

气相色谱质谱-内标法测定植物油中9种农药的残留量

顾强*, 石晶, 乙小娟

(张家港出入境检验检疫局检验检疫综合技术中心, 张家港 215600)

摘要: **目的** 建立植物油中9种农药残留量的内标检测方法。**方法** 样品用乙腈提取, 经优化的 QuEChERS 方法净化, 气相色谱-质谱联用仪测定, 内标法定量。**结果** 氟乐灵、甲拌磷、七氯、倍硫磷、反-氯丹、顺-氯丹的线性范围为 0.005~0.2 mg/L, 检出限为 0.01 mg/kg; α -硫丹、 β -硫丹的线性范围为 0.01~0.2 mg/L, 检出限为 0.02 mg/kg; 多效唑的线性范围为 0.02~0.2 mg/L, 检出限为 0.04 mg/kg。**结论** 本方法准确度高、重复性好, 前处理无需特殊仪器, 且内标物的引入进一步降低了前处理的操作难度, 为方法的推广创造了更好的条件。

关键词: 农药残留, 内标, 气相色谱-质谱法, 植物油

Determination of 9 pesticide residues in vegetable oil by gas chromatography-mass spectrometry inner standard method

GU Qiang*, SHI Jing, YI Xiao-Juan

(Technology Center of Zhangjiagang Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Zhangjiagang 215600, China)

ABSTRACT: Objective To establish an inner standard method for the simultaneous determination of 9 pesticide residues in vegetable oil. **Methods** The samples were extracted by acetonitrile and then purified by QuEChERS method, the supernatant was analyzed by gas chromatography-mass spectrometry using an inner standard method. **Results** The linear range and LOD of were 0.005~0.2 mg/L and 0.01 mg/kg for trifluralin, phorate, heptachlor, fenthion, α -chlordane, β -chlordane, and 0.01~0.2 mg/L and 0.02 mg/kg for α -endosulfan, β -endosulfan, and 0.02~0.2 mg/L and 0.04 mg/kg for paclobutrazol. **Conclusion** The method is simple, reliable and does not need special equipments during the sample pre-treatment.

KEY WORDS: pesticide residues; inner standard; gas chromatography-mass spectrometry; vegetable oil

1 引言

农药残留是植物性食品中最受关注的食品安全问题之一。国家强制标准 GB 2763-2014《食品安全

国家标准 食品中农药最大残留限量》严格限定了各类植物油中数十种农药的残留限量。然而, 虽然有了明确的限量标准, 但是我国尚无专门针对植物油中农药残留量的检测国标, 许多指标的检测只能参照

基金项目: 江苏出入境检验检疫局科技项目(2013KJ38)、江苏省基础研究计划(自然科学基金)资助项目(BK20130381)

Fund: Supported by the Scientific and Technological Project of Jiangsu Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau (2013KJ38) and Natural Science Foundation of Jiangsu Province (BK20130381)

*通讯作者: 顾强, 博士, 工程师, 主要从事食品安全检测方法的研究。E-mail: respro@163.com

*Corresponding author: GU Qiang, PhD, Engineer, Zhangjiagang Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Zhangjiagang, Jiangsu 215600, China. E-mail: respro@163.com

某些针对食品、粮谷等基质的检测方法。由于基质的巨大差异,这些方法的适用性存在很大问题。

目前,针对植物油中农残检测的研究比较活跃。常见的方法主要包括以下几种:凝胶渗透色谱(GPC)法^[1,2],即利用 GPC 将分子量较大的甘油三酯基质与目标农药组分分离开来,然后利用气相色谱或其他仪器进行检测。GPC 法省去了大量人工操作,且净化效果良好。但目前国内很多实验室尚未装备 GPC,这在一定程度上限制了该方法的普及。很多报道采用固相萃取法^[3,4]进行净化,除去植物油基质、有机酸等杂质,也取得了良好的效果,该方法的优点在于无需特殊仪器,普通实验室都可以实现。另外,顶空固相微萃取法^[5]也被用来进行农残检测,这种方法适用于挥发性农药组分的检测,对难挥发性物质的检测效果一般。近年来兴起的在线 GPC^[6,7]结合质谱检测农药残留的技术成为新的研究热点,这种方法进一步简化了操作,其在线处理也是未来残留检测发展的方向。目前,这种方法的推广也是受限于需要特殊的硬件装备。

