

# 超临界色谱串联质谱法测定橄榄油中 维生素E含量的研究

冯鑫, 别玮, 郝欣, 韩深\*

(北京出入境检验检疫局, 100026)

**摘要:** **目的** 建立运用超临界色谱串联质谱法同时测定橄榄油中4种生育酚和4种生育三烯酚含量的方法, 并比较不同产地的特级初榨橄榄油中8种生育酚类化合物的含量差异。**方法** 运用超临界色谱将橄榄油中多种生育酚和生育三烯酚分离, 用三重四极杆质谱进行定性和定量分析, 通过线性范围、回归系数、加标回收率等指标评价方法的准确性和可靠性。通过运用两个独立样本间的  $t$  检验的方法计算西班牙产和意大利产的特级初榨橄榄油中8种生育酚类化合物浓度的差异。**结果** 4种生育酚和4种生育三烯酚的浓度在0.10~100.0 mg/L范围内与峰面积呈良好线性关系, 线性回归系数( $r^2$ )均大于0.99, 加标回收率81.0%~108.3%之间。西班牙产和意大利产的特级初榨橄榄油中, 未检出 $\beta$ -生育三烯酚、 $\gamma$ -生育三烯酚和 $\delta$ -生育三烯酚; 两地产橄榄油的 $\alpha$ -生育酚、 $\beta$ -生育酚和 $\delta$ -生育酚的含量无统计学差异( $P>0.05$ ); 两地产橄榄油中 $\gamma$ -生育酚浓度有统计学差异( $P<0.05$ )。**结论** 运用超临界色谱串联质谱法可将橄榄油中4种生育酚和4种生育三烯酚完全分离, 方法准确、可靠。意大利产和西班牙产特级初榨橄榄油中 $\gamma$ -生育酚含量不同, 可作为鉴定原产地的依据之一。

**关键词:** 生育酚; 生育三烯酚; 超临界色谱; 质谱法

## Determination of vitamin E in olive oil by supercritical fluid chromatography tandem mass spectrometry

FENG Xin, BIE Wei, HAO Xin, HAN Shen\*

(Beijing Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Beijing 100026, China)

**ABSTRACT: Objective** To establish a method for simultaneous determination of 4 kinds of tocopherols and 4 kinds of tocotrienols in Italian and Spanish olive oil by supercritical fluid chromatography tandem mass spectrometry (SFC-MS), and compare the content difference of 8 kinds of phenolic compounds of different regions of extra virgin olive oil. **Methods** Tocopherols and tocotrienols in olive oil were separated by SFC. Qualitative and quantitative analysis were both completed by triple quadrupole mass spectrometry. The accuracy and reliability of the method was calculated by range of linearity, coefficient of regression and sample added recovery. The concentration of all kinds of tocopherols and tocotrienols in Italian and Spanish olive oil were tested by  $t$  test. **Results** The concentration of tocopherol and tocotrienol at the range of 0.10 to 100.0 mg/L had a good linearity with the peak area, coefficient of regression was higher than 0.99, and recoveries was 81.0%~108.3%.  $\beta$ -tocotrienol,  $\gamma$ -tocotrienol and  $\delta$ -tocotrienol could not be detected in Italian and Spanish olive oil. The concentration of  $\alpha$ -tocopherol,  $\beta$ -tocopherol and  $\delta$ -tocopherol had no significant difference ( $P>0.05$ )

\*通讯作者: 韩深, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: Hansh@bjciq.gov.cn

\*Corresponding author: HAN Shen, Bachelor, Senior Engineer, Beijing Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, No. 6, Tianshuiyuan Street, Chaoyang District, Beijing 100026, China. E-mail: Hansh@bjciq.gov.cn

between Italian and Spanish olive oil, while significant difference could be found in  $\gamma$ -tocopherol ( $P < 0.05$ ).

**Conclusion** Four kinds of tocopherols and 4 kinds of tocotrienols in olive oil can be separated completely by SFC-MS. The concentration of  $\gamma$ -tocopherol in Italian and Spanish olive oil is different and this conclusion can be regard as an evidence of origin.

