

反相超高效液相色谱法同时测定植物油 中 8 种 V_E 异构体

Simultaneous determination of 8 kinds of vitamin E isomer in vegetable oil using reversed-phase ultra performance liquid chromatography

董 昕

DONG Xin

(品测[上海]检测科技有限公司, 上海 201108)

(PinCe Testing Co., Ltd., Shanghai 201108, China)

摘要:建立了溶剂稀释—超高效液相色谱法检测植物油中 8 种 V_E 异构体(生育酚及生育三烯酚)的方法。样品经丙酮溶解稀释后,以 PFP 色谱柱分析,甲醇—水(体积比 93:7)为流动相,在 0.4 mL/min 流速下等度洗脱,选择激发波长 295 nm,发射波长 330 nm 进行检测。8 种 V_E 异构体的加标回收率为 90.0%~100.0%,变异系数为 0.28%~1.22%,线性范围为 0.4~40.0 $\mu\text{g/mL}$,相关系数 >0.999 ,各 V_E 异构体的方法检出限均为 4.0 mg/kg。该方法检测流程简便,净化效果好,灵敏度高,可满足实际样品分析的需求。

关键词:超高效液相色谱;PFP 色谱柱; V_E ;生育酚;生育三烯酚

Abstract: An analytical method was developed for the determination of 8 kinds of vitamin E isomer (tocopherol and tocotrienol) in vegetable oil by solvent dilution extraction-ultra performance liquid chromatography. The sample was extracted with acetone. The separation was achieved by using PFP column and an elution with the mobile phases of methanol and water (93:7) at a flow rate of 0.4 mL/min. The identification and quantitative analysis were carried out with fluorescence detector at an excitation wavelength of 295 nm and an emission wavelength of 330 nm. The recoveries ranged from 90.0% to 100%, with the relative standard deviation (RSDs) between 0.28% and 1.22%. The linear range was 0.4~40.0 $\mu\text{g/mL}$ and the correlation coefficient (r) was greater than 0.999. The limits of detection were 4.0 mg/kg for each vitamin E isomer. The method was enough for the analysis of vitamin E in actual samples with wide linear range and high sensitivity.

Keywords: ultra performance liquid chromatography spectrometry; PFP chromatography column; vitamin E; tocopherol; tocotrienol

V_E 为脂溶性维生素,包含多种生育酚和生育三烯酚。根据苯环上甲基取代基数目和位置的不同, V_E 分为 α -、 β -、 γ -、 δ -生育酚和 α -、 β -、 γ -、 δ -生育三烯酚 8 种异构体,具有抗肿瘤、防止动脉硬化、改善心脑血管疾病、延缓衰老、增强免疫力等多种作用^[1-2]。 V_E 是人体必需的植物源维生素,人体自身无法合成,只能通过食物获取。植物油中含有丰富的生育酚和生育三烯酚,是人类摄取 V_E 的主要来源。不同 V_E 异构体的生物活性不同,其中 α -型的生物活性最强, δ -型的抗氧化性最强。不同品种植物油中 V_E 组成及含量不同,其营养价值有很大差异。对植物油中 V_E 各异构体的含量测定,能为消费者科学选购植物油提供参考,也能在植物油品种鉴定、掺假鉴别上提供技术参考^[3]。

食品中生育酚和生育三烯酚常用的检测方法有分光光度法^[4-5]、高效液相色谱法^[6-7]、气相色谱法^[8-9]及傅里叶变换红外光谱法^[10]等。有关 8 种 V_E 同分异构体的同时快速反相液相色谱检测技术较少,是一检测难点。GB 5009.82—2016 采用反相色谱法仅测定 α -、 β -、 γ -、 δ -生育酚 4 种 V_E ;GB/T 26635—2011 采用正相色谱法测定 8 种 V_E 同分异构体,但是正相高效液相色谱法有许多缺点,如流动相挥发性强、溶剂强致癌性、对仪器损耗大、重复性差、分析时间长及稳定性差等^[11-12]。反相高效液相色谱一般采用甲醇、乙腈等毒性较小、挥发性弱的溶剂作流动相,可以很好地克服正相色谱的不足。

试验拟采用常规的甲醇和水为流动相,建立应用 PFP 色谱柱对植物油中 8 种 V_E 异构体的超高效液相色谱

作者简介:董昕(1966—),女,品测(上海)检测科技有限公司高级工程师。E-mail:dongxin5397364@163.com

收稿日期:2019-06-08

谱分析方法。旨在更短的时间内同时检测植物油中 8 种维生素异构体的含量,为植物油中 V_E 异构体便捷稳定的检测提供技术支持。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂及耗材

