

# 国家标准方法在橄榄油 $\alpha$ -生育酚含量测定的应用

梁北梅\*, 祝芷琦, 李咏华, 温恺嘉, 唐顺之

(广州白云山汉方现代药业有限公司, 中药提取分离过程现代化国家工程研究中心,  
广东省药用脂质重点实验室, 广州 510240)

**摘要:** **目的** 探究反相高效液相色谱法和正相高效液相色谱法检测橄榄油  $\alpha$ -生育酚含量。**方法** 反相高效液相色谱法采用 C30 柱, 流动相甲醇/水梯度洗脱, 流速为 0.8 mL/min, 柱温为 20 °C, 紫外检测波长为 294 nm; 正相高效液相色谱法采用 Si120 硅胶色谱柱, 流动相为正己烷/1,4-二氧六环按(95:5), 流速为 0.8 mL/min, 柱温为 30 °C, 荧光检测激发波长为 294 nm, 发射波长为 328 nm。**结果** 反相色谱法测定  $\alpha$ -生育酚的线性范围为 2.00~60.00  $\mu\text{g/mL}$ , 定量限为 0.6  $\mu\text{g/mL}$ , 精密度(relative standard deviation, RSD)为 5.5, 回收率为 90%~106%, RSD 为 5.5%。正相色谱法测定  $\alpha$ -生育酚的线性范围 0.200~6.00  $\mu\text{g/mL}$ , 定量限为 0.014  $\mu\text{g/mL}$ , 精密度 RSD 为 1.8%, 回收率为 99%~104%, RSD 为 1.2%。**结论** 正相色谱简便、更快速、更灵敏、更准确, 更适合初榨橄榄油中  $\alpha$ -生育酚的定量测定。

**关键词:**  $\alpha$ -生育酚; 橄榄油; 高效液相色谱法

## Application of national standard method in the determination of alpha tocopherol in olive oil

LIANG Bei-Mei\*, ZHU Zhi-Qi, LI Yong-Hua, WEN Kai-Jia, TANG Shun-Zhi

(National Engineer Research Center for the Modernization of Extraction and Separation of Traditional Chinese Medicine, Guangzhou Hanfang Pharmaceutical Co., Ltd., Guangzhou 510240, China)

**ABSTRACT: Objective** To investigate the determination of  $\alpha$ -tocopherol content in olive oil by reversed phase-high-performance liquid chromatography (RP-HPLC) and normal phase-high-performance liquid chromatography (NP-HPLC). **Methods** RP-HPLC was performed on a C30 column with a gradient elution of methanol/water as mobile phase at a flow rate of 0.8 mL/min. The column temperature was set at 20 °C, and the UV detection wavelength was set at 294 nm. The NP-HPLC was performed on a Si120 silica gel column with n-hexane/1,4-dioxane (95:5) as mobile phase at a flow rate of 0.8 mL/min. The column temperature was set at 30 °C. The excitation wavelength and emission wavelength for fluorescence detection were 294 nm and 328 nm. **Results** The linear range of  $\alpha$ -tocopherol was 2.00–60.00  $\mu\text{g/mL}$ , the limit of quantification was 0.6  $\mu\text{g/mL}$ , the precision RSD was 5.5, the recoveries were 90%–105%, and the RSD was 5.5%. The linear range of  $\alpha$ -tocopherol was 0.200–6.00  $\mu\text{g/mL}$ , the limit of quantification was 0.014  $\mu\text{g/mL}$ , the precision RSD was 1.8%, the recoveries were 99%–103%, and the RSD was 1.2%. **Conclusion** RP-HPLC is simple, faster, more sensitive and more accurate. It is

基金项目: 国家重大新药创新制项目(2018ZX09721002-003)、广州市科技计划项目产学研协同创新专题(201802030002)

Fund: Supported by the National Major Scientific and Technological Special Project (2018ZX09721002-003), University and Research of Guangzhou Science and Technology Plan Project (201802030002)