**KEY WORDS:** tocopherol; tocotrienol; supercritical fluid chromatography; mass spectrography

## 1 引言

橄榄油是由新鲜的油橄榄树果实制成的油脂,其营养价值丰富,含有较多的亚油酸、天然维生素 E 等营养物质<sup>[1]</sup>,因此有“食用植物油皇后”的美誉<sup>[2]</sup>。相关研究分析表明,橄榄油具有降血脂、预防冠心病和癌症的发生等功能<sup>[3]</sup>。根据 GB 23347-2009《橄榄油油橄榄果渣油》<sup>[4]</sup>,橄榄油可分为初榨橄榄油、精炼橄榄油和混合橄榄油 3 种类型。其中初榨橄榄油采用直接机械压榨等物理方式直接从油橄榄中提取油品,不经加热和化学处理,因此保留了果实中的主要营养成分<sup>[5]</sup>,营养价值最高。海关信息数据统计表明,我国橄榄油的进口量逐渐攀升,2014 年橄榄油进口量高达 3 万余吨,货值 1.4 亿美元左右。大量进口和消费的同时也使得橄榄油市场出现了掺杂使假、以次充好、标签混乱等相关问题<sup>[6]</sup>。为了杜绝上述问题,急需建立一套快速、准确的方法对橄榄油的品质进行检测和判断。天然维生素 E 作为橄榄油中重要的营养物质,也在一定程度上决定了橄榄油的营养价值。

天然维生素 E 是指含苯并二氢吡喃结构,是生育酚(tocopherol)和生育三烯酚(tocotrienol)以及具有 *D*- $\alpha$ -生育酚生理活性的衍生物的总称。目前植物油中已知有 4 种生育酚( $\alpha$ 、 $\beta$ 、 $\gamma$ 、 $\delta$ )和 4 种生育三烯酚( $\alpha$ 、 $\beta$ 、 $\gamma$ 、 $\delta$ ),其化学结构示意图如图 1 和表 1 所示。

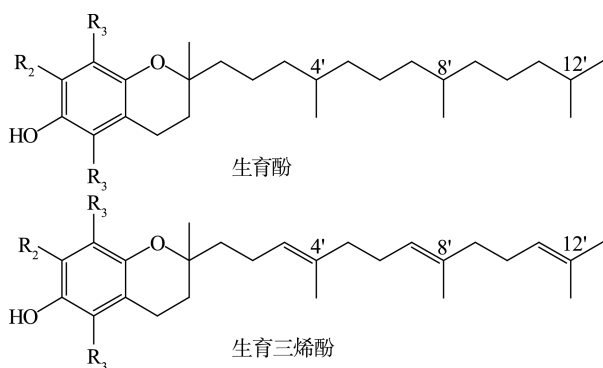


图 1 生育酚与生育三烯酚的化学结构图

Fig. 1 Chemical structures of tocopherols and tocotrienols

表 1 生育酚和生育三烯酚的化学结构

Table 1 Chemical structures of tocopherols and tocotrienols

化合物	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	化合物	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>
$\alpha$ -生育酚	-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>3</sub>	$\alpha$ -生育三烯酚	-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>3</sub>
$\beta$ -生育酚	-CH <sub>3</sub>	-H	-CH <sub>3</sub>	$\beta$ -生育三烯酚	-CH <sub>3</sub>	-H	-CH <sub>3</sub>
$\gamma$ -生育酚	-H	-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>3</sub>	$\gamma$ -生育三烯酚	-H	-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>3</sub>
$\delta$ -生育酚	-H	-H	-CH <sub>3</sub>	$\delta$ -生育三烯酚	-H	-H	-CH <sub>3</sub>

近年来,关于橄榄油中天然维生素 E 含量的检测方法主要包括液相色谱法<sup>[7,8]</sup>、气相色谱/气相色谱-质谱联用法<sup>[9,10]</sup>、电化学法<sup>[11]</sup>、荧光分析法<sup>[12]</sup>和分光光度法<sup>[13]</sup>等。我国 GB/T26635-2011《动植物油脂生育酚及生育三烯酚含量测定高效液相色谱法》采用液相色谱法进行检测,但该方法存在着检测时间较长,并不利于大批量样品的检测;无法完全分离和检测  $\gamma$ -生育酚和  $\beta$ -生育三烯酚;采用的流动相含有对人体有刺激性、毒性的有机溶剂等问题。

超临界色谱作为新发展和完善的新技术,既可分析气相色谱不适应的高沸点、低挥发性样品,又比高效液相色谱有更快的分析速度和条件,能与多种类型检测器相匹配,扩大了其应用范围和分类能力,且在串联质谱后可以在定性、定量方面有较大的选择范围。有学者利用超临界色谱分析了油脂中生育酚含量<sup>[14,15]</sup>,但鲜见运用超临界色谱法同时分析油脂中生育酚和生育三烯酚的研究报道,故本研究建立一种超临界色谱串联质谱的方法对橄榄油中的生育酚和生育三烯酚含量进行检测。并且利用已建立的方法对我国橄榄油市场上占有很大份额的西班牙产和意大利产橄榄油<sup>[16]</sup>进行检测,探索生产时间相近的上述 2 个产地橄榄油的营养成分中生育酚和生育三烯酚含量是否存在产地差异。

