脱除效果相对较好的H-1号活性炭的脱除率仅达到34.42%(添加量为油质量0.5%),3-氯丙醇酯含量从1.107 mg/kg下降至0.726 mg/kg;对缩水甘油酯的脱除效果依次为H-1号活性炭>H-2号活性炭>普通活性炭>活性白土>凹凸棒土,在添加量为2%时,前3种吸附剂对缩水甘油酯的脱除率均达到80%以上,H-1号活性炭的脱除率达到90%以上。在H-1号活性炭添加量3%、吸附时间40 min、吸附温度100℃的优化条件下,大豆油中缩水甘油酯的脱除率为95.59%,含量从初始的2.810 mg/kg降低至0.124 mg/kg,可以有效脱除大豆油中的缩水甘油酯。

关键词:3-氯丙醇酯;缩水甘油酯;吸附脱除;脱除率;大豆油

中图分类号:TS224.6;TQ641

文献标识码:A

文章编号:1003-7969(2018)11-0057-06

Removal of 3-MCPD esters and glycidyl esters from soybean oil by adsorption

LIU Yulan¹, REN Woxing¹, MA Yuxiang¹, WANG Fengyan²,
WANG Manyi², HUANG Huina¹

(1. College of Food Science and Technology, Henan University of Technology, Zhengzhou 450001, China;

2. COFCO Nutrition & Health Research Institute, Beijing 102209, China)

Abstract: Using soybean oil as raw material, the impacts of adsorbent type and adsorbent dosage on the removal effect of 3-MCPD esters and the impacts of adsorbent type, adsorbent dosage, adsorption temperature and adsorption time on the removal effect of glycidyl esters from soybean oil were investigated. The results showed that the order of the removal effect of different adsorbents on 3-MCPD esters from high to low was as follows: H-1 activated carbon, activated clay, H-2 activated carbon, common activated carbon and attapulgite. The removal rates of adsorbents on 3-MCPD esters were all low, and the removal rate of 3-MCPD esters by H-1 activated carbon (dosage 0.5% of oil mass) with a relatively better removal effect was merely 34.42%, and the content of 3-MCPD esters reduced from 1.107 mg/kg to 0.726 mg/kg. The order of the removal effect of different adsorbents on glycidyl esters from high to low was as follows: H-1 activated carbon, H-2 activated carbon, common activated carbon, activated clay

and attapulgite. When the dosage was 2%, the removal rates of the first three adsorbents on glycidyl esters were all above 80%. Furthermore, the removal rate of H-1 activated carbon was more than 90%. The optimal removal conditions were obtained as follows: dosage of H-1 activa-

收稿日期:2017-11-13;修回日期:2018-07-18

基金项目:“十三五”国家重点研发计划支持项目(2016YFD0401405)

作者简介:刘玉兰(1957),女,教授,硕士生导师,研究方向为油料油脂加工技术与产品质量安全(E-mail) liuy17446@163.com。

ted carbon 3%, adsorption time 40 min and adsorption temperature 100 °C. Under these conditions, the content of glycidyl esters reduced from the initial 2.810 mg/kg to 0.124 mg/kg, and the removal rate was 95.59%. So glycidyl esters in soybean oil could be effectively removed.

Key words: 3-MCPD esters; glycidyl esters; adsorption removal; removal rate; soybean oil

近年来食用油脂中 3-氯丙醇酯(3-MCPD 酯)和缩水甘油酯(GEs)的安全风险开始受到关注。3-氯丙醇酯和缩水甘油酯在人体内的分解产物 3-氯丙醇(3-MCPD)和缩水甘油(GE)具有潜在致癌性、生殖毒性和遗传毒性^[1-2], 2011 年国际癌症研究机构评估 3-MCPD 的毒性后将其归为 2B 组, 认为其是一种非遗传性的可能致癌物^[3]。GB 2762—2017《食品安全国家标准 食品中污染物限量》中规定 3-MCPD 在液态调味品中的限量为 0.4 mg/kg, 在固态调味品中为 1.0 mg/kg。我国行业标准 SB/T 10338—2000《酸水解植物蛋白调味液》中规定 3-MCPD 在酸水解植物蛋白调味液中含量小于等于 1 mg/kg。美国食品药品监督管理局(FDA)建议食物所含 3-MCPD 不应超过 1 mg/kg 干物质。但国内外对于食用油脂中 3-MCPD 酯尚无明确要求, 对于食用油脂中缩水甘油酯的限量除欧盟外也没有明确要求, 欧盟规定销售的食用植物油中缩水甘油酯最大含量为 1 000 μg/kg, 用于婴幼儿食品加工的植物油, 缩水甘油酯含量应不超过 500 μg/kg^[4]。