1.1.1 主要仪器和设备

超高效液相色谱仪: Waters Acquity H Class 型,配荧光检测器,美国 Waters 公司;

纯水仪: MILLI-Q 型,美国 Millipore 公司;

分析天平: ME204 型,瑞士梅特勒—托利多公司;

旋窝振荡器: Talboys 型,美国 Talboys 公司。

1.1.2 试剂及耗材

α -生育酚(99.6%)、 β -生育酚(96.8%)、 γ -生育酚(98.2%)、 δ -生育酚(97.6%)、 α -生育三烯酚(98.6%)、 β -生育三烯酚(97.4%)、 γ -生育三烯酚(97.9%)、 δ -生育三烯酚(98.3%)标准物质:德国 Merk 公司;

无水乙醇、异丙醇、丙酮、甲醇:色谱纯,国药集团化学试剂有限公司;

一次性注射器:5 mL,上海安谱实验科技股份有限公司;

尼龙滤膜:0.22 μm ,上海安谱实验科技股份有限公司。

1.2 方法

1.2.1 标准溶液的配制及标准曲线

(1) 标准储备液:分别准确称取 V_E 各异构体标准品 50 mg(精确到 0.1 mg),用无水乙醇溶解,转移至 50 mL 棕色容量瓶中定容至刻度,得到 V_E 各异构体标准储备液(1 000 $\mu\text{g/mL}$)。于 -20 $^{\circ}\text{C}$ 以下避光储存,使用期限不超过 3 个月。标准溶液使用前需进行标定。

(2) 标准中间液:从各 V_E 异构体储备液中取出 10 mL 至 100 mL 棕色容量瓶中,用无水乙醇定容至刻度,得到 8 种 V_E 异构体混合中间液(100 $\mu\text{g/mL}$)。

(3) 标准工作液:从 8 种 V_E 异构体混合中间液(100 $\mu\text{g/mL}$)中分别准确吸取 0.04, 0.08, 0.16, 0.40, 0.80, 1.60, 4.00 mL 溶液至 7 个 10 mL 棕色容量瓶。用丙酮定容至刻度,得到浓度为 0.4, 0.8, 1.6, 4.0, 8.0, 16.0, 40.0 $\mu\text{g/mL}$ 的系列标准工作液。

1.2.2 色谱条件 色谱柱: PFP 柱(4.6 mm $\times$ 100 mm, 2.7 μm);流动相: A 为甲醇, B 为水;流速: 0.4 mL/min;进样量: 1 μL ;色谱柱温度: 30 $^{\circ}\text{C}$;洗脱程序: 等度洗脱, 甲醇: 水=93:7(体积比);激发波长: 295 nm;发射波长: 330 nm。

1.2.3 样品处理 称取 1.000 g 油样,用 10 mL 丙酮溶解,涡旋混合器上充分混匀后,过 0.22 μm 尼龙滤膜后,上机待测(涡旋过程避免丙酮蒸发;整个过程中注意避光)。

1.3 含量计算

$$X_r = \frac{C_r \times V}{m}, \quad (1)$$

式中:

X_r ——样品中 V_E 各异构体含量, mg/kg;

m ——样品质量, g;

V ——样品定容体积, mL;

C_r ——测定用样液中 V_E 各异构体的浓度, $\mu\text{g/mL}$ 。

2 结果与讨论

2.1 提取和净化

GB 5009.82—2016 是通过将油脂类样品皂化处理,释放出 V_E ,通过有机溶剂萃取,浓缩,上液相色谱仪分析,处理过程较为麻烦,而且皂化过程中 V_E 容易被氧化而损失掉,使测试结果不够稳定。研究将油脂样品直接溶解于有机溶剂中,释放出 V_E 后直接上液相检测。对于溶剂的选择需满足以下 2 个条件:① 脂溶性溶剂,使油脂能够完全溶解;② 应与后续的分析方法具有匹配性^[1]。可溶解油样的溶剂有正己烷、石油醚、丙酮、异丙醇等溶剂,针对反相色谱中的后续流动相,正己烷、石油醚等与流动相不兼容,从而选择直接用丙酮或异丙醇稀释后上样检测。通过试验发现丙酮溶解油脂效果优于异丙醇且丙酮毒性相较于异丙醇更小,故选择丙酮为提取溶剂。