## 2 材料及方法

### 2.1 材料与试剂

实验所用的橄榄油共 25 支,分别为来自西班牙

产地的 17 支特级初榨橄榄油和意大利产地的 8 支特级初榨橄榄油, 这些橄榄油样均由北京出入境检验检疫局提供。以上样品对于原产地的信息有足够的真实性, 置于冷藏柜冷藏待用。

甲醇、正己烷均为色谱纯, 购于美国 Fisher 公司; 实验用水是经 Milli-Q 净化系统过滤的超纯水(电阻率 18.2 MΩ)。

维生素 E 标准品:  $\alpha$ -生育酚购自于 Sigma 公司,  $\beta$ -生育酚、 $\gamma$ -生育酚、 $\delta$ -生育酚、 $\alpha$ -生育三烯酚、 $\beta$ -生育三烯酚、 $\gamma$ -生育三烯酚和  $\delta$ -生育三烯酚购自于百灵威公司(J&K)。

## 2.2 仪器与设备

Agilent 1260 系列超临界色谱-Agilent 6460 三重四级杆质谱联用仪(SFC-MS/MS)(美国安捷伦科技公司); Sartorius 1-14 离心机(美国 Sigma 公司); Milli-Q 净化系统(美国 Millipore 公司); 0.2  $\mu\text{m}$  微孔滤膜(英国 Whatman 公司); UV-1800 紫外分光光度计(日本岛津公司)。

## 2.3 标准储备液的制备

依次分别精确称取 0.010 g 生育酚类化合物, 分别加入正己烷溶解并定容至 10 mL, 得到上述 8 种生育酚类化合物的标准储备液, 浓度均为 0.001 g/mL,  $-4\text{ }^{\circ}\text{C}$  保存。

## 2.4 标准工作液的配制

分别移取  $\alpha$ -、 $\beta$ -、 $\gamma$ -、 $\delta$ -生育酚,  $\alpha$ -、 $\beta$ -、 $\gamma$ -、 $\delta$ -生育三烯酚标准储备液 1  $\mu\text{L}$  于 10 mL 容量瓶用正己烷定容至刻度, 得到 100 mg/L 的 8 种生育酚类化合物混合溶液, 再分别移取于 0.01、0.05、0.1、0.5、1、2.5、5 mL 于 10 mL 容量瓶中, 得到稀释为 0.10、0.50、1.00、5.00、10.00、25.00、50.00、100.00 mg/L 的标准工作溶液。该工作液当日配制。

## 2.5 样品前处理方法

取 2.00 g 橄榄油于 10 mL 玻璃离心管中, 加入正己烷定容至 10 mL。涡旋 2 min 混匀, 超声 15 min, 3000 r/min 离心 5 min, 取 1 mL 上清液经 0.2  $\mu\text{m}$  微孔滤膜过滤后, 滤液供 SFC-MS/MS 分析。

## 2.6 超临界色谱参数

分析柱: Zorbax RX-SIL 柱(2.1 mm $\times$ 100 mm, 1.8  $\mu\text{m}$ ); 检测波长: 295 nm; 进样量: 5  $\mu\text{L}$ ; 流速: 2.0

mL/min; 柱温: 45.0  $^{\circ}\text{C}$ ; 流动相: A:B— $\text{CO}_2$ :甲醇, 梯度洗脱。洗脱条件见表 2。

表 2 超临界色谱检测橄榄油中维生素 E 含量的梯度洗脱条件

	时间(min)	A	B
1	1.5	95%	5%
2	2	95%	5%
3	3	60%	40%
4	4	60%	40%
5	4.1	98%	2%

## 2.7 质谱分析参数

电离方式: APCI; 检测方式: MRM; 毛细管电压: 3.00 kV; 干燥气流速: 5 L/min; 干燥气温度: 350  $^{\circ}\text{C}$ ; 雾化器压力: 60 psi; 保留时间、定量离子对和定性离子对见表 3。

