

# 顶空-气质联用法鉴别压榨植物油和浸出植物油

杨 柳,周侃侃,尚素微,朱杰丽,欧菊芳,王朝仁,王衍彬

(浙江省林业科学研究院,杭州 310023)

**摘要:**旨在为探明植物油出油方式提供技术支持,建立了一种鉴别压榨植物油和浸出植物油的方法。采用顶空-气质联用法测定植物油的残留溶剂,对顶空进样器平衡温度进行了优化,并探究植物油残留溶剂的特征性成分,通过对压榨植物油和浸出植物油样品中特征性成分的分析确定植物油出油方式的鉴别方法。结果表明:六号溶剂主要成分的出峰面积均随着平衡温度的升高而增加,优化的平衡温度为 150 ℃;六号溶剂中 5 种主要成分在 0~1.00 mg/kg 范围内线性关系良好,相关系数均可达 0.999 以上,检出限为 0.001 0~0.014 4 mg/kg;六号溶剂中不仅含有烷烃、环烷烃,还含有烯烃、芳香烃(包括多环芳烃)等,成分较为复杂,浸出植物油中溶剂残留物主要为 2-甲基戊烷、3-甲基戊烷、正己烷、甲基环戊烷和环己烷,占比达 97.5%,与六号溶剂中这 5 种物质含量(占比达 96.6%)相似,因此确定这 5 种物质为植物油残留溶剂的特征性成分;实际样品测定表明压榨植物油中没有溶剂残留或残留量较低,浸出植物油中均有溶剂残留且残留量较高;总结出鉴别压榨植物油和浸出植物油的方法为若同时检出 4 种及以上六号溶剂特征性成分或特征性成分总含量大于或等于 0.50 mg/kg 的样品可判定为浸出植物油,若同时检出小于或等于 3 种六号溶剂特征性成分且特征性成分总含量小于 0.50 mg/kg 的样品可判定为压榨植物油。综上,采用顶空-气质联用法对植物油中六号溶剂的特征性成分进行分析,以特征性成分有无和含量可以鉴别压榨植物油和浸出植物油。

**关键词:**顶空-气质联用;鉴别;压榨;浸出;植物油

中图分类号:TS225.1;O657.63 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2023)09-0138-06

## Identification of pressed vegetable oil and extracted vegetable oil by headspace-gas chromatography-mass spectrometry

YANG Liu, ZHOU Kankan, SHANG Suwei, ZHU Jieli,

OU Jufang, WANG Chaoren, WANG Yanbin

(Zhejiang Academy of Forestry, Hangzhou 310023, China)

**Abstract:** In order to provide technical support for the exploration of vegetable oil production mode, a method for identifying pressed vegetable oil and extracted vegetable oil was established. The residual solvent in vegetable oil was determined by headspace-gas chromatography-mass spectrometry. The equilibrium temperature of headspace injection was optimized, and the characteristic components of residual solvent in vegetable oil was identified. By analyzing the characteristic components in pressed and extracted vegetable oil samples, the extraction method of vegetable oil was identified. The results showed that the peak areas of main components of No. 6 solvent increased with the increase of equilibrium temperature, and the optimal equilibrium temperature was 150 ℃. The linearity of five main components

was good in the range of 0-1.00 mg/kg, the correlation coefficient was more than 0.999, and the detection limits was 0.001 0-0.014 4 mg/kg. The components of No. 6 solvent were relatively complex, including not only alkane and cycloalkanes, but also olefins, aromatic hydrocarbons (including polycyclic

收稿日期:2022-06-16;修回日期:2023-05-25

基金项目:浙江省科技厅省属科研院所专项(2021F1065-9)