在多数报道中,人们都采用外标法进行植物油中农药残留的检测^[8-11]。然而,内标法在残留定量检测工作中具有无可比拟的优势,内标物的使用对方法稳定性、准确度的提升都有很大的作用^[12-15]。本工

作拟借助内标物校正,采用常规前处理手段,开发植物油中多种农药残留量的气相色谱-质谱检测方法,为植物油中农残的定量检测提供一种新的方法。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

气相色谱-质谱联用仪(Agilent 7890B+7000),配电子轰击电离源(ED);台式冷冻离心机(ThermoScientific);涡旋混匀器,氮吹仪。

乙腈、甲醇、甲酸(HPLC 级,美国 Fisher 公司);氯化钠、无水硫酸镁(使用前在马弗炉中加热至 550 °C 过夜以除去邻苯二甲酸酯)均为分析纯;乙二胺-N-丙基硅烷(PSA);

农药标准品:氟乐灵(固体,99.5%)、倍硫磷(固体,99.0%)、顺-氯丹(固体,99.0%)、反-氯丹(固体,98.0%)、多效唑(固体,98.5%)、甲拌磷(正己烷溶液,98.98 mg/L)、七氯(正己烷溶液,100.6 mg/L)、 α -硫丹(正己烷溶液,99.6 mg/L)、 β -硫丹(正己烷溶液,99.6 mg/L)、磷酸三苯酯(TPP,99.5%)、PCB-52(固体,97.5%)购自德国 Dr. Ehrenstorfer 公司,具体 CAS 号和英文名称见表 1。农药标准品用乙腈配制成 500 mg/L 的储备液,保存于 4 °C 冰箱中,临用前用样品基质配制成标准系列。

表 1 9 种农药及内标物磷酸三苯酯的保留时间、定量和辅助定量选择离子
Table 1 Retention time, selection ion of the 9 pesticide and inner standard

序号	中文名称	CAS	英文名称	保留时间(min)	定量离子	辅助定量离子
1	氟乐灵	1582-09-8	Trifluralin	11.48	306	264
2	甲拌磷	298-02-2	Phorate	11.81	260	121
3	七氯	76-44-8	Heptachlor	13.68	272	237
4	倍硫磷	55-38-9	Fenthion	14.16	278	169
5	反-氯丹	5103-71-9	β -Chlordane	15.73	375	373
6	多效唑	76738-62-0	Paclobutrazol	15.72	236	167
7	α -硫丹	959-98-8	α -endosulfan	16.10	241	207
8	顺-氯丹	5103-74-2	α -Chlordane	16.11	375	373
9	β -硫丹	33213-65-9	β -endosulfan	17.80	241	207
10	磷酸三苯酯	115-86-6	Triphenylphosphate	19.84	326	233

2.2 样品前处理

称取1 g油(精确至0.01 g)于15 mL离心管中,加入5 mL乙腈,精确加入100 μ L 1 μ g/mL的磷酸三苯酯(内标),剧烈涡旋1 min,必要时可进行均质,离心(4000 r/min, 5 min)。将上清液全部转移至另一15 mL离心管中,用5 mL乙腈重复提取一次,合并上清液,放在-18 $^{\circ}$ C冰箱中冷冻过夜。取出离心(4000 r/min, 5 min)。取8 mL上清液(依旧冷冻状态)于一洁净离心管中,离心管中事先加入180 mg PSA和1200 mg无水硫酸镁,剧烈涡旋30 s,离心(4000 r/min, 5 min)。立即吸取1 mL提取液过0.22 μ m滤膜,加入10 μ L 5%甲酸的乙腈溶液,混匀,保存在冰箱中待测。