\*通信作者: 梁北梅, 主管药师, 主要研究方向为药品、药用原辅料、保健食品质量研究。E-mail: Liangbm2007@163.com

\*Corresponding author: LIANG Bei-Mei, Pharmacist, National Engineer Research Center for the Modernization of Extraction and Separation of Traditional Chinese Medicine, Guangzhou Hanfang Pharmaceutical Co., Ltd., Guangzhou 510240, China. E-mail: Liangbm2007@163.com

more suitable for the quantitative determination of  $\alpha$ -tocopherol in virgin olive oil.

**KEY WORDS:**  $\alpha$ -tocopherol; olive oils; high performance liquid chromatography

## 0 引言

橄榄油是从油橄榄鲜果中提取出来的植物油, 是地中海饮食的重要组成部分。大量研究表明, 橄榄油对于降低心血管发病率, 预防肥胖、代谢综合征、II型糖尿病、认知功能衰退等具有重要作用<sup>[1]</sup>。橄榄油主要成分是油酸, 大概占 55%~83%, 属于  $\omega$ -9 单不饱和脂肪酸, 且含有亚油酸、亚麻酸等成分, 并含有较高含量的鲨烯、植物甾醇、生育酚、三萜类和酚类化合物, 橄榄油中含有丰富的抗氧化物质, 使橄榄油具有良好的抗氧化能力, 其中生育酚是一种油脂的天然抗氧化剂。在橄榄油中, 生育酚除了作为营养素外, 还作为一种抗氧化剂, 保护其他营养素如二十碳五烯酸(eicosapentaenoic acid, EPA)、二十二碳六烯酸(docosahexaenoic acid, DHA)等物质不被氧化。因此, 橄榄油中生育酚的含量是其质量的重要标准之一。

开发供注射用级别的精制橄榄油是通过多项工序精制而成, 可以满足多种橄榄油脂肪乳注射液的原料需求, 目前橄榄油脂肪乳代表品种有长链脂肪乳注射液、多种油脂脂肪乳注射液以及不同含量的橄榄油脂肪乳/氨基酸/葡萄糖注射液等。生育酚作为一种抗氧化剂, 精制橄榄油开发过程发现生育酚的含量变化对橄榄油的稳定性有很大影响, 因此分析原料初榨橄榄油中生育酚的含量是很必要的。天然维生素 E 主要有 8 种异构体, 为  $\alpha$ -、 $\beta$ -、 $\gamma$ -、 $\delta$ - 等相应生育酚和三烯酚<sup>[2]</sup>。通常情况下,  $\alpha$ -生育酚的生理活性最强,  $\beta$ - 和  $\gamma$ - 生育酚不及  $\alpha$ - 生育酚的一半活性,  $\delta$ - 生育酚几乎没有活性<sup>[3]</sup>。本研究从市场上购买多个厂家多个批号的初榨橄榄油原料, 检测其的生育酚含量大约在 0.01%~0.04%之间, 接近 90%是  $\alpha$ 型的生育酚, 所以本研究只考察初榨橄榄油中的  $\alpha$ -生育酚。目前, 关于生育酚定量测定方法主要有: 气相色谱法<sup>[4]</sup>、气相色谱-质谱法<sup>[5]</sup>、正相高效液相色谱法<sup>[6-8]</sup>、反相高效液相色谱法<sup>[9-13]</sup>。气相色谱法灵敏度较低, 气相色谱-质谱法暂时还没有大范围普及。高效液相色谱法具有快速、准确、灵敏度和精密度高等优点。食品安全国家标准 GB 5009.82—2016《食品安全国家标准 食品中维生素 A、D、E 测定》<sup>[14]</sup>测定食品中的维生素 E 有第一法反相高效液相色谱法和第二法正相高效液相色谱法, 但针对橄榄油中生育酚没有具体的含量测定方法, 本研究参考国家标准第一法和第二法对初榨橄榄油中  $\alpha$ -生育酚进行含量测定, 并进行方法学对比研究, 选择最优的  $\alpha$ -生育酚含量测定方法, 以期对日后测定初榨橄榄油原料  $\alpha$ -生育酚含量建立一个简便、快速、灵敏、准确的检测方法<sup>[15]</sup>。