作者简介:杨柳(1979),男,高级工程师,硕士,主要从事食品安全研究(E-mail) yangliuxs@163.com。

通信作者:王衍彬,副研究员,硕士(E-mail) 12894189@qq.com。

aromatic hydrocarbons). The solvent residues in the extracted vegetable oil were mainly 2 - methylpentane, 3 - methylpentane, *n* - hexane, methylcyclopentane and cyclohexane, accounting for 97.5%, which were similar to the contents of these five substances in No. 6 solvent (accounting for 96.6%). Therefore, it was determined that these five substances were characteristic components of residual solvents in vegetable oil. The determination of practical samples showed that there was no or low solvent residue in pressed vegetable oil, while there was solvent residue in the extracted vegetable oil and the residue amount was relative high. The methods for identifying pressed vegetable oil and extracted vegetable oil were summarized as follows: if four or more characteristic components of No. 6 solvent at the same time or the total content of characteristic components greater than or equal to 0.50 mg/kg were detected, the sample could be determined as extracted vegetable oil. If less than or equal to three main components of No. 6 solvent at the same time and the total content of characteristic components less than 0.50 mg/kg were detected, the sample could be judged as pressed vegetable oil. By analyzing characteristic components of No. 6 solvent in vegetable oil using headspace - gas chromatography - mass spectrometry, the pressed vegetable oil and extracted vegetable oil can be identified based on the presence or absence and content of its characteristic components.

**Key words:** headspace - gas chromatography - mass spectrometry; identification; press; extraction; vegetable oil

植物油是人们日常生活中不可或缺的食品材料<sup>[1]</sup>,按其出油方式主要分为压榨植物油和浸出植物油。压榨法制油通常不外加化学物质,能较好地保留油脂固有品性,产品具有较高的安全性和营养性,常用于花生油、芝麻油及多种坚果油等风味油品的制备,出油率相对较低<sup>[2-4]</sup>。浸出法制油出油率高、生产成本相对较低<sup>[5]</sup>,但其产品中会残留有机溶剂。目前最常用的提取溶剂为六号溶剂<sup>[6]</sup>,它是一种以C6为主要成分的烷烃、环烷烃等低级烷烃混合物,其中还含有少量芳烃及硫化物等毒性较大的物质,长期接触会麻醉呼吸中枢、损伤皮肤屏障功能、损害周围神经和造血功能<sup>[5,7]</sup>。浸出和压榨两种出油方式的生产成本和产品质量、价格相差较大,有不法商家以浸出植物油冒充压榨植物油,或将浸出植物油掺进压榨植物油中以获得不法收益,严重损害消费者利益<sup>[8]</sup>,因此有效甄别植物油出油方式意义重大。

压榨法生产的植物油理论上不会有残留溶剂检出,但某些压榨机械部件的润滑剂中也可能含有六号溶剂主要成分,在实际生产过程中,这些物质可能对植物油产生污染,如正己烷,但含量较低。浸出法以六号溶剂为媒介,从油料中溶出植物油,由于六号溶剂的脂溶性特点,由此生产出的植物油产品中会残留六号溶剂,后续脱溶技术和精炼工艺与其残留量密切相关。气相色谱法是检测溶剂残留量的主要方法,在制药<sup>[9-10]</sup>、皮革<sup>[11-12]</sup>、植物油及副产

物<sup>[13-16]</sup>等方面都有研究报道,该方法用于植物油中溶剂残留量测定的方法检出限为2 mg/kg<sup>[17]</sup>,而随着植物油加工技术的不断提升,目前浸出油已经完全可以达到甚至低于该方法的检出限,且GB 2716—2018《食品安全国家标准 植物油》中规定当溶剂残留量小于10 mg/kg时视为未检出。以上情况在一定程度上让不法商家“有机可乘”,同时由于方法本身的局限性,假阳性的结果也难以避免<sup>[8,18]</sup>。因此,有必要建立一种可有效甄别植物油出油方式的方法。

顶空 - 气质联用法应用于挥发性有机物分析,其检出限比气相色谱法更低<sup>[19-20]</sup>,且能较准确定性,已有较多相关研究<sup>[21-23]</sup>,但以此作为鉴别植物油出油方式的研究未见报道。本研究结合生产实践,利用顶空 - 气质联用法对植物油中可能存在的浸出溶剂的特征性成分进行测定分析,并以特征性成分的检出与否或含量指示压榨油的真伪,以期为植物油质量安全分析和标准制订提供参考。