植物油基质的制备:称取5 g油(精确至0.01 g)于50 mL离心管中,加入25 mL乙腈,剧烈涡旋1 min,离心(4000 r/min, 5 min)。将上清液全部转移至另一50 mL离心管中,用25 mL乙腈重复提取一次,合并上清液,放在-18 $^{\circ}$ C冰箱中冷冻过夜。取出离心(4000 r/min, 5 min)。取42 mL上清液(依旧冷冻状态)于一洁净离心管中,离心管中事先加入1050 mg PSA和6300 mg无水硫酸镁,剧烈涡旋30 s,离心(4000 r/min, 5 min),上清液过0.22 μ m滤膜,即为植物油基质溶液。

2.3 仪器测定

色谱条件:色谱柱采用HP-5MS石英毛细管柱(60 m \times 320 μ m \times 0.25 μ m);进样口温度:250 $^{\circ}$ C;升温程序:初始柱温40 $^{\circ}$ C,保持2 min;以30 $^{\circ}$ C/min升温至220 $^{\circ}$ C不保持;再以5 $^{\circ}$ C/min升温至250 $^{\circ}$ C,保持5 min;最后以20 $^{\circ}$ C/min升温至280 $^{\circ}$ C,保持2.5 min。载气:氦气(纯度99.999%),流速1.0 mL/min;进样方式:不分流进样,不分流时间1 min。进样量:1.0 μ L。

质谱条件:接口温度:280 $^{\circ}$ C;电离方式:电子轰击源(EI);离子源温度:250 $^{\circ}$ C;电离能量:70 eV;监测方式:选择离子扫描模式(SIM),分段监测;溶剂延迟:7 min。9种农药及磷酸三苯酯(内标)的监测离子、保留时间见表1,分段监测时间表见表2。

3 结果与讨论

3.1 内标物的选择

为了提高方法的准确度、保持良好的重复性,尽

可能排除各种因素造成的定量问题,引入内标法进行定量。众所周知,内标物应当和待测组分具有基本相同或尽可能一致的物理化学性质、色谱行为和响应特征,以保证检测结果的准确性。同时,本实验所用的内标物必须有良好的质谱响应性,同时其本身应具有良好的稳定性。通过查阅文献,研究对比了使用多氯联苯(PCBs)、磷酸三苯酯(TPP)、三苯甲烷作为内标物的可能性,结合物质的可获得性和有害性考虑,最后选择了PCB-52和TPP作为候选内标物进行了试验比对。

表2 选择离子分段监测表
Table 2 Groups of the selection ion

序号	时间/min	选择离子(m/z)
1	7.00	306、264、260、121
2	12.50	278、169、272、237、292
3	15.00	375、373、236、167
4	16.00	375、373、241、207
5	17.00	241、207
6	19.00	326、233

实验分别使用PCB-52和TPP作为内标物,通过计算9种农药组分加标回收率的方法,评估这两种内标物的适用性。实验中,发现当使用PCB-52作为内标物时,所有农药组分的回收率高达200%~300%;而当使用TPP作为内标时,各农药组分回收率在70%~110%之间。同时,通过积分峰面积的方法分别对两种内标物的回收率进行计算,发现TPP的回收率为89.2%,而PCB-52的回收率仅为37.8%。这说明在本实验条件下,PCB-52的萃取效率极为低下,其不适合作为本方法的内标物。实验结果表明,TPP萃取效率良好,并且具有很好的质谱响应性和稳定性,因此,本方法选择TPP作为内标物。