表 3 4 种生育酚和 4 种生育三烯酚的参考保留时间及定量离子对和定性离子对

组分	保留时间(min)	定量离子对	定性离子对
$\alpha$ -生育酚	0.905	431.4>165.1	431.4>165.1
			431.4>96.7
$\beta$ -生育酚	1.047	416.3>151.1	416.3>151.1
			416.3>96.7
$\gamma$ -生育酚	1.167	416.3>151.1	416.3>151.1
			416.3>96.7
$\delta$ -生育酚	1.259	403.3>137.1	403.3>137.1
			403.3>96.7
$\alpha$ -生育三烯酚	1.352	425.3>165.1	425.3>165.1
			425.3>96.7
$\beta$ -生育三烯酚	1.429	411.3>151.1	411.3>151.1
			411.3>96.7
$\gamma$ -生育三烯酚	1.425	411.3>151.1	411.3>151.1
			411.3>96.7
$\delta$ -生育三烯酚	1.607	397.3>137.1	397.3>137.1
			397.3>96.7

## 2.8 数据处理软件

数据采集: Agilent MassHunter Software Ver. B.05.00(Agilent Technologies, USA); 质谱数据处理: Mass Profiler Professional Ver. 12.5(Agilent Technologies, USA); 作图软件: SigmaPlot 10.0。实验所得数据采用 SPSS 16.0 软件分析。

## 3 结果与分析

### 3.1 多反应监测图

质谱多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM)技术作为一种质谱检测的分析方法, 具有特异性强、灵敏度高、准确度高、重现性好、线性动态范围宽、自动化高通量的突出优点。运用多反应检测技术可在 3 min 时间内实现 4 种生育酚和 4 种生育三烯酚的完全分离和检测。各生育酚和生育三烯酚多反应

检测图见图 2。

### 3.2 工作曲线、回归系数和线性范围

在优化条件下, 考察了 4 种生育酚和 4 种生育三烯酚的线性关系。结果显示, 4 种生育酚和 4 种生育三烯酚的质量浓度在 0.1~100 mg/L 范围内与其峰面积呈良好线性关系, 回归系数( $r^2$ )大于 0.99。相关结果见表 4。

### 3.3 回收率和精确度

选取意大利、西班牙产的橄榄油各 1 瓶, 分别添加一定量的  $\alpha$ -、 $\beta$ -、 $\gamma$ -、 $\delta$ -生育酚和  $\alpha$ -、 $\beta$ -、 $\gamma$ -、 $\delta$ -生育三烯酚的标准溶液, 进行 3 个水平的加标回收率测定, 每一加标水平平行测定 5 次, 考察方法的回收率和相对标准偏差, 同时做样品空白实验。结果表明, 不同样品在不同加标水平下的回收率较稳定。加标回收率和相对标准偏差见表 5。