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料

#### 1.1.1 原料与试剂

油茶籽原油2份、香榧原油2份、山核桃原油2份,均为自制压榨油;菜籽油10份、橄榄油6份、大豆油6份、油茶籽油8份,标签显示均为一级压榨油,浙江省相关企业委托检测;油茶籽原油3份(浸出)、精炼油茶籽油3份(浸出一级),浙江衢州某公司提供。

六号溶剂母液(10 mg/mL, 编号 CDHK - BW3599), 主要成分有正己烷、环己烷、2-甲基戊烷、3-甲基戊烷、甲基环戊烷, 国家标准物质中心; N,N-二甲基乙酰胺(分析纯), 上海安谱实验科技股份有限公司。

### 1.1.2 仪器与设备

Agilent G1888 顶空进样器; Agilent 7890A - 5975B 气质联用仪; Agilent 顶空进样瓶(20 mL); Agilent 瓶口开合器; 电子天平(感量 0.1 mg), 上海梅特勒-托利多公司; Eppendorf 移液器(1 mL、100  $\mu$ L 和 10  $\mu$ L); IKA SM3 旋涡振荡器; BestdayZYJ - 9018 榨油机。

### 1.2 试验方法

#### 1.2.1 样品前处理

称取 5 g 植物油样品于顶空进样瓶中, 用瓶口开合器扣紧顶空进样瓶配用的密封垫和铝帽, 涡旋振荡后待上机测定。

#### 1.2.2 标准溶液的配制

采用 N,N-二甲基乙酰胺将六号溶剂母液稀释至 50  $\mu$ g/mL, 即标准使用液。称取 5 g 自制压榨油茶籽原油样品 7 份于顶空进样瓶中, 分别加入六号溶剂标准使用液 0、5、10、20、40、60、100  $\mu$ L, 即得六号溶剂含量分别为 0.00、0.05、0.10、0.20、0.40、0.60、1.00 mg/kg 的系列六号溶剂标准溶液, 扣上瓶盖后涡旋振荡混匀, 待上机测定。

#### 1.2.3 六号溶剂测定的仪器条件和定性定量方法

顶空进样器条件: 样品平衡温度 150  $^{\circ}$ C, 平衡时间 30 min; 样品环 1 mL, 温度 155  $^{\circ}$ C; 传输线温度 160  $^{\circ}$ C; 加压压力 138 kPa, 加压时间 0.1 min; 充气时间 0.2 min; 样品环平衡时间 0.05 min; 进样时间 1.0 min。

气相色谱条件: 进样口温度 200  $^{\circ}$ C; 分流进样, 分流比 20:1; HP-5MS 色谱柱(30 m  $\times$  0.25 mm  $\times$  0.25  $\mu$ m); 载气为氦气(He), 恒流模式, 柱流量 1 mL/min; 升温程序为初始温度 35  $^{\circ}$ C, 保持 2 min, 以 5  $^{\circ}$ C/min 升至 70  $^{\circ}$ C, 以 30  $^{\circ}$ C/min 升至 230  $^{\circ}$ C, 保持 2 min。

质谱条件: 辅助接口温度 250  $^{\circ}$ C, 离子源温度 230  $^{\circ}$ C, 电离方式 EI, 电子能量 70 eV, 溶剂延迟 2.0 min, 全扫描监测模式, 扫描范围 35 ~ 100。六号溶剂中 5 种化合物的保留时间、特征离子、定量离子见表 1。

定性与定量: 属于六号溶剂中主要成分的按照六号溶剂标准溶液定性、定量(外标法), 不属于六号溶剂中主要成分的按 NIST08 色谱库相似度最高

的定性, 并以正己烷为参照, 按照峰面积进行定量。

表 1 六号溶剂中 5 种化合物的保留时间、特征离子和定量离子

化合物	CAS 号	保留时间/min	特征离子	定量离子
2-甲基戊烷	107-83-5	1.911	43, 71, 86	71
3-甲基戊烷	96-14-0	2.000	56, 57, 86	57
正己烷	110-54-3	2.114	56, 57, 86	86
甲基环戊烷	96-37-7	2.374	56, 69, 84	69
环己烷	110-82-7	2.748	56, 69, 84	84