利用植物油料提取的毛油中或多或少地含有 3-MCPD 酯和 GE_s^[5], 植物油精炼过程对油脂中 3-MCPD 酯和 GE_s 含量也会造成影响^[6-7]。油脂精炼的吸附脱色过程可以吸附脱除油脂中的色素类物质及其他杂质^[8], 采用优选的吸附剂和优化的吸附条件还可以吸附脱除油脂中的有害成分诸如多环芳烃^[9]、塑化剂^[10]等。Pudel^[11]、欧阳剑^[12]等研究了吸附脱色对米糠油中 3-MCPD 酯、缩水甘油酯的吸附脱除作用, 但是以上研究主要考察了吸附是否对两种成分有脱除效果, 并未给出正交优选及准确的脱除条件。但不同植物油因其中含有的形成 3-MCPD 酯和 GE_s 的前体物质^[13]如甘一酯、甘二酯的不同, 油脂精炼过程 3-MCPD 酯和 GE_s 的变化有所差异^[14]。因此, 本文以大豆油为原料, 研究吸附剂种类和吸附条件对油中 3-MCPD 酯和 GE_s 的脱除效果, 进而得到最佳的吸附条件, 以期为大豆油生产中 3-MCPD 酯和 GE_s 的风险控制提供技术支持。

1 材料与方法

1.1 试验材料

1.1.1 原料与试剂

大豆油: 取自大豆油加工企业, 酸值(KOH)为 0.41 mg/g, 色泽(罗维朋比色槽 25.4 mm): 黄值 70, 红值 2。活性白土: 乐平市洁净漂白白土有限公司; 普通活性炭: 天津市科密欧化学试剂有限公司; 凹凸棒土: 盱眙欧柏特粘土有限公司; H-1 号活性炭、H-2 号活性炭: 重庆飞洋活性炭有限公司。3-氯丙醇酯、缩水甘油酯标准品: 1,2-二亚油酸-3-氯丙醇酯和油酸缩水甘油酯(标准液质量浓度为 2 μg/mL, 溶于甲醇-异丙醇), 纯度 ≥ 97%, 上海安普公司; 3-氯丙醇酯、缩水甘油酯氘代同位素内标: 1,2-二月桂酸-3-氯丙醇酯-d₅和氘代油酸缩水甘油酯(标准液质量浓度 2 μg/mL, 溶于甲醇-异丙醇), 纯度 ≥ 97%, 上海安普公司。乙醚、硫酸、碳酸氢钠、硫酸钠、无水硫酸镁均为分析纯; 甲醇、异丙醇、正己烷、乙酸乙酯、甲基叔丁基醚、苯基硼酸均为色谱纯; 水为实验室制取蒸馏水。

1.1.2 仪器与设备

ISQ 气相色谱质谱联用仪, Thermo Fisher Scientific 公司; Trace 1310 气相色谱系统(配 AI1310 自动进样器, Xcalibur 软件数据处理系统); MTN-2800W 氮吹浓缩仪, 天津奥特赛恩斯仪器有限公司; ZD-85 数显气浴恒温振荡器; LD5-10 台式大容量离心机; KQ3200DE 数控超声波清洗器; DF-101S 集热式恒温加热磁力搅拌器; SHB-III 循环水式多用真空泵。