## 1 材料与方法

### 1.1 实验仪器

e2695 高效液相色谱仪(带荧光检测器)(美国沃特世公司); Ap-225WD 分析天平(日本岛津公司); UV-2550 紫外分光光度计(日本岛津公司); KQ-500DE 数控超声仪(昆山舒美超声仪器有限公司); SHZ-B 水浴恒温振荡器(上海博迅医疗生物仪器股份有限公司)。

### 1.2 试剂与试药

$\alpha$ -生育酚标准品(批号: LRAB6618, 纯度: 96.9%, 美国 Sigma-Aldrich 公司);  $\beta$ -生育酚标准品(批号: LRAC1715, 纯度>98%, 美国 Sigma-Aldrich);  $\gamma$ -生育酚标准品(批号: SLBX7738, 纯度: 97%, 美国 Sigma-Aldrich 公司);  $\theta$ -生育酚标准品(批号: T0800050, 纯度>90.0%, 上海安谱公司); 初榨橄榄油样品(批号: 20171205, 陇南市祥宇橄榄油开发有限公司)。

甲醇(成都科隆化学品有限公司); 正己烷(美国 Sigma-Aldrich 公司); 1, 4 二氧六环(色谱纯)、无水乙醇(成都科隆化学品有限公司); 石油醚、乙醚、抗坏血酸、BHT(分析纯, 广州化学试剂厂); 氢氧化钾(分析纯, 衡阳市有机化学试剂厂); 无水硫酸钠(分析纯, 成都科隆化学品有限公司)。

### 1.3 色谱条件

#### 1.3.1 第一法色谱条件

色谱柱为 Athena C30 (250 mm×4.6 mm, 5  $\mu$ m); 柱温为 20  $^{\circ}$ C; 紫外检测器波长: 294 nm; 流动相 A 为水, 流动相 B 为甲醇; 流速为 0.8 mL/min; 进样量为 10  $\mu$ L 洗脱梯度见表 1。

表 1 梯度洗脱表  
Table 1 Gradient elution conditions

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0.0	4	96
13.0	4	96
20.0	0	100
24.0	0	100
24.5	4	96
30.0	4	96

### 1.3.2 第二法色谱条件

色谱柱为 Sepax HP-Silica 硅胶色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm); 柱温为 30 °C; 荧光检测激发波长为 294 nm, 发射波长为 328 nm; 流动相为正己烷/1,4 二氧六环按 (95:5, V:V); 流速为 0.8 mL/min; 进样量为 10 μL。

## 1.4 样品溶液制备

### 1.4.1 第一法样品溶液制备

#### (1)皂化

称取 0.5 g 初榨橄榄油(准确到 0.01 g)于 150 mL 平底烧瓶中, 加入 1.0 g 抗坏血酸和 0.1 g BHT, 混匀, 加入 30 mL 无水乙醇, 加入 20 mL 氢氧化钾溶液, 边加边振摇, 混匀后于 80 °C 恒温水浴振荡皂化 30 min, 皂化后立即用冷水冷却至室温。

#### (2)提取

将皂化液用 30 mL 水转入 250 mL 分液漏斗中, 加入 50 mL 石油醚-乙醚混合液, 振荡萃取 5 min, 将下层溶液转移至另一 250 mL 分液漏斗中, 加入 50 mL 的混合醚液再次萃取, 合并醚层。