## 2 结果与分析

### 2.1 顶空进样器平衡温度的优化

顶空进样器平衡温度是影响六号溶剂出峰状况的主要因素, 依据六号溶剂主要成分最低(2-甲基戊烷 62  $^{\circ}$ C) 和最高(环己烷 81  $^{\circ}$ C) 汽化温度设定了包含区间温度的 11 个温度点, 对六号溶剂含量为 1.00 mg/kg 的标准溶液进行分析, 以观察平衡温度对六号溶剂定量离子出峰情况的影响, 结果如图 1 所示。

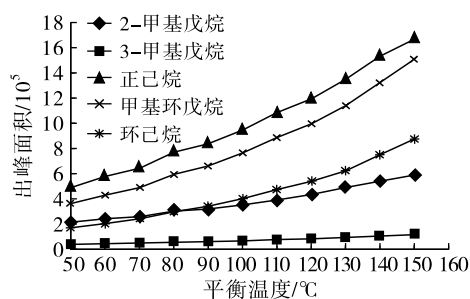


图 1 顶空进样器平衡温度对六号溶剂出峰面积的影响

由图 1 可知, 在设定温度范围内, 随着平衡温度的升高出峰面积均呈不断增加趋势, 当平衡温度升高至 150  $^{\circ}$ C 时, 出峰面积仍有明显增加, 这与杨柳等<sup>[24-25]</sup>的研究结果相同。可以预测随着平衡温度继续升高, 出峰面积还有一定幅度的上升空间, 但考虑仪器的可操作性及方法重现性等因素, 选择平衡温度 150  $^{\circ}$ C。从峰面积增加幅度来看, 受平衡温度影响较大的是正己烷和甲基环戊烷, 其次是环己烷和 2-甲基戊烷, 对 3-甲基戊烷的影响最小。

### 2.2 六号溶剂主要成分校准曲线、检出限和定量限

在优化条件下, 对系列标准工作液进行测定, 以溶剂含量(x)为横坐标, 对应峰面积(y)为纵坐标, 绘制标准曲线, 以 3 倍信噪比为检出限, 3 倍检出限设定定量限, 六号溶剂 5 种主要成分的校准曲线、相关系数、检出限、定量限见表 2。由表 2 可知, 5 种物质在 0 ~ 1.00 mg/kg 范围内线性关系良好, 检出限为 0.001 0 ~ 0.014 4 mg/kg, 比现行国标方法(2 mg/kg)<sup>[17]</sup> 低 2 个数量级。

表2 六号溶剂5种主要成分的校准曲线、相关系数、检出限和定量限

化合物	线性方程	相关系数( $R^2$ )	检出限/(mg/kg)	定量限/(mg/kg)
2-甲基戊烷	$y = 583\ 276x - 578$	0.999 687	0.002 8	0.008 4
3-甲基戊烷	$y = 114\ 701x - 45$	0.999 529	0.014 4	0.043 3
正己烷	$y = 870\ 326x - 2\ 681$	0.999 785	0.001 0	0.003 0
甲基环戊烷	$y = 1\ 509\ 916x + 7\ 512$	0.999 438	0.001 1	0.003 3
环己烷	$y = 1\ 682\ 484x - 960$	0.999 463	0.001 9	0.005 7