1.2 试验方法

1.2.1 吸附脱除大豆油中 3-氯丙醇酯和缩水甘油酯

称取 50.0 g 油样置于三口烧瓶中, 在真空条件下加热至 90 °C 干燥脱水, 再加热至设定温度, 加入一定量的吸附剂, 按照设定的吸附温度进行加热搅拌, 搅拌时最大转速不得引起油脂飞溅, 达到设定的吸附时间后过滤分离出吸附剂, 即得到吸附油样。对所得油样中 3-氯丙醇酯和缩水甘油酯含量进行测定, 并计算脱除率。

1.2.2 3-氯丙醇酯和缩水甘油酯的测定

采用气相色谱-质谱联用法。参照 GB 5009.191—2016《食品中氯丙醇及其脂肪酸酯含量的测定》第三法、苗雨田等^[15]方法。称取 100 mg 油样于带有螺旋盖的玻璃试管中,加入 60 μL 3-氯丙醇酯和缩水甘油酯的内标物溶液。首先将缩水甘油酯在酸性水溶液中转化为 3-溴代丙二醇单酯,然后在酸性甲醇溶液中将 3-溴代丙二醇单酯和 3-氯丙醇酯转化为游离的 3-溴代丙二醇和 3-氯丙醇,再加入硫酸钠溶液和正己烷净化,乙酸乙酯-乙醚混合溶液提取,以饱和的苯基硼酸代替七氟丁酰基咪唑衍生^[16],最后将得到的衍生物用气质联用仪检测。

气相色谱条件:色谱柱为含 5% 二苯基-95% 二甲基聚硅氧烷(30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm);升温程序为 50 $^{\circ}\text{C}$ 保持 1 min,以 2 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 90 $^{\circ}\text{C}$,再以 40 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 270 $^{\circ}\text{C}$,并保持 5 min;载气为高纯氮气(纯度 $\geq 99.999\%$),恒流模式,流速为 1 mL/min;进样口温度 250 $^{\circ}\text{C}$;进样量 1 μL ,不分流进样。

质谱条件:电子轰击离子源(EI);电离能量 70 eV;传输线温度 280 $^{\circ}\text{C}$;离子源温度 250 $^{\circ}\text{C}$;选择离子监测模式(SIM)。监测离子,3-MCPD 衍生物:定量离子 147,定性离子 146、196、198;3-MCPD-d5 衍生物:定量离子 150,定性离子 149、201、203;3-MBPD 衍生物:定量离子 240,定性离子 147、242;3-MBPD-d5 衍生物:定量离子 245,定性离子 150、247。

2 结果与讨论

2.1 活性白土对 3-氯丙醇酯和缩水甘油酯的影响

选取吸附温度 110 $^{\circ}\text{C}$,吸附时间 30 min,活性白土添加量分别为油质量 0.5%、1%、2%、3%,对大豆油中 3-氯丙醇酯和缩水甘油酯进行吸附试验,活性白土对大豆油中 3-氯丙醇酯和缩水甘油酯的影响如图 1、图 2 所示。

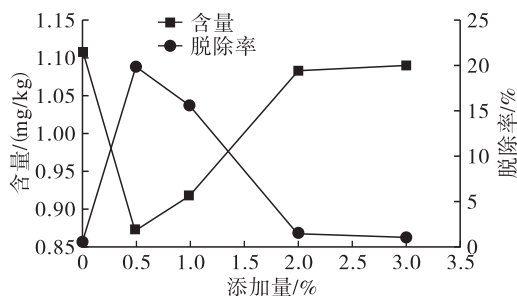


图1 活性白土对大豆油中3-氯丙醇酯的影响

从图1可以看出,在活性白土添加量为 0.5% 时,3-氯丙醇酯的脱除率达到最高(脱除率

21.23%,含量从 1.107 mg/kg 降低至 0.872 mg/kg),之后随活性白土添加量的增加,3-氯丙醇酯脱除率明显降低。在活性白土添加量为 3% 时几乎没有脱除作用(脱除率仅为 0.90%)。