2.2 色谱条件优化

生育酚和生育三烯酚的 β -和 γ -异构体结构相似,疏水性差异不大,在以 C_{18} 柱为固定相,乙腈—水、甲醇—乙腈、甲醇—水为流动相时, β -和 γ -生育酚及生育三烯酚异构体相互重叠,不能有效分离。PFP 色谱柱表面键合五氟苯基,有较强的几何尺寸和立体形状选择性,能分离一些结构相似、用烷基固定相很难分离的位置异构体。故选择 PFP 色谱柱作为分析柱。

V_E 在紫外检测器和荧光检测器上均有响应,而荧光检测器的响应灵敏度要优于紫外检测的,故选择荧光检测器检测。

对于流动相的选择,研究前期尝试了采用甲醇—水,甲醇—乙腈、乙腈—水、乙腈—二氯甲烷作为流动相;在以甲醇—乙腈、乙腈—水、乙腈—二氯甲烷等为流动相时, α -生育三烯酚和 δ -生育酚色谱峰重叠不能分开,故选甲醇—水为流动相。由于 V_E 是脂溶性,因而流动相中的甲醇比例应尽量高,而甲醇比例太高时 α -生育三烯酚和 δ -生育酚两个色谱峰也会有部分重叠;当流动相比比例在甲醇:水=93:7(体积比),流速为 0.4 mL/min(超高效色谱柱比较适用的流速)时,8 个 V_E 同分异构体能够很好地分离(图 1),且色谱峰型,分离效果均最佳,整个分析时间在 12 min 左右,大大缩短了 V_E 的分析检测时间,提高了检测灵敏度,由于无杂质干扰,节省了溶剂的耗费

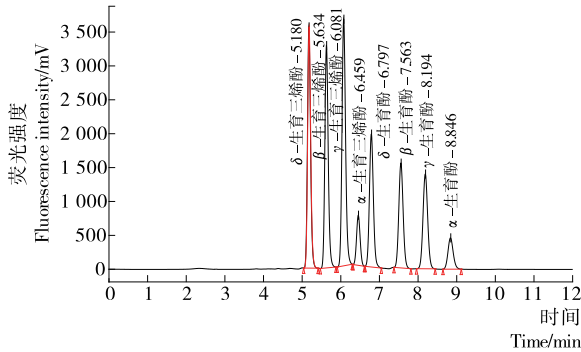


图 1 8 种 V_E异构体液相色谱图

Figure 1 8 vitamin E isomerism body fluid chromatography

和检测的时间及耗材成本。

2.3 标准曲线和方法检出限

8 种 V_E异构体标准物质配置成(0.4,0.8,1.6,4.0,8.0,16.0,40.0 μg/mL)进样,以峰面积为纵坐标,浓度为横坐标,绘制标准曲线。以称样量 1 g,定容体积 10 mL,计算检出限,线性方程及相关系数详见表 1。由表 1 可知:该方法各 V_E异构体在 0.4~40.0 μg/mL 范围内线性关系良好,相关系数在 0.999 174~0.999 870。

2.4 回收率和精密度

对大豆油样品各 V_E异构体分别添加 3 个浓度水平(4,8,20 mg/kg),每个水平进行 6 次试验,得到样品中 8 种 V_E异构体的回收率及相对标准偏差,详见表 2。由

表 1 8 种 V_E异构体的线性方程和相关系数

Table 1 Linear equation and correlation coefficient for the 8 isomerans of vitamin E

名称	线性范围/(μg·mL ⁻¹)	标准曲线	相关系数	方法检出限/(mg·kg ⁻¹)
δ-生育三烯酚	0.4~40.0	Y=2 490 000X-878 000	0.999 870	4.0
β-生育三烯酚	0.4~40.0	Y=2 500 000X-1 070 000	0.999 847	4.0
γ-生育三烯酚	0.4~40.0	Y=2 950 000X-1 520 000	0.999 720	4.0
α-生育三烯酚	0.4~40.0	Y=601 000X-477 000	0.999 528	4.0
δ-生育酚	0.4~40.0	Y=1 750 000X-832 000	0.999 820	4.0
β-生育酚	0.4~40.0	Y=1 520 000X-855 000	0.999 718	4.0
γ-生育酚	0.4~40.0	Y=1 480 000X-1 110 000	0.999 319	4.0
α-生育酚	0.4~40.0	Y=545 000X-546 000	0.999 174	4.0