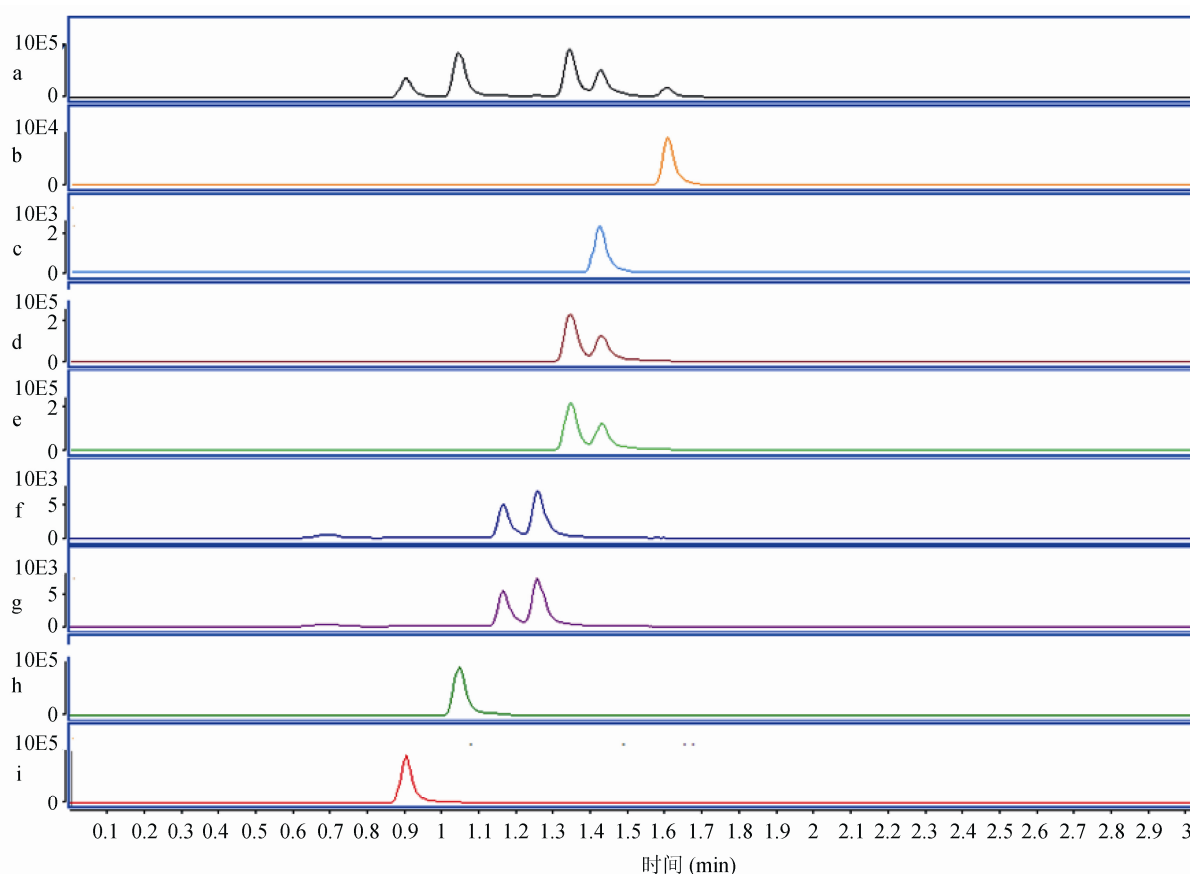


图 2 4 种生育酚和 4 种生育三烯酚标准品(浓度为 50  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )的多反应监测图

Fig. 2 MRM of tocopherols and tocotrienols (50  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )

a: 总离子流; b:  $\delta$ -生育三烯酚; c:  $\delta$ -生育酚; d:  $\gamma$ -生育三烯酚; e:  $\beta$ -生育三烯酚; f:  $\gamma$ -生育酚; g:  $\beta$ -生育酚; h:  $\alpha$ -生育三烯酚; i:  $\alpha$ -生育酚  
a: total ion current; b:  $\delta$ -tocotrienols; c:  $\delta$ -tocopherols; d:  $\gamma$ -tocotrienols; e:  $\beta$ -tocotrienols; f:  $\gamma$ -tocopherols; g:  $\beta$ -tocopherols; h:  $\alpha$ -tocotrienols; i:  $\alpha$ -tocopherols

表 4 4 种生育酚和 4 种生育三烯酚的回归方程和回归系数  
Table 4 Regression equation and coefficient regression of tocopherols and tocotrienols

组分	回归方程	回归系数
$\alpha$ -生育酚	$Y=8145.99X-8691.44$	0.9980
$\beta$ -生育酚	$Y=395.59X-178.16$	0.9986
$\gamma$ -生育酚	$Y=715.23X+14.11$	0.9993
$\delta$ -生育酚	$Y=100.06X-51.97$	0.9991
$\alpha$ -生育三烯酚	$Y=17247.19X-25534.05$	0.9971
$\beta$ -生育三烯酚	$Y=16272.25X-10024.82$	0.9992
$\gamma$ -生育三烯酚	$Y=12018.16X-19961.48$	0.9952
$\delta$ -生育三烯酚	$Y=2980.40X-6643.80$	0.9923

表 5 4 种生育酚和 4 种生育三烯酚的加标回收率和相对标准偏差( $n=5$ )

Table 5 Recovery rate and RSD of tocopherols and tocotrienols ( $n=5$ )

生育酚	测定值 (mg/kg)	添加浓度 (mg/kg)	回收率范围 (%)	测定值 RSD (%)
$\alpha$ -生育酚	55.27	25	89.0~93.2	4.95
		50	87.2~95.2	8.23
		100	83.0~96.2	7.52
$\beta$ -生育酚	10	5	87.8~96.1	5.93
		10	91.1~96.8	8.89
		20	93.0~97.4	8.02
$\gamma$ -生育酚	17.87	10	86.7~97.3	4.38
		20	91.2~96.7	4.58
		50	92.0~108.6	3.08
$\delta$ -生育酚	6.57	5	86.0~95.2	9.46
		10	91.5~101.6	4.69
		20	93.2~97.3	5.36
$\alpha$ -生育三烯酚	6.54	5	89.0~93.2	7.95
		10	87.2~98.2	4.23
		20	90.0~106.2	5.52
$\beta$ -生育三烯酚	<0.5	5	87.8~96.1	6.93
		10	84.1~95.8	4.89
		20	93.0~97.4	9.02
$\gamma$ -生育三烯酚	<0.5	5	86.7~95.3	9.38
		10	91.2~103.6	5.58
		20	92.0~98.6	7.08
$\delta$ -生育三烯酚	<0.5	5	86.0~92.2	3.46
		10	91.5~99.6	8.69
		20	93.2~108.3	7.36