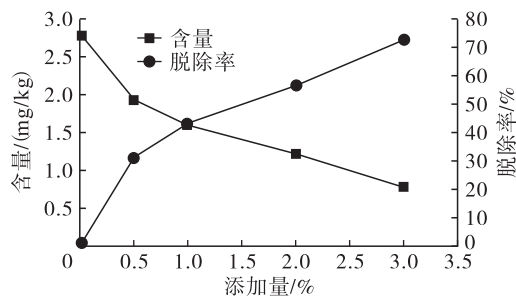


图2 活性白土对大豆油中缩水甘油酯的影响

从图2可以看出,随活性白土添加量的增加,缩水甘油酯脱除率逐渐增大,其含量逐渐降低。活性白土添加量为 3% 时,缩水甘油酯脱除率为 72.42%,其含量从 2.810 mg/kg 降低至 0.775 mg/kg。这说明活性白土对缩水甘油酯吸附效果较好,而对 3-氯丙醇酯的吸附脱除效果较差。原因可能是由于吸附剂本身含有一定量的氯离子,而氯离子是 3-氯丙醇酯的形成前体之一,随着活性白土添加量的增加,体系中氯离子含量增加,额外生成了 3-氯丙醇酯。

2.2 凹凸棒土对 3-氯丙醇酯和缩水甘油酯的影响

选取吸附温度 110 $^{\circ}\text{C}$,吸附时间 30 min,凹凸棒土添加量分别为油质量 0.5%、1%、2%、3%,对大豆油中 3-氯丙醇酯和缩水甘油酯进行吸附试验,凹凸棒土对大豆油中 3-氯丙醇酯和缩水甘油酯的影响如图 3、图 4 所示。

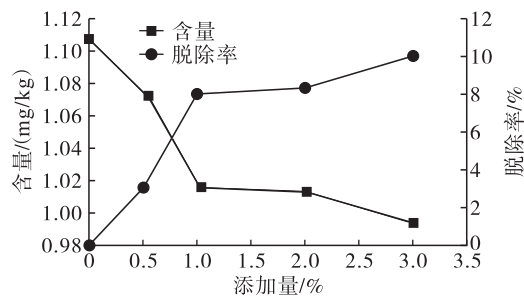


图3 凹凸棒土对大豆油中3-氯丙醇酯的影响

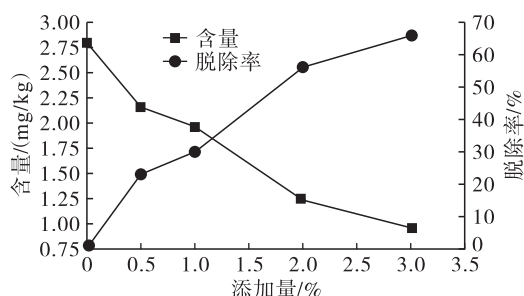


图4 凹凸棒土对大豆油中缩水甘油酯的影响

从图3可以看出,随凹凸棒土添加量的增大,3-氯丙醇酯脱除率有所升高,但凹凸棒土添加量达到3%时,其脱除率仅为10.03%。从图4可以看出,随凹凸棒土添加量的增大,大豆油中缩水甘油酯含量逐渐降低、脱除率提高。凹凸棒土添加量为3%时,大豆油中缩水甘油酯含量从2.810 mg/kg降低至0.962 mg/kg,脱除率为65.77%,稍低于活性白土脱除率的72.42%。

2.3 普通活性炭对大豆油中3-氯丙醇酯和缩水甘油酯的影响

选取吸附温度110℃,吸附时间30 min,普通活性炭添加量分别为油质量的0.2%、0.5%、1%、2%,对大豆油中3-氯丙醇酯和缩水甘油酯进行吸附试验,普通活性炭对大豆油中3-氯丙醇酯和缩水甘油酯的影响见图5和图6。