表 2 大豆油中 8 种 V_E异构体样品添加回收率和精密度

Table 2 Recovery rate and precision of 8 vitamin E isomers in soybean oil samples

名称	添加量/(mg·kg ⁻¹)	回收率/%						平均值/%	相对标准偏差/%
δ-生育三烯酚	4.0	99.7	99.4	99.4	98.2	98.1	99.2	99.0	0.70
	8.0	99.8	99.8	99.8	99.5	98.9	99.5	99.6	0.35
	20.0	99.8	99.7	99.8	99.4	99.4	98.9	99.5	0.32
β-生育三烯酚	4.0	98.7	99.2	99.2	98.9	98.1	99.2	98.8	0.43
	8.0	99.9	98.9	99.7	99.5	98.4	99.4	99.3	0.57
	20.0	99.8	98.8	99.7	99.6	98.0	99.3	99.2	0.70
γ-生育三烯酚	4.0	99.9	99.7	98.4	99.7	99.8	98.4	99.3	0.71
	8.0	99.8	99.3	99.6	99.6	98.8	99.3	99.4	0.37
	20.0	99.5	99.7	99.1	99.1	98.7	98.8	99.2	0.39
α-生育三烯酚	4.0	99.4	97.7	98.2	97.7	97.6	98.2	98.1	0.71
	8.0	99.7	98.7	97.9	98.9	97.8	97.4	98.4	0.87
	20.0	98.9	99.2	99.2	97.8	97.8	97.8	98.4	0.73
δ-生育酚	4.0	98.9	98.4	97.9	98.7	98.8	97.9	98.1	0.45
	8.0	99.9	99.7	99.4	99.5	99.1	99.0	99.4	0.34
	20.0	98.8	99.7	99.8	98.4	99.0	98.6	99.0	0.59
β-生育酚	4.0	99.2	99.4	99.4	98.7	99.1	99.4	99.2	0.30
	8.0	99.3	99.0	99.1	98.9	98.5	98.8	98.9	0.28
	20.0	99.1	99.7	99.5	98.0	98.1	98.7	98.8	0.73
γ-生育酚	4.0	97.4	97.9	96.3	96.9	95.8	96.9	97.8	0.36
	8.0	97.9	98.9	98.2	97.7	97.8	97.8	98.9	0.52
	20.0	98.5	98.4	98.8	99.1	99.8	99.1	99.0	0.69
α-生育酚	4.0	99.7	99.2	99.2	99.7	98.3	99.2	99.2	0.50
	8.0	99.7	98.9	99.5	99.1	98.8	98.9	99.1	0.37
	20.0	96.4	99.0	99.8	97.4	97.9	97.9	98.1	1.22

表 2 可知:各个浓度水平的添加回收率均在 90%以上,精密度为 0.28%~1.22%。

2.5 V_E 异构体保留时间及分离度

各 V_E 异构体保留时间和相互之间分离度见表 3、4。

表 3 8 种 V_E 异构体出峰顺序、保留时间、基线宽度
Table 3 Peak order, retention time, baseline width of 8 vitamin E isomers

名称	保留时间/min	基线宽度/min
δ -生育三烯酚	5.15	0.3
β -生育三烯酚	5.60	0.3
γ -生育三烯酚	6.03	0.3
α -生育三烯酚	6.41	0.3
δ -生育酚	6.74	0.3
β -生育酚	7.49	0.3
γ -生育酚	8.11	0.3
α -生育酚	8.77	0.3

表 4 各异构体之间分离度
Table 4 Separability between isomers

名称	分离度	要求
δ -生育三烯酚和 β -生育三烯酚	1.50	≥ 1.0
β -生育三烯酚和 γ -生育三烯酚	1.43	≥ 1.0
γ -生育三烯酚和 α -生育三烯酚	1.27	≥ 1.0
α -生育三烯酚和 δ -生育酚	1.10	≥ 1.0
δ -生育酚和 β -生育酚	2.50	≥ 1.0
β -生育酚和 γ -生育酚	2.07	≥ 1.0
γ -生育酚和 α -生育酚	2.20	≥ 1.0