### 3.4 橄榄油检测结果

运用两个独立样本间均数比较的方法比较西班牙和意大利产橄榄油中生育酚和生育三烯酚含量的差异。当方差齐次时使用  $t$  检验, 若不齐, 则用校正  $t$  检验。表 6 为两国产橄榄油中 4 种生育酚和 4 种生育三烯酚的检测结果。结果显示, 在两国的橄榄油中均检出  $\beta$ -、 $\gamma$ -、 $\delta$ -生育三烯酚, 两国产橄榄油中  $\alpha$ -、 $\beta$ -、 $\delta$ -生育酚和  $\alpha$ -生育三烯酚含量无统计学差异 ( $P>0.05$ )。但是两国产橄榄油中  $\gamma$ -生育酚含量存在统计学差异 ( $P<0.05$ )。

表 6 西班牙产和意大利产特级初榨橄榄油中生育酚和生育三烯酚含量及  $P$  值

Table 6 The content of tocopherols and tocotrienols in Italian and Spanish olive oil and their  $P$ -value

	西班牙( $n=17$ )	意大利( $n=8$ )	$P$ 值
$\alpha$ -生育酚(mg/kg)	46.19±2.65	49.09±5.83	0.605
$\beta$ -生育酚(mg/kg)	10.80±0.51	11.93±1.10	0.373
$\gamma$ -生育酚(mg/kg)	17.96±0.73	13.02±1.91	0.007*
$\delta$ -生育酚(mg/kg)	8.73±0.99	6.58±1.10	0.199
$\alpha$ -生育三烯酚(mg/kg)	6.47±0.02	6.84±0.26	0.207

\*为  $P<0.05$ , 结果表示为: 平均数±标准差。

## 4 讨论

### 4.1 提取溶剂的选择

结合文献和  $\alpha$ -、 $\beta$ -、 $\gamma$ -、 $\delta$ -生育酚、 $\alpha$ -、 $\beta$ -、 $\gamma$ -、 $\delta$ -生育三烯酚的理化性质, 对正己烷、正己烷:异丙醇=98:2、甲醇这 3 种提取液进行考察, 主要评价这 3 种溶剂对橄榄油中目标化合物的提取效率。实验结果表明, 甲醇对生育酚类目标化合物的提取率仅为 75%, 正己烷及正己烷:异丙醇=98:2 这两种提取液的提取率均为 90%以上。因为正己烷取用方便, 无需配制, 所以选择正己烷作为提取溶剂。

### 4.2 色谱柱的选择

本实验比较了 Zorbax RX-SIL 硅胶柱、ACQUITY UPLC HSS PFP 柱和 Phenomenex Luna NH2 柱分离生育酚和生育三烯酚的异构体的效果。Phenomenex Luna NH2 柱的分离效果较差, 不适用于此类极性化合物的分离, ACQUITY UPLC HSS PFP 柱对生育三烯酚的分离不好。ORBAX RX-SIL 硅胶柱

表7 GB/T26635-2011 与本实验方法的差异  
Table 7 The difference between GB/T26635-2011 and this method

方法	样品前处理方法	色谱柱选择	流动相	检测方法
国标方法	正庚烷溶解	二醇基硅胶柱	四氢呋喃+正庚烷或二噁英正庚烷溶液等	质谱
本实验方法	正己烷溶解	Zorbax RX-SIL 柱	超临界二氧化碳+甲醇	紫外分光光度计

柱由高纯度(>99.995%) 多孔硅胶微球(孔径是固体硅胶微球之间的空隙)制成, 比其他类型硅胶更坚固的同时其酸性更低, 金属含量更少, 非常适合极性化合物的正相分离。因此本实验选择 Zorbax RX-SIL 硅胶柱。