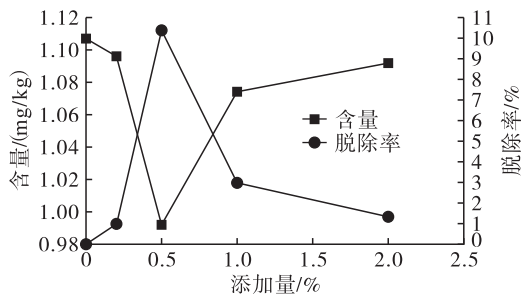


图5 普通活性炭对大豆油中3-氯丙醇酯的影响

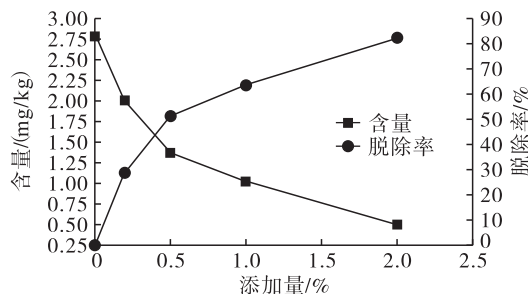


图6 普通活性炭对大豆油中缩水甘油酯的影响

从图5可以看出,随普通活性炭添加量增加,其对大豆油中3-氯丙醇酯脱除效果的趋势与活性白土类似,但脱除效果较活性白土差。在普通活性炭添加量为0.5%时,对大豆油中3-氯丙醇酯的脱除率最大,但仅为10.39%,低于活性白土在相同添加量时的21.23%。从图6可以看出,大豆油中缩水甘油酯含量随普通活性炭添加量的增加而减少,添加量2%时缩水甘油酯含量降至0.497 mg/kg,脱除率为82.31%,高于活性白土和凹凸棒土的56.55%和55.94%。原因可能是普通活性炭的比表面积大,同时具有丰富的孔隙结构及合理的孔径分布^[17-18]。

2.4 H-1号活性炭对大豆油中3-氯丙醇酯和缩水甘油酯的影响

选取吸附温度110℃,吸附时间30 min,H-1号活性炭添加量为油质量的0.2%、0.5%、1%、2%,对大豆油中3-氯丙醇酯和缩水甘油酯进行吸附试验,H-1号活性炭对大豆油中3-氯丙醇酯和缩水甘油酯的影响如图7、图8所示。

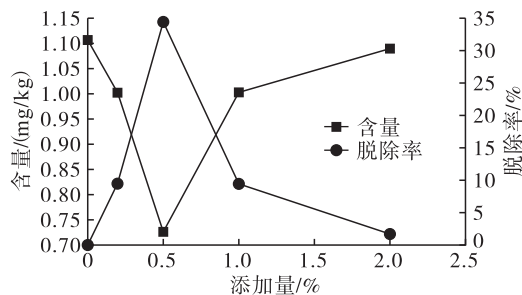


图7 H-1号活性炭对大豆油中3-氯丙醇酯的影响

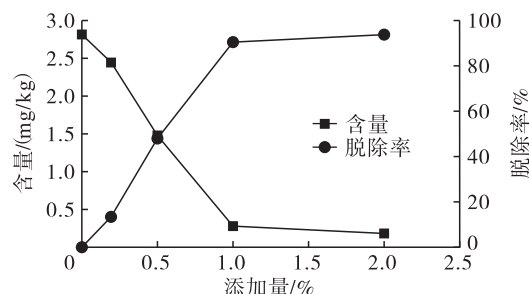


图8 H-1号活性炭对大豆油中缩水甘油酯的影响

从图7可以看出,H-1号活性炭对大豆油中3-氯丙醇酯的脱除效果在其添加量为0.5%时最好,脱除率为34.42%,之后随其添加量增大脱除效果显著下降,在添加量2%时脱除率仅为1.63%。从图8可以看出,H-1号活性炭添加量为1%时,缩水甘油酯含量由初始的2.810 mg/kg降低至0.272 mg/kg,脱除率达到90.32%,添加量为2%时,缩水甘油酯含量降低至0.177 mg/kg,脱除率高达93.70%。

2.5 H-2号活性炭对大豆油中3-氯丙醇酯和缩水甘油酯的影响

选取吸附温度110℃,吸附时间30 min,H-2号活性炭添加量为油质量的0.2%、0.5%、1%、2%,对大豆油中3-氯丙醇酯和缩水甘油酯进行吸附试验,H-2号活性炭对大豆油中3-氯丙醇酯和缩水甘油酯的影响如图9、图10所示。