3.2 净化条件的优化

本方法采用质谱仪进行测定,很大程度上能避免杂质干扰,简化前处理步骤。然而,为了提高检测灵敏度、减少仪器污染,我们依然有必要对前处理条件进行合理的优化,减少对灵敏度和仪器状态有影响的杂质,如水分、有机酸、色素和金属离子等。

实验采用无水硫酸镁对提取液进行除水处理,

为了确定无水硫酸镁的用量,我们对比了3种不同的用量,分别为600 mg、1200 mg和1800 mg。当使用600 mg时,提取液中无水硫酸镁结块较明显,说明600 mg的用量不够;而当使用1200 mg和1800 mg时,提取液中大部分无水硫酸镁呈松散状态,说明此时除水比较彻底。为了节约药品、并避免引入额外的杂质,无水硫酸镁的用量定为1200 mg。

本方法采用农残检测中常用的PSA除有机酸、色素和金属离子等杂质。同样,我们对比了3种不同的用量,分别为90 mg、180 mg和270 mg。通过对比谱图峰形、回收率数据,发现当加入90 mg PSA时,谱图峰形较差,干扰明显,部分指标的回收率偏高,如表3所示;当加入270 mg PSA时,回收率则普遍较低;而加入180 mg PSA时,则在峰形和回收率方面均适中。因此,PSA的用量定为180 mg。

表3 不同PSA用量对9种农药回收率的影响
Table 3 Effect of PSA amount on recovery of the 9 pesticides

化合物	90 mg PSA	180 mg PSA	270 mg PSA
氟乐灵	98.1	77.2	78.3
甲拌磷	72.1	82.0	66.2
七氯	106	79.2	75.1
倍硫磷	110	95.6	79.6
反-氯丹	88.1	82.0	61.9
多效唑	108	104	87.6
α -硫丹	82.0	84.4	88.7
顺-氯丹	72.0	84.0	90.4
β -硫丹	76.9	89.0	82.0

表4 不同植物油基质对9种农药峰面积的影响
Table 4 Effect of different matrix on peak area of the 9 pesticides

指标名称	特级初榨橄榄油	花生油	毛椰子油	精炼棕榈油	大豆油	菜籽油	玉米油	芝麻油
氟乐灵	98.52	100.6	525.4	118.0	96.84	85.72	72.30	73.99
甲拌磷	96.52	104.4	610.0	127.1	106.7	102.6	79.33	85.01
七氯	144.1	135.1	195.8	133.3	107.4	123.2	90.92	97.49
倍硫磷	142.9	123.2	367.7	230.5	125.5	118.9	88.04	139.2
多效唑	121.2	257.3	735.8	144.1	133.2	102.2	83.24	139.4
反-氯丹	141.0	138.6	114.3	126.5	101.3	99.05	85.81	92.52
α -硫丹	141.1	149.1	106.7	122.5	94.16	97.32	78.04	85.45
顺-氯丹	148.2	149.8	101.3	123.2	96.05	97.37	82.77	88.32
β -硫丹	133.5	127.9	119.9	142.7	93.77	96.72	76.30	88.64

3.3 基质效应

农药残留检测中,基质效应往往会影响定量检测结果,严重时甚至会相差数倍。为了评估基质效应对本方法的影响,选用8种常见植物油,按2.2中所述方法制备各种植物油基质并分别配制基质匹配标准溶液,各指标浓度均为0.2 mg/L。同时使用乙腈配制相同浓度的标准溶液,分别按本方法进行GC-MS测定后进行谱峰面积对比。为方便比较,以乙腈中各指标峰面积作为100%,其他基质中各指标峰面积相应折算为百分数,列于表4中。从表4中数据可以发现,一是在同一种植物油基质中,各农药指标的基质效应不尽相同,最高可以相差数倍之多;二是对同一种农药指标,不同植物油的基质效应也会相差很大。因此,在需要对植物油中农药残留量进行精确定量时,必须采用相同种类植物油基质进行标准溶液的配制,以更好地抵消基质效应。