### 2.3 六号溶剂成分分析

按1.2.3设定选择离子模式对六号溶剂含量为1.00 mg/kg的标准溶液进行分析,得到总离子流色谱图,见图2。

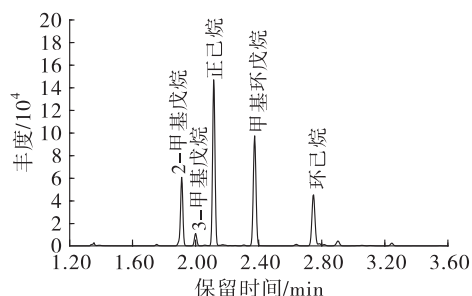


图2 六号溶剂标准溶液总离子流色谱图

由图2可知,六号溶剂是以C6为主的烃类混合物,包括2-甲基戊烷、3-甲基戊烷、正己烷等烷烃,以及甲基环戊烷、环己烷等环烷烃,5种主要成分峰型良好,保留时间稳定,峰面积占比为96.6%。经质谱分析,该标准溶液中还含有2-甲基己烷、3-甲基己烷、2,4-二甲基己烷、正戊烷、正庚烷等烷烃,以及2-己烯、2-乙基丁烯等烯烃,这些非主要成分含量相对较低,峰面积占比仅为3.4%。在空白标准溶液中未检出上述有机物质,可见六号溶剂并非只含有C6的烃类物质,还含有其他对人体健康有危害的成分。

### 2.4 植物油中残留溶剂成分分析及特征性成分确定

按1.2.3设定全扫描监测条件对6份浸出油茶籽油(3份原油,3份精炼油)中残留溶剂进行分析,结果发现,共检出戊烷、2-甲基戊烷、3-甲基戊烷等16种化合物,总含量为4.451~16.627 mg/kg。六号溶剂含量最高的样品中残留溶剂检出情况如表3所示。

表3 浸出油茶籽油中残留溶剂检出情况

化合物	保留时间/min	含量/(mg/kg)	CAS号	相似度/%
戊烷	1.478	0.109	109-66-0	91
2-甲基戊烷	1.614	0.466	107-83-5	90
3-甲基戊烷	1.656	2.466	96-14-0	95
正己烷	1.705	8.998	110-54-3	96
2,2-二甲基戊烷	1.792	0.016	590-35-2	93

续表3

化合物	保留时间/min	含量/(mg/kg)	CAS号	相似度/%
甲基环戊烷	1.829	3.852	96-37-7	91
环己烷	1.994	0.431	110-82-7	93
3-甲基己烷	2.035	0.009	589-34-4	89
正庚烷	2.179	0.114	142-82-5	91
甲基环己烷	2.377	0.001	108-87-2	86
反-2-辛烯	2.925	0.001	13389-42-9	88
辛烷	3.016	0.160	111-65-9	87
对二甲苯	3.869	0.001	106-42-3	86
丁基戊烷	4.714	0.001	2040-95-1	89
萘	8.486	0.001	91-20-3	91
1-甲基萘	10.052	0.001	90-12-0	92

由表3可知,六号溶剂含量最高的样品中2-甲基戊烷、3-甲基戊烷、正己烷、甲基环戊烷和环己烷5种主要成分总含量为16.213 mg/kg,占检出的总有机溶剂含量的97.5%,其中正己烷含量最高,其次分别是甲基环戊烷、3-甲基戊烷、2-甲基戊烷、环己烷。戊烷、正庚烷、甲基环己烷等非主要成分总含量为0.414 mg/kg,占比为2.5%,其中含量最高的是辛烷,检出3种芳香烃,包括2种多环芳烃。可见实际生产中使用的六号溶剂和标准溶液是有差别的,这可能与提取溶剂的供货厂家和批次有关,以致在浸出油中检出各成分及含量有别。六号溶剂组分虽较复杂,但主要成分仍为2-甲基戊烷、3-甲基戊烷、正己烷、甲基环戊烷和环己烷5种烃类物质,因此本研究拟以此5种主要成分作为定性压榨与浸出植物油的特征性成分。

### 2.5 实际样品分析

在优化的条件下对菜籽油、橄榄油、大豆油、油茶籽油等42份植物油样品中六号溶剂特征性成分进行测定,结果如表4所示。

由表4可知,除自制压榨的6份样品(油茶籽油、香榧油、山核桃油)外,其余36份样品均有六号溶剂特征性成分检出,其中正己烷有36份检出,检出率达86%,9份达定量范围,平均含量为2.5 mg/kg,最高含量达8.998 mg/kg。2-甲基戊烷、甲基环戊烷、环己烷也均有9份检出且达定量限,平均含量分别为