### 4.3 流动相的选择

在诸多色谱条件中, 流动相的选择是分析方法研发的重点。本实验结合生育酚类化合物的理化性质考察了超临界色谱方法常用的3种流动相: 二氧化碳-甲醇、二氧化碳-乙腈和二氧化碳-异丙醇。参考8种生育酚类化合物的出峰时间和分离效果, 选择二氧化碳-甲醇作为流动相, 而另外两种流动相分离时间较长。为了使得测样品出峰完全并节省时间, 本实验使用梯度洗脱的方式。

### 4.4 与国标方法的对比本实验运用超临界色谱法对橄榄油的成分进行分离

超临界色谱技术以超临界流体为溶剂, 利用其高渗透性和高溶解能力来提取分离混合物的过程<sup>[19]</sup>。相对于国标方法, 超临界色谱特性有: (1)操作温度低, 能较好地分离热敏感性强、容易被氧化分解、破坏的成分<sup>[20]</sup>; (2)选择性强, 提取完全, 分析时间短、工艺简单<sup>[21]</sup>; (3)由于流动相使用超临界 CO<sub>2</sub>, 其安全无毒, 提供了惰性环境, 且可循环使用, 节约能源和资源<sup>[22]</sup>。本实验方法与国标方法的区别见表7。

## 5 结论

原产地是商品重要的属性之一, 决定了消费者对于产品形象的认知和市场规模<sup>[24]</sup>。冒用产地信息将扰乱产品市场, 给消费者带来错误信息和不良影响。本实验室运用超临界色谱串联质谱的方法建立了橄榄油中生育酚及生育三烯酚的检测方法并对两个主要橄榄油产地的特级初榨橄榄油中生育酚和生育三烯酚含量进行了检测并比较了相关差异性, 发现 $\gamma$ -生育酚的含量在不同产地的橄榄油中存在着统计学差异, 可作为鉴别橄榄油产地的主要依据之一。

## 参考文献

- [1] 潘盈伟, 于晏同, 刘增革, 等. 橄榄油活性成分的功能研究及加工技术的探讨[J]. 粮食与食品工业, 2013, 20(05): 13-16.  
Pan YW, Yu YT, Liu ZG, *et al.* Function research on bioactive constituents of olive oil and study on processing technology[J]. Cereal Food Ind, 2013, 20(05): 13-16.
- [2] 李玉印, 邓丛静, 张全洲. 优质橄榄油加工工艺技术初探[J]. 林产工业, 2014, 41(06): 37-39.  
Li YY, Deng CJ, Zhang QZ. Preliminary study of high-quality olive oil processing technology [J]. China Forest Prod Ind, 2014, 41(06): 37-39.
- [3] 李峰, 李登印. 橄榄油对高血脂大鼠降脂作用的研究[J]. 中国热带医学, 2007, 7(11): 2136-2137.  
Li F, Li DY. Study on the effect of olive oil on hyperlipidemia in model rats[J]. China Trop Med, 2007, 7(11): 2136-2137.
- [4] GB 23347-2009 橄榄油、油橄榄果渣油[S].  
GB 23347-2009 Olive oil, olea europaea and pomace olive oil [S].
- [5] 邓丛静, 于小飞, 陈军, 等. 橄榄油的加工工艺及品质评价[J]. 林产工业, 2011, 38(01): 62-63.  
Deng CJ, Yu XF, Chen J, *et al.* Processing technology and quality evaluation of olive oil [J]. China Forest Prod Ind, 2011, 38(01): 62-63.
- [6] 彭争光, 翟艳伟, 杨桦, 等. 进口橄榄油存在的主要问题及对策研究[J]. 粮食与食品工业, 2010, 17(06): 56-58.  
Peng ZG, Zhai YW, Yang H, *et al.* Study on existent problems and countermeasures of imported olive oil [J]. Cereal Food Ind, 2010, 17(06): 56-58.
- [7] Chen H, Angiuli M, Ferrari C, *et al.* Tocopherol speciation as first screening for the assessment of extra virgin olive oil quality by reversed-phase high-performance liquid chromatography/fluorescence detector [J]. Food Chem, 2011, 125(4): 1423-1429.
- [8] Cunha SC, Amaral JS, Fernandes JO, *et al.* Quantification of tocopherols and tocotrienols in portuguese olive oils using HPLC with three different detection systems [J]. J Agric Food Chem, 2006, 54(9): 3351-3356.
- [9] Durant AA, Dumont M, Narine SS. In situ silylation for the multicomponent analysis of canola oil by-products by gas chromatography-mass spectrometry[J]. Anal Chim Acta, 2006, 559(2):