由表 3、4 可知:8 种 V_E 异构体能够完全分离。

2.6 实测结果

从市面上随机选取 15 种不同品种的植物油,采用本研究的检测方法检测其 V_E 中的异构体构成,检测结果见表 5。

表 5 植物油中 V_E 含量
Table 5 Vitamin E content in vegetable oils mg/kg

样品名称	α -生育酚	β -生育酚	γ -生育酚	δ -生育酚	α -生育三烯酚	β -生育三烯酚	γ -生育三烯酚	δ -生育三烯酚
菜籽油	232.0	未检出	313.2	10.0	未检出	未检出	未检出	未检出
大豆油	124.0	44.0	758.2	296.0	未检出	未检出	未检出	未检出
橄榄油	237.0	10.0	9.5	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
花生油	256.0	16.0	16.8	9.0	未检出	未检出	未检出	未检出
棕榈液油	223.0	未检出	未检出	未检出	198.0	未检出	243.0	33.0
玉米油	299.0	21.0	347.3	20.0	14.0	未检出	23.0	未检出
稻米油	288.0	未检出	71.0	10.0	101.0	未检出	99.0	未检出
葵花籽油	642.0	38.0	26.6	4.0	未检出	未检出	未检出	未检出
葡萄籽油	216.0	未检出	158.0	24.0	66.0	未检出	132.0	5.0
亚麻籽油	256.0	16.0	16.8	9.0	12.0	未检出	未检出	未检出
芝麻油	16.0	未检出	452.1	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
南瓜籽油	18.0	未检出	255.0	16.0	未检出	未检出	未检出	未检出
茶籽油	130.0	未检出	2.0	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
棉籽油	522.0	未检出	389.0	31.0	未检出	未检出	未检出	未检出
红花油	335.0	未检出	4.0	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出

3 结论

通过对植物油样品检测前处理的优化,采用丙酮溶解样品后上样,在优化的色谱条件下,PFP 色谱柱超高效液相色谱法能很好地将 8 种 V_E 异构体分离开,测定结果准确,测试流程简单。相较于皂化法处理油样,丙酮直接溶解提取法检测 V_E 损失更少,结果更准确;相较于正相色谱分离,分析时间更短,重现性更好。采用该方法检测了 15 种常用植物油中 V_E 各异构体的含量,满足实际样品分析的需求。

参考文献

[1] 郑熠斌,黄百芬,许娇娇,等. 食品中维生素 E 异构体的检测技术研究进展[J]. 理化检验:化学分册,2016,52(9): 1 080-1 084.

[2] 别玮,刘韦华,王琳丽,等. 食用植物油中天然维生素 E 检测技术研究进展[J]. 现代仪器与医疗,2015,21(6): 6-9.

[3] 顾强,石晶,袁大炜,等. 常见植物油中 8 种生育酚和生育三烯酚含量分析[J]. 食品工业,2017,38(2): 304-307.

[4] 朱丽,谭微,邓梦雅,等. 反相高效液相色谱法测定乳粉中生育酚和生育三烯酚[J]. 食品科技,2017,42(10): 306-312.

(下转第 99 页)

通和交流提供了方便,为彻底消除部门壁垒和条块分割创造了条件。

3.3 要明确毒害食品鉴定标准,建立专业化的鉴定队伍和专门的食品安全犯罪侦查机关

毒害食品的鉴定标准应进行顶层设计,建立从中央到地方的统一标准。该标准的制定应考虑与国际标准接轨。欧美发达国家的食品政策是围绕着高标准的安全建立的,尤其是欧盟,它提出要确保“从农场到餐桌”整条食品链的安全^[8]。1964年,该共同体颁布了第一部食品卫生法,但仅对鲜肉作出规定,随后才对其他食品制定了实施和卫生法规^[9]。为了彻底消除中国的食品安全问题,制定标准时可略高于国际标准。食品的高标准不是为了损害食品生产企业的利益,而是为了最广大人民群众的根本利益。食品安全不能只追求相对安全,应尽可能地绝对安全靠拢。地方利益和部门利益相对广大人民群众的生命和健康安全来说根本不值一提。经济的发展水平和税收的多少也不应成为牺牲食品安全的理由。

为此,有必要借鉴国际有毒有害食品的鉴定标准,使打击危害食品安全犯罪有一个比较高的标准可依,同时,还要建立专门的专业化鉴定队伍,鉴定人才应集中使用,尽量做到全覆盖。为有效打击食品药品犯罪行为,快速准确查明犯罪事实,搜集证据,强化对食品药品犯罪的侦查和追究效率,在食品药品监管部门设立食品药品犯罪侦查局,实行双重管理,作为公安部门的一个业务局,负责食品药品犯罪的侦查,经人民检察院批准或人民法院同意可依法采取搜查、扣押、拘留、拘传、执行逮捕等刑事强制措施^[10]。