3.4 方法的验证

3.4.1 方法的线性范围、检出限、定量限

采用本方法对植物油中农药残留进行检测,氟乐灵、甲拌磷、七氯、倍硫磷、反-氯丹、顺-氯丹的线性范围为0.005~0.2 mg/L,检出限为0.01 mg/kg,定量限为0.03 mg/kg; α -硫丹、 β -硫丹的线性范围为0.01~0.2 mg/L,检出限为0.02 mg/kg,定量限为0.06 mg/kg;多效唑的线性范围为0.02~0.2 mg/L,检出限为0.04 mg/kg,定量限为0.10 mg/kg,具体数据如表5所示,9种农药的基质匹配标准溶液色谱图如图1所示。

表 5 9 种农药组分的标准曲线方程、相关系数、线性范围、检出限及定量限

Table 5 Equations of calibration curves, correlation coefficients, linear ranges, and limits of detection and limits of quantification of the 9 pesticides

化合物	标准曲线	相关系数	线性范围(mg/L)	检出限(mg/kg)	定量限(mg/kg)
氟乐灵	$Y=2.18X-0.212$	0.9935	0.005~0.2	0.01	0.03
甲拌磷	$Y=0.658X-0.0545$	0.9925	0.005~0.2	0.01	0.03
七氯	$Y=1.64X-0.124$	0.9928	0.005~0.2	0.01	0.03
倍硫磷	$Y=3.93X-0.3262$	0.9932	0.005~0.2	0.01	0.03
反-氯丹	$Y=1.87X-0.0352$	0.9955	0.005~0.2	0.01	0.03
多效唑	$Y=1.75X-0.0538$	0.9970	0.02~0.2	0.04	0.10
α -硫丹	$Y=0.474X-0.0297$	0.9930	0.01~0.2	0.02	0.06
顺-氯丹	$Y=1.44X-0.0272$	0.9953	0.005~0.2	0.01	0.03
β -硫丹	$Y=0.181X-0.00778$	0.9956	0.01~0.2	0.02	0.06

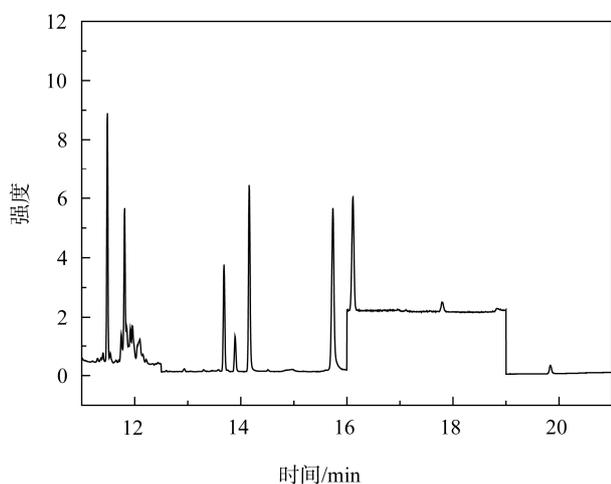


图 1 9 种农药的基质匹配标准溶液 TIC 图(0.2 mg/L)

Fig. 1 TIC chromatograms of 9 pesticides (0.2 mg/L)

3.4.2 加标回收率

采用不含农残的大豆油为基质, 进行三个浓度水平的加标回收试验, 加标浓度分别为 0.05 mg/kg、0.1 mg/kg 和 0.2 mg/kg。按照本方法进行测定, 所得结果如表 6 所示, 各农药组分的回收率在 77.2%~107%之间, 相对标准偏差在 2.65%~7.52%之间, 表明方法准确度和重复性良好。

4 结 论

本工作成功利用气相色谱质谱-内标法测定了植物油中多种农药的残留量, 为植物油中农残的测定开发了一种专用方法。本方法准确度高、重复性好, 前处理无需特殊仪器, 且内标物的引入进一步降低了前处理的操作难度, 为方法的推广创造了更好的条件。