0.23、1.20、0.36 mg/kg,最高含量分别达0.466、3.852、0.810 mg/kg。3-甲基戊烷有8份检出,平均含量为0.78 mg/kg,最高含量达2.466 mg/kg。有9份样品同时检出4种以上六号溶剂特征性成分,总含量在0.312~16.213 mg/kg之间,均符合GB 2716—2018对溶剂残留量的限量(浸出油 $\leq$ 20 mg/kg,压榨油不得检出,其中 $<$ 10 mg/kg视为未检出)要求。在同时检出4种以上六号溶剂特征性成分的样品中,标签显示为压榨油的3份样品中六号溶剂含量为0.312~1.801 mg/kg;标签显示为浸出油的6份样品

中六号溶剂含量为4.280~16.213 mg/kg,平均为7.000 mg/kg,仅1份样品超过10 mg/kg,即按国标规定,仅有1份样品检出溶剂残留。理论上纯压榨油中是没有六号溶剂的,而在压榨油中检出六号溶剂,笔者认为其来源可能是机械设备部件润滑剂、密封圈或其他塑料部件受热后有六号溶剂逸出并被植物油部分吸收,或是在压榨油中人为掺入部分浸出油。本研究中标识为浸出油的样品中溶剂残留量相对较高,均在2 mg/kg以上,以国标20 mg/kg的限量值衡量,目前市场上浸出植物油的这一指标总体较好。

表4 植物油样品中六号溶剂特征性成分检出批次及含量

样品	总份数	出油方式	2-甲基戊烷		3-甲基戊烷		正己烷		甲基环戊烷		环己烷		总含量/(mg/kg)
			份数	含量/(mg/kg)	份数	含量/(mg/kg)	份数	含量/(mg/kg)	份数	含量/(mg/kg)	份数	含量/(mg/kg)	
菜籽油	10	压榨	2	0.025~0.138	1	0.259	8 2	0.001~0.003 0.114~0.364	2	0.092~0.247	2	0.081~0.083	0.312~1.091
橄榄油	6	压榨	-	-	-	-	6	0.001~0.003	-	-	-	-	-
大豆油	6	压榨	1	0.061	1	0.367	5 1	0.001~0.003 0.584	1	0.614	1	0.175	1.801
油茶籽油	8	压榨	-	-	-	-	8	0.001~0.003	-	-	-	-	-
	6	浸出	6	0.154~0.466	6	0.287~2.466	6	1.267~8.998	6	0.742~3.852	6	0.214~0.810	4.280~16.213
	2	压榨	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
香榧油	2	压榨	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
山核桃油	2	压榨	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

注:-表示未检出

## 2.6 压榨与浸出植物油的鉴定方法

本研究通过对多个样品的测定分析(见表4),总结得到以六号溶剂中特征性成分检出情况定性压榨植物油和浸出植物油的方法:同时检出4种及以上六号溶剂特征性成分或特征性成分总含量大于或等于0.5 mg/kg的样品,判定为浸出植物油;同时检出3种及以内六号溶剂特征性成分且特征性成分总含量小于0.5 mg/kg的样品,判定为压榨植物油。

据此,表4压榨植物油中有3份可判定为非纯压榨植物油,这些产品中六号溶剂主要成分的来源可能是设备污染,也有可能是人为掺杂。

## 3 结论

(1)顶空进样器平衡温度是影响六号溶剂主要成分出峰状况的主要因素,且随着平衡温度的升高出峰面积均呈不断增加趋势,优化的平衡温度为150℃。在优化的条件下,六号溶剂5种主要成分在0~1.00 mg/kg范围内线性关系良好,相关系数均可达0.999以上,检出限为0.001 0~0.014 4 mg/kg。