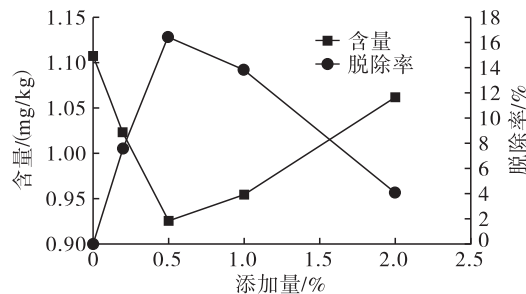


图9 H-2号活性炭对大豆油中3-氯丙醇酯的影响

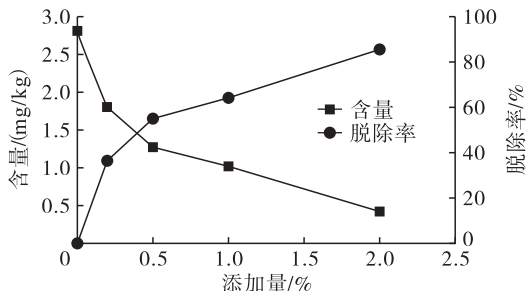


图10 H-2号活性炭对大豆油中缩水甘油酯的影响

从图9可以看出,H-2号活性炭对3-氯丙醇酯的脱除率在其添加量为0.5%时达到最大,但仅为16.44%。由图10可以看出,H-2号活性炭对缩水甘油酯的脱除率随其添加量的增加而提高,当其添加量2%时对缩水甘油酯的脱除率为85.23%,脱除效果较次于H-1号活性炭。

综合对比分析5种吸附剂对大豆油中3-氯丙醇酯的吸附脱除效果,有最好吸附脱除效果的H-1号活性炭也仅达到34.42%,3-氯丙醇酯含量从1.107 mg/kg降低至0.726 mg/kg,没有达到0.6 mg/kg的预期目标,脱除效果较差,因此接下来不再对大豆油中3-氯丙醇酯进行时间、温度条件的优化以及正交试验。5种吸附剂对缩水甘油酯的脱除效果均较好,效果最好的H-1号活性炭在添加量2%时,缩水甘油酯的脱除率达到93.70%,其含量由2.810 mg/kg降低至0.177 mg/kg,达到了0.2 mg/kg的预期目标。

根据以上试验研究结果,在之后的试验中采用H-1号活性炭、添加量为油质量2%,对大豆油中缩水甘油酯进行时间、温度条件的吸附优化试验。

2.6 吸附时间对大豆油中缩水甘油酯脱除效果的影响

选用H-1号活性炭,添加量2%,吸附温度110℃,吸附时间分别为10、20、30、40 min,对大豆油中缩水甘油酯进行吸附脱除,吸附时间对大豆油中缩水甘油酯脱除效果的影响如图11所示。

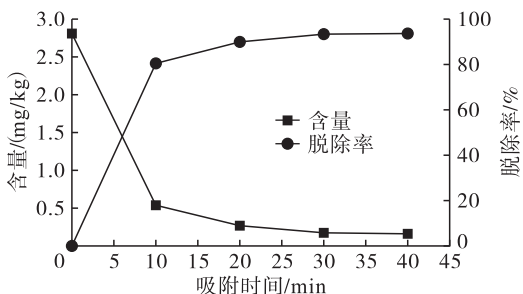


图11 吸附时间对大豆油中缩水甘油酯脱除效果的影响

从图11可以看出,脱除率随吸附时间延长逐渐提高,在30 min之后基本趋于稳定。吸附时间10

min时缩水甘油酯含量从2.810 mg/kg降低至0.540 mg/kg,30 min时其含量降低至0.177 mg/kg。综合考虑脱除率及随时间的延长能耗增加,选取30 min为最佳脱除时间。

2.7 吸附温度对大豆油中缩水甘油酯脱除效果的影响

选用H-1号活性炭,添加量2%,吸附时间30 min,吸附温度分别为80、90、100、110、120℃,对大豆油中缩水甘油酯进行吸附脱除,吸附温度对大豆油中缩水甘油酯脱除效果的影响如图12所示。