表 6 9 种农药的回收率和相对标准偏差($n=6$)Table 6 Recoveries and RSDs of the 9 pesticide ($n=6$)

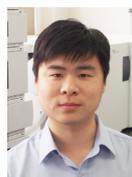
化合物	加标水平(mg/kg)	平均测得值(mg/kg)	回收率(%)	RSD(%)
氟乐灵	0.05	0.039	78.0	3.55
	0.1	0.0772	77.2	3.08
	0.2	0.190	95.0	2.84
甲拌磷	0.05	0.0452	90.4	5.76
	0.1	0.0820	82.0	3.50
	0.2	0.193	96.5	3.42
七氯	0.05	0.0448	89.6	6.98
	0.1	0.0792	79.2	5.94
	0.2	0.172	86.0	3.40
倍硫磷	0.05	0.0504	101	5.71
	0.1	0.0956	95.6	4.37
	0.2	0.206	103	2.65
反-氯丹	0.05	0.0468	93.6	4.10
	0.1	0.0820	82.0	3.58
	0.2	0.167	83.7	4.16
多效唑	0.05	0.0536	107	4.55
	0.1	0.104	104	3.61
	0.2	0.206	103	3.12
α -硫丹	0.05	0.0436	87.2	7.52
	0.1	0.0844	84.4	7.12
	0.2	0.172	86.0	4.26
顺-氯丹	0.05	0.0452	90.4	7.21
	0.1	0.0840	84.0	3.45
	0.2	0.176	88.0	3.15
β -硫丹	0.05	0.0512	102	6.53
	0.1	0.0890	89.0	6.45
	0.2	0.173	86.5	3.27