- 227–233.
- [10] 吕建云, 孙丰霞, 耿越. 山茶油中 4 种功能性成分的测定[J]. 食品安全质量检测学报, 2014, 5(06): 1641–1646.  
Lv JY, Sun FX, Geng Y. Determination of four functional ingredients in camellia oil [J]. J Food Saf Qual, 2014, 5(06): 1641–1646.
- [11] Robledo SN, Zchetti VG, Zon MA, *et al.* Quantitative determination of tocopherols in edible vegetable oils using electrochemical ultra-microsensors combined with chemometric tools [J]. Talanta, 2013, 116: 964–971.
- [12] 郭健, 李敏, 孟妍. 测定食品中维生素 E 荧光分光光度法的探讨[J]. 中国卫生检验杂志, 2003, 13(03): 348–349.  
Guo J, Li M, Meng Y. Determination of vitamin E with fluorescence spectrophotometer [J]. Chin J Health Lab Technol, 2003, 13(03): 348–349.
- [13] 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(04): 47–49.  
Liu Y, Ding XL, Hu CY. Determination of natural vitamin E content with spectrophotometry [J]. Sci Technol Cereal Oil Food, 2005, 13(04): 47–49.
- [14] Davarnejad R, Ahmad Z, Sata SA, *et al.* Mutual solubility study in supercritical fluid extraction of tocopherols from crude palm oil using CO<sub>2</sub> solvent [J]. Int J Mol Sci, 2010, 11(10): 3649–3659.
- [15] Agostini F, Bertussi RA, Agostini G, *et al.* Supercritical extraction from vinification residues: fatty acids, alpha-tocopherol, and phenolic compounds in the oil seeds from different varieties of grape [J]. Sci World J, 2012. DOI: 10.1100/2012/790486.
- [16] 赵松子. 世界橄榄油市场格局及其对我国油茶产业的潜在影响[J]. 中国油脂, 2012, 37(10): 1–5.  
Zhao SZ. World olive oil market situation and its potential influence on *Camellia oleifera* industry at home [J]. China Oil Fat, 2012, 37(10): 1–5.
- [17] 张征, 徐春祥, 刘佳娣, 等. 正相超高压液相色谱法测定植物油中的维生素 E[J]. 中国粮油学报, 2012, (10): 109–112.  
Zhang Z, Xu CX, Liu JD, *et al.* Determination of vitamin E in vegetable oil by positive phase high pressure liquid chromatography [J]. J Chin Cereal Oil Assoc, 2012, (10): 109–112.
- [18] 胡曼玲. 卫生化学[M]. 北京: 人民卫生出版社, 2006.  
Hu ML. Sanitary chemistry [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 2006.
- [19] 刘志伟. 超临界流体萃取技术及其在食品工业中的研究进展[J]. 食品研究与开发, 2004, 25(02): 3–6.  
Liu ZW. The research progress of supercritical fluid extraction technique in food industry [J]. Food Res Dev, 2004, 25(02): 3–6.
- [20] 钱伯章. 绿色溶剂超临界 CO<sub>2</sub> 的应用[J]. 精细石油化工进展, 2010, 11(3): 56–58.  
Qian BZ. Application of environmental supercritical CO<sub>2</sub> [J]. Adv Fine Petrochem, 2010, 11(3): 56–58.
- [21] 李倩, 蒲彪. 超临界流体萃取技术在天然产物活性成分提取中的应用[J]. 食品与发酵科技, 2011, 47(3): 11–14, 27.  
Li Q, Pu B. Application of supercritical fluid extraction methods in the extraction and isolation of natural products [J]. Sichuan Food Ferment, 2011, 47(3): 11–14, 27.
- [22] 郑岚, 陈开勋. 超临界 CO<sub>2</sub> 技术的应用和发展新动向[J]. 石油化工, 2012, 41(05): 501–509.  
Zheng L, Chen KX. Application and development of supercritical CO<sub>2</sub> technology [J]. Petrochem Technol, 2012, 41(05): 501–509.
- [23] 王海忠, 赵平. 品牌原产地效应及其市场策略建议[J]. 中国工业经济, 2004, 01: 78–86.  
Wang HZ, Zhao P. Country of brand effect: An empirical study in china and its marketing managerial implications [J]. China Ind Econ, 2004, 01: 78–86.

(责任编辑: 杨翠娜)

## 作者简介



冯 鑫, 硕士研究生, 助理工程师, 主要研究方向为营养与食品卫生。  
E-mail: fengx@bjciq.gov.cn



韩 深, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全检测。  
E-mail: Hansh@bjciq.gov.cn