(2)六号溶剂是以C6为主的烃类混合物,共检出16种有机物,其中2-甲基戊烷、3-甲基戊烷、

正己烷、环己烷、甲基环戊烷5种主要成分总占比达96.6%,除这些主要成分外,六号溶剂中还有烯烃、芳香烃(包括多环芳烃)等,占比达3.4%。通过对浸出植物油残留溶剂进行测定,确定2-甲基戊烷、3-甲基戊烷、正己烷、环己烷、甲基环戊烷为定性压榨与浸出植物油的特征性成分。

(3)纯压榨植物油中没有六号溶剂,但可能会检出源自压榨机械设备部件润滑剂、密封圈或其他塑料部件因受热后逸出并被植物油吸收的六号溶剂主要成分。若同时检出4种及以上六号溶剂特征性成分或特征性成分总含量大于或等于0.5 mg/kg的样品可判定为浸出植物油,若同时检出3种及以内六号溶剂特征性成分且特征性成分总含量小于0.5 mg/kg的样品可判定为压榨植物油。

## 参考文献:

- [1] 范世航,刘念,华玮.油料作物油脂合成调控研究进展[J].中国油料作物学报,2021,43(3):361-375.
- [2] 吴苏喜,黄艳慧,吴优,等.不同热处理压榨油茶籽油的风味差异研究[J].中国油脂,2020,45(11):14-20.
- [3] 罗凡,郭少海,费学谦,等.压榨条件对油茶籽毛油挥发

- 性成分及品质的影响[J]. 中国粮油学报, 2015, 30(4): 61-66.
- [4] 李梓铭, 庾庐山, 黄军, 等. 不同加工方式茶籽油挥发性风味成分聚类分析[J]. 食品工业科技, 2019, 40(17): 276-279.
- [5] 贺连香. 食用植物油中溶剂残留检测的意义及方法优化[J]. 食品安全导刊, 2015(9): 72-73.
- [6] 汪海峰, 鞠兴荣, 杨晓蓉, 等. 食用植物油中残留溶剂的高温顶空气相色谱分离与测定[J]. 食品科学, 2006, 27(2): 235-238.
- [7] 李学青. 食用植物油中溶剂残留测定方法研究[J]. 现代食品, 2021(4): 199-204.
- [8] 陈同强, 李灿, 邓鸣, 等. 压榨植物油溶剂残留量超标问题研究[J]. 中国油脂, 2018, 43(10): 104-106, 111.
- [9] 林茂铨, 李武超, 陈伙德. 顶空气相色谱法测定司坦唑醇原料药中溶剂残留量[J]. 沈阳药科大学学报, 2021(1): 40-44.
- [10] 杨晓燕, 沈红娅, 姜倩, 等. 顶空气相色谱法测定舒尼铂中5种有机溶剂残留量[J]. 贵金属, 2020, 41(4): 68-71.
- [11] 杨锋波, 马伟娟, 周圣翔. 顶空气相色谱法测定皮革及其制品中9种有机溶剂的残留量[J]. 西部皮革, 2017, 39(15): 24-28.
- [12] 王成云, 廖宇安, 薛海峰, 等. 超声萃取-气相色谱法同时测定皮革及其制品中21种有害有机溶剂的残留量[J]. 皮革与化工, 2015, 32(5): 6-13.
- [13] 黄建, 武佩, 刘倩倩. 顶空气相色谱法测定玉米粕中的六号溶剂残留量[J]. 中国粮油学报, 2020, 35(9): 134-138.
- [14] 周玮婧, 江小明. 顶空气相色谱法测定不同品种食用植物油中的溶剂残留量[J]. 湖北农业科学, 2017, 56(2): 334-338.
- [15] 李荧. 食品中溶剂残留检测方法[J]. 中国食品, 2021(11): 63.
- [16] 杨梅, 王欣, 张居舟. 气相色谱法测定菜籽油中溶剂残留的不确定度评定[J]. 现代食品, 2021(3): 181-184, 191.
- [17] 食品安全国家标准 食品中溶剂残留量的测定: GB 5009.262—2016[S]. 北京: 中国标准出版社, 2016.
- [18] 张风梅, 郭晓霖. 压榨食用植物油溶剂残留量超标分析[J]. 农产品加工, 2011(12): 73-74.
- [19] STOPPACHER N, KLUGER B, ZEILINGER S, et al. Identification and profiling of volatile metabolites of the biocontrol fungus *Trichoderma atroviride* by HS-SPME-GC-MS[J]. J Microbiol Meth, 2010, 81(2): 187-193.
- [20] 宋恭帅, 赵巧灵, 朱勤超, 等. 基于激光辅助顶空固相微萃取技术分析甲鱼油挥发性成分[J]. 中国食品学报, 2020, 20(12): 277-285.
- [21] 王晓晴, 王倩, 许恒哲, 等. 气相色谱-质谱联用法测定合成革中5种酰胺类有机溶剂残留[J]. 分析仪器, 2021(1): 141-145.
- [22] 周春红, 唐璎, 张志龙, 等. 基于HS-GC-MS/MS法测定食品烘焙用纸中9种有机溶剂[J]. 包装工程, 2020, 41(21): 38-44.
- [23] FERRACES-CASAI S P, LAGE-YUSTY M A, LOPEZ-HERNANDEZ J. Rapid identification of volatile compounds in fresh seaweed[J]. Talanta, 2013, 115(10): 798-800.
- [24] 杨柳, 吴翠蓉, 朱杰丽, 等. 顶空-气质联用法鉴别油茶籽油真伪[J]. 中国粮油学报, 2012, 27(11): 105-109.
- [25] 杨柳, 方崇荣, 张建, 等. 气质联用鉴别降香黄檀与越南香枝的研究[J]. 南京林业大学学报(自然科学版), 2016, 40(1): 97-103.