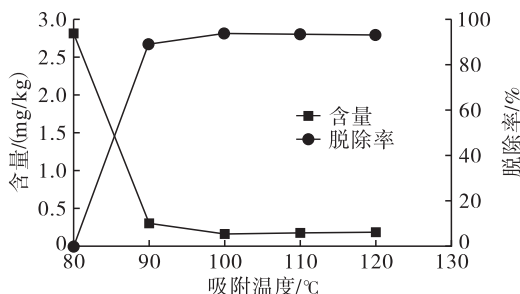


图12 吸附温度对大豆油中缩水甘油酯脱除的影响

从图12可以看出,在吸附温度100℃时缩水甘油酯的脱除率达到94.16%,此时缩水甘油酯含量为0.164 mg/kg。此后随温度升高缩水甘油酯含量不仅没有降低,反而稍有升高,可能在过高温度时会造成新的缩水甘油酯生成。因此,选取100℃为最佳吸附温度。

2.8 正交试验设计及结果分析

根据单因素试验结果,采用L₉(3⁴)正交表,以缩水甘油酯脱除率为指标,H-1号活性炭添加量(A)、吸附温度(B)、吸附时间(C)为因素进行三因素三水平的正交试验,正交试验设计及结果见表1。

表1 正交试验设计及结果

试验号	A	B	C	空列	脱除率/%
1	1(1%)	1(90℃)	1(20 min)	1	85.34
2	1	2(100℃)	2(30 min)	2	88.61
3	1	3(110℃)	3(40 min)	3	88.36
4	2(2%)	1	2	3	89.15
5	2	2	3	1	94.27
6	2	3	1	2	90.28
7	3(3%)	1	3	2	89.43
8	3	2	1	3	91.10
9	3	3	2	1	93.81
k ₁	87.44	87.97	88.91		
k ₂	91.23	91.33	90.52		
k ₃	91.45	90.82	90.68		
R	4.01	3.36	1.78		

由表1可知,吸附因素对缩水甘油酯脱除率的

影响程度为 $A > B > C$, 最佳工艺组合为 $A_3B_2C_3$, 即 H-1 号活性炭添加量 3%、吸附温度 100 °C、吸附时间 40 min。在最佳条件下进行验证试验, 大豆油中缩水甘油酯的脱除率为 95.59%, 缩水甘油酯含量从初始的 2.810 mg/kg 降低至 0.124 mg/kg, 达到欧盟对食用油脂中缩水甘油酯的限量指标, 同时油脂色泽(罗维朋比色槽 25.4 mm)从初始的 Y70, R2 脱色至 Y20, R3, 脱色效果较好。

3 结论

分别采用 5 种吸附剂对大豆油中 3-氯丙醇酯和缩水甘油酯进行吸附脱除试验, 结果显示所有吸附剂对 3-氯丙醇酯的脱除率均较低, 效果最好的 H-1 号活性炭对其脱除率也仅达到 34.42%, 3-氯丙醇酯含量从 1.107 mg/kg 下降到 0.726 mg/kg, 不能达到 0.6 mg/kg 的预期目标。5 种吸附剂对大豆油中缩水甘油酯的脱除效果依次为: H-1 号活性炭 > H-2 号活性炭 > 普通活性炭 > 活性白土 > 凹凸棒土, 在吸附剂添加量同为 2% 的条件下, 5 种吸附剂对缩水甘油酯的脱除率分别为 93.70%、85.23%、82.31%、56.55%、55.94%。对大豆油中缩水甘油酯吸附脱除的最佳条件为: H-1 号活性炭添加量 3%, 吸附时间 40 min, 吸附温度 100 °C。在最佳条件下, 大豆油中缩水甘油酯的脱除率为 95.59%, 含量从初始的 2.810 mg/kg 降低至 0.124 mg/kg, 达到欧盟对食用油脂中缩水甘油酯的限量指标, 同时油脂色泽(罗维朋比色槽 25.4 mm)从初始的 Y70, R2 脱色至 Y20, R3, 脱色效果较好。但对于 3-氯丙醇酯的高效脱除还需要从毛油品质控制及整个精炼工艺条件优化等多方面进行深入系统研究。

参考文献:

- [1] ONAMI S, CHO Y M, TOYODA T, et al. Orally administered glycidol and its fatty acid esters as well as 3-MCPD fatty acid esters are metabolized to 3-MCPD in the F344 rat [J]. *Regulatory Toxicol Pharmacol*, 2015, 73(3): 726-731.
- [2] Federal Institute for Risk Assessment(BfR). Initial evaluation of the assessment of levels of glycidol fatty acid esters detected in refined vegetable fats; BfR Opinion No. 007/2009[R]. Germany: BfR, 2009.
- [3] 向晓玲, 赵波, 李春松, 等. 食用油中 3-氯丙醇酯的研究进展[J]. *中国油脂*, 2017, 42(7): 59-64.
- [4] European Union. Amending Regulation (EC) No 1881/2006 as regards maximum levels of glycidyl fatty acid esters in vegetable oils and fats, infant formula, follow-on formula and foods for special medical purposes intended for infants and young children [J]. *Official J Eur Union*, 2018(55): 27-29.
- [5] 卢跃鹏, 金绍明, 江小明. 部分省份食用植物油中脂肪酸氯丙醇酯含量水平调查分析[J]. *中国油脂*, 2015, 40(11): 79-84.
- [6] WEIBHAAR R. Determination of total 3-chloropropane-1,2-diol(3-MCPD) in edible oils by cleavage of MCPD esters with sodium methoxide[J]. *Eur J Lipid Sci Technol*, 2008, 110(3): 183-186.
- [7] Deutsche Gesellschaft für Fettwissenschaft(DGF). Determination of ester-bound 3-chloropropane-1,2-diol(3-MCPD esters) and 3-MCPD forming substances in fats and oils by means of GC-MS: DGF Standard Method C III 18[S]. Germany, Stuttgart: DGF, 2009.
- [8] 刘玉兰, 汪学德, 马传国, 等. 油脂制取与加工工艺学[M]. 北京: 科学出版社, 2009.
- [9] 刘玉兰, 石龙凯, 刘畅. 吸附法脱除油脂中多环芳烃的效果研究[J]. *中国油脂*, 2015, 40(9): 70-76.
- [10] 张明明, 刘玉兰, 杨金强, 等. 油脂中邻苯二甲酸酯类塑化剂的吸附脱除研究[J]. *粮油食品科技*, 2015, 23(5): 32-36.
- [11] PUDEL F, BENECKEL P, FEHLING P. On the necessity of edible oil refining and possible sources of 3-MCPD and glycidylesters[J]. *Eur J Lipid Sci Technol*, 2011, 113(3): 368-373.
- [12] 欧阳剑, 胡志雄, 王维曼, 等. 不同精炼工艺及条件对油脂中 3-MCPD 含量的影响[J]. *粮油加工*, 2014(10): 35-38.
- [13] CHENG W W, LIU G Q, WANG L Q, et al. Glycidyl fatty acid esters in refined edible oils: a review on formation, occurrence, analysis, and elimination methods[J]. *Food Sci Technol*, 2017, 16(2): 263-281.
- [14] 王维曼, 胡志雄, 齐玉堂, 等. 油脂中氯丙醇形成机制及控制研究进展[J]. *食品安全质量检测学报*, 2013, 4(6): 1778-1783.
- [15] 苗雨田, 杨悠悠, 王浩, 等. 气相色谱-质谱法测定食用油中 3-氯丙醇酯[J]. *中国粮油学报*, 2016, 31(11): 135-139.
- [16] BAER I, DE LA CALLE B, TAYLOR P. 3-MCPD in food other than soy sauce or hydrolysed vegetable protein (HVP) [J]. *Anal Bioanal Chem*, 2010, 396(1): 443-456.
- [17] 立本英机(日), 安部郁夫(日). 活性炭的应用[M]. 高尚愚, 译. 南京: 东南大学出版社, 2002: 167.
- [18] ZELINKOVÁ, SVEJKOVSKÁ B, VELISEK J, et al. Fatty acid esters of 3-chloropropane-1,2-diol in edible oils [J]. *Food Addit Contam*, 2006, 23(12): 1290-1298.