参考文献

- [1] 瞿春芳, 罗成玉. 凝胶渗透色谱净化、GC-FPD 测定食用植物油中 7 种有机磷农药[J]. 上海计量测试, 2011, (05): 10-13.
Qu CF, Luo CY. Determination of 7 organophosphorus pesticides in edible vegetable oil by GPC-GC-FPD [J]. Shanghai Measurement Testing, 2011, (5): 10-13.
- [2] 曾凡刚, 杨立新, 杨立伟. 凝胶渗透色谱净化-气相色谱法快速测定植物油中 4 种有机磷农药残留[J]. 农药, 2010, (2): 120-121.
Zeng FG, Yang LX, Yang LW. Fast determination of 4 organophosphorus pesticides in vegetable oil by GPC-GC [J]. Agrochemicals, 2010, (2): 120-121.
- [3] 吴凤琪, 靳保辉, 吴卫东, 等. 分散固相萃取-气相色谱串联质谱法同时测定食用植物油中的 8 种农药[J]. 中国油脂, 2014, (6): 95-97.
Wu FQ, Jin BH, Wu WD, *et al.* Determination of 8 pesticide residues in edible vegetable oil by gas chromatography-tandem mass spectrometry combined with dispersive solid phase extraction [J]. China Oils Fats, 2014, (6): 95-97.
- [4] 吴丽华. 固相萃取-气相色谱法测定植物油中多种拟除虫菊酯类农药残留的方法探讨[J]. 粮食与食品工业, 2013, (2): 62-67.
Wu LH. Study on the methods for determination of various pyrethroid residue in vegetable oil by solid phase extraction-gas chromatography [J]. Cereal Food Ind, 2013, (2): 62-67.
- [5] Musshoff F, Junker H, Madea B. Simple determination of 22 organophosphorus pesticides in human blood using headspace solid-phase microextraction and gas chromatography with mass spectrometric detection [J]. J Chromatographic Sci, 2002, 40(1): 29-39.
- [6] 阮华, 荣维广, 宋宁慧, 等. QuEChERS-在线凝胶色谱-气相色谱-质谱法测定植物油中 34 种农药残留[J]. 分析化学, 2014, (8): 1110-1116.
Ruan H, Rong WG, Song NH, *et al.* Determination of 34 pesticide residues in vegetable oil using QuEChERS-on-line gel permeation chromatography coupled with gas chromatography-mass spectrometry [J]. Chin J Anal Chem, 2014, (8): 1110-1116.
- [7] 吴卫东, 吴凤琪, 万志刚, 等. 在线凝胶渗透色谱-串联气相色谱法测定植物油和猪肉中 55 种农药残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2014, 5(11): 3400-3409.
Wu WD, Wu FQ, Wan ZG, *et al.* Determination of 55 pesticide residues in vegetable oil and animal tissues using on-line gel permeation chromatography coupled with gas chromatography-mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2014, 5(11): 3400-3409.
- [8] 乙小娟, 朱加叶, 丁萍, 等. 高效液相色谱法快速测定大米中的 4 种烟碱农药残留量[J]. 食品科学, 2011, (6): 169-172.
Yi XJ, Zhu JY, Ding P, *et al.* Determination of neonicotinoid residues in rice by HPLC [J]. Food Sci, 2011, (6): 169-172.
- [9] Anastassiades M, Lehotay SJ, Stajnbaher D. Fast and easy multiresidue method employing acetonitrile extraction/partitioning and dispersive solid-phase extraction for the determination of pesticide residues in produce[J]. J AOAC Int, 2003, 86: 412-431.
- [10] Pihlstrom T. Pressurised fluid extraction(PFE) as an alternative general method for the determination of pesticide residues in rape seed [J]. Analyst, 2002, 127: 554-559.
- [11] 郭岚, 谢明勇, 鄢爱平, 等. GPC-GC-MS 对食用植物油中多种类型农药残留的同步测定[J]. 分析测试学报, 2009, 28(1): 67-71.
Guo L, Xie MY, Yan AP, *et al.* Simultaneous determination of multi-types of pesticide residues in edible vegetable oils by GPC-GC-MS method [J]. J Instrum Anal, 2009, 28(1): 67-71.
- [12] 傅武胜, 严小波, 吕华东, 等. 气相色谱/质谱法测定植物油中脂肪酸氯丙醇酯[J]. 分析化学, 2012, (9): 1329-1335.
Fu WS, Yan XB, Lv HD, *et al.* Determination of 3-chloropropane esters and 2-chloropropane-1,3-diol esters in vegetable oils by gas chromatography-mass spectrometry [J]. Chin J Anal Chem, 2012, (9): 1329-1335.
- [13] 王建华, 郭翠, 庞国芳, 等. GPC 净化-同位素稀释内标定量 GC-MS 对植物油中多环芳烃的测定[J]. 分析测试学报, 2009, 28(3): 267-271.
Wang JH, Guo C, Pang GF, *et al.* Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons(PAHS) in vegetable oil samples by gel permeation chromatography purification-gas chromatography-mass spectrometry based on an isotope dilution approach [J]. J Instrum Anal, 2009, 28(3): 267-271.
- [14] 鲍忠定, 许荣年, 张颂红. 毛细管气相色谱法测定油中植物甾醇和胆固醇[J]. 分析化学, 2002, 30(12): 1490-1493.
Bao ZD, Xu RN, Zhang SH. Determination of phytosterol and cholesterol in oil by capillary gas chromatography [J]. Chin J Anal Chem, 2002, 30(12): 1490-1493.
- [15] 唐孝鹏, 苏敏, 张玉良, 等. 油脂中花生四烯酸含量测定[J]. 食品工业科技, 2011, (12): 465-467.
Tang XP, Su M, Zhang YL, *et al.* Determination of the arachidonic acid in oil [J]. Sci Technol Food Ind, 2011, (12): 465-467.

(责任编辑: 白洪健)

作者简介



顾强, 博士, 工程师, 主要研究方向为食品安全检测。

E-mail: respro@163.com