(上接第124页)

- [4] GINSBUR G S, ATKINSON D, SMALL D M. Physical properties of cholesteryl esters[J]. Prog Lipid Res, 1984, 23(3): 135-167.
- [5] 高兴邦, 杨舵, 高名扬, 等. 异硬脂酸季戊四醇酯的合成及其性能[J]. 精细石油化工进展, 2019, 20(4): 33-36.
- [6] 万庆梅, 金一丰, 王胜利, 等.  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2-\text{Al}_2\text{O}_3$  催化合成季戊四醇四异硬脂酸酯[J]. 日用化学工业, 2011, 41(3): 191-193.
- [7] NAGENDRAMMA P, KAUL S. Study of synthetic complex esters as automotive gearlubricants[J]. J Synth Lubr, 2010, 25(4): 131-136.
- [8] DUANGKAEWMANEE S, PETSON A. Synergistic and antagonistic effects on oxidation stability of antioxidants in a synthetic ester based oil[J]. Tribol Int, 2011, 44(3): 266-271.
- [9] 高根之, 李言信, 赵斌, 等.  $\text{SO}_4^{2-}/\text{ZrO}_2-\text{Al}_2\text{O}_3$  催化合成脂肪酸季戊四醇酯的研究[J]. 工业催化, 2007(4): 45-47.
- [10] 叶建忠, 孟巨光. 季戊四醇四异硬脂酸酯的制备方法: CN101298417A[P]. 2008-11-05.
- [11] 夏青. 季戊四醇酯类润滑基础油的合成及其性能研究[D]. 山东 青岛: 中国石油大学(华东), 2018.
- [12] DING W, CUI M Y, WANG L Z. Mesoporous  $\text{SnO}-\gamma-\text{Al}_2\text{O}_3$  nanocomposite prepared by a seeding-crystallization method and its catalytic esterification performances[J]. New J Chem, 2021, 45: 14797-14802.
- [13] 张建雨, 陈洁. 柠檬酸硬脂酸季戊四醇三元共聚蜡状物的研制[J]. 广东化工, 2012, 39(1): 4-6.
- [14] ZHANG J W, NUNEZ A D, STRAHAN G. An advanced process for producing structurally selective dimer acids to meet new industrial uses[J/OL]. Ind Crop Prod, 2020, 146: 112132 [2022-02-01]. <https://doi.org/10.1016/j.cropro.2020.112132>.