此外,鉴定人员应充分利用信息化共享平台,加强行业从业人员之间的交流和沟通,不断提高自己的业务能力,努力为个案提供客观公正的鉴定结果。

3.4 加强对执法人员的培训,建立定期培训机制,培养具有创新意识的执法队伍

在大数据时代下,信息共享已成为时代潮流,办事效率在信息共享平台的支持下直线提高。但海量的信息也

给执法人员带来了心理上的不适应和困惑,容易使以往习惯于按部就班进行工作的执法人员产生能力危机感。这种感觉是一把双刃剑,既可成为催人奋进的动力,也可成为执法人员懈怠的原因。只要监管部门充分认识到中国食品安全监管面临的严峻形势,不断提高自己的执法水平,真正把食品安全监管工作落到实处,就一定能为广大人民群众创造良好的食品安全环境^[11]。为此,各级人民政府要根据执法中出现的问题有针对性地进行培训,并将行政执法机关和司法机关的培训实现常态化。通过培训,不仅可以加强同行间的沟通与交流,还可以形成互相学习、提高业务水平的新局面。如果还是抱陈守旧,拒绝学习,能力危机不仅将成为下岗危机,还会影响到中国行政执法和刑事司法的顺利衔接。

参考文献

- [1] 廉恩臣. 欧盟食品安全法律体系评析[J]. 政法论丛, 2010(2): 95.
- [2] 董纯朴. 食品安全警察权介入问题研究[J]. 公安研究, 2013(7): 28-29.
- [3] 王牧. 中国犯罪对策研究[M]. 长春: 吉林人民出版社, 2004: 237-243.
- [4] 管晓, 易翠平, 徐斐. 关于我国食品安全标准问题的思考[J]. 食品与机械, 2009, 25(3): 143-145.
- [5] 戴治勇. 选择性执法[J]. 法学研究, 2008(5): 10-13.
- [6] 何帅芳. 对食品安全监管体系重构的探究[J]. 食品与机械, 2012, 28(5): 262-264.
- [7] 林志标, 黄智绵, 陈金恋. 当前危害食品安全犯罪案件调查分析[J]. 知识经济, 2013(4): 11-13.
- [8] 姚水琼. 欧美国家食品安全检验检测与监管的特点与启示[J]. 食品与机械, 2011, 27(1): 67-70.
- [9] 凯普里阿诺. 欧盟食品安全50年[J]. 太平洋学报, 2008(3): 1-16.
- [10] 全世文, 曾寅初. 我国食品安全犯罪特征分析: 基于171例食品安全犯罪案件[J]. 调研世界, 2013(6): 8-9.
- [11] 杨亚莉. 食品安全集中性监管体系的理性重塑与优化[J]. 食品与机械, 2012, 28(5): 259-261.

(上接第76页)

- [5] 方国祯, 吴明君. 维生素E分光光度和荧光分析进展[J]. 中国药学杂志, 1994, 29(7): 390-393.
- [6] 潘开林, 季敏, 牛跃庭, 等. 植物油中生育酚与生育三烯酚测定方法比较[J]. 粮油食品科技, 2016, 24(4): 52-55.
- [7] 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.
- [8] 樊淑宏, 杨明, 罗婷婷, 等. UPLC检测13种植物油中的维生素E[J]. 华西药学杂志, 2018, 33(6): 525-527.
- [9] 郑熠斌, 潘晓东, 许娇娇, 等. 加速溶剂萃取结合亲水液相色谱柱分离测定坚果中的8种生育酚异构体[J]. 中国食品

卫生杂志, 2017, 29(6): 698-702.

- [10] 魏雪缘, 沈伟健, 张睿, 等. 食用植物油中生育酚和生育三烯酚检测方法的研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(2): 686-692.
- [11] 翦英红, 范宁伟, 孟令伟, 等. 反相高效液相色谱法测定植物油样品中的 α -维生素E[J]. 吉林化工学校学报, 2016, 33(7): 55-58.
- [12] 于瑞祥, 张欣, 张秀芹, 等. 反相高效液相色谱法同时测定植物油中四种生育酚[J]. 分析测试学报, 2013, 32(6): 764-767.