洗涤: 用约 100 mL 水洗涤醚层, 约重复洗 3 次, 直至将醚层洗至中性, 去除下层水相。

浓缩: 将洗涤后的醚层经无水硫酸钠(约 3 g)虑入 250 mL 旋转蒸发瓶中, 于 40 °C 水浴减压蒸馏, 待瓶中剩下约 2 mL, 取下蒸发瓶, 立即用氮气吹至近干, 用甲醇分次转移至 10 mL 容量瓶中, 定容至刻度, 溶液过孔径为 0.22 μm 有机滤膜后于棕色进样瓶中供液相测定。

### 1.4.2 第二法样品溶液制备

准确称取 1 g 初榨橄榄油于 100 mL 的棕色容量瓶中, 加入 0.1 g BHT, 加入 50 mL 流动相, 超声波提取 30 min 后, 用流动相定容至刻度, 摇匀, 过孔径为 0.22 μm 有机滤膜后于棕色进样瓶中供液相测定。

## 1.5 标准溶液配制及工作曲线

### 1.5.1 第一法标准溶液配制

$\alpha$ -生育酚标准储备溶液(1.00 mg/mL): 分别称取  $\alpha$ -生育酚标准品各 50.0 mg(准确至 0.1 mg), 用无水乙醇溶解于 50 mL 容量瓶中, 定容至刻度, 此溶液浓度约为 1.00 mg/mL。将溶液转移至棕色试剂瓶中, 密封后, 在 -20 °C 下避光保存, 有效期 6 个月。临用前将溶液回温至 20 °C, 并进行浓度校正。

$\alpha$ -生育酚标准溶液中间液: 准确吸取  $\alpha$ -生育酚标准储备溶液各 2.00 mL 于 20 mL 容量瓶中, 用氮气吹除乙醇后, 用甲醇定容至刻度, 此溶液中  $\alpha$ -生育酚浓度为 100.00 μg/mL。密封后, 在 -20 °C 下避光保存, 有效期半个月。

$\alpha$ -生育酚标准系列工作溶液: 分别准确吸取  $\alpha$ -生育酚标准溶液中间液 0.20、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00 mL 于 10 mL 棕色容量瓶中, 用流动相定容至刻度, 该标准系

列中  $\alpha$ -生育酚质量浓度分别为 2.00、5.00、10.00、20.00、40.00、60.00 μg/mL。

### 1.5.2 第二法标准溶液配制

$\alpha$ -生育酚标准储备溶液(1.00 mg/mL): 分别称取  $\alpha$ -生育酚标准品各 50.0 mg(准确至 0.1 mg), 用无水乙醇溶解于 50 mL 容量瓶中, 定容至刻度, 此溶液浓度约为 1.00 mg/mL。将溶液转移至棕色试剂瓶中, 密封后, 在 -20 °C 下避光保存, 有效期 6 个月。临用前将溶液回温至 20 °C, 并进行浓度校正(校正方法参见附录 B)。

$\alpha$ -生育酚标准溶液中间液: 准确吸取  $\alpha$ -生育酚标准储备溶液各 1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中, 用氮气吹除乙醇后, 用流动相定容至刻度, 此溶液中  $\alpha$ -生育酚浓度为 10.00 μg/mL。密封后, 在 -20 °C 下避光保存, 有效期半个月。

$\alpha$ -生育酚标准系列工作溶液: 分别准确吸取  $\alpha$ -生育酚标准溶液中间液 0.20、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00 mL 于 10 mL 棕色容量瓶中, 用流动相定容至刻度, 该标准系列中  $\alpha$ -生育酚质量浓度分别为 0.20、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00 μg/mL。

### 1.5.3 标准曲线制作

2 种方法均采用外标法定量。将  $\alpha$ -生育酚标准系列工作溶液从低浓度到高浓度分别注入高效液相色谱仪中, 测定相应的峰面积。以峰面积为纵坐标, 标准溶液浓度为横坐标绘制标准曲线, 计算直线回归方程。

## 2 结果与分析

### 2.1 定量限对比

#### 2.1.1 第一法定量限

以 10 倍信噪比计算定量限,  $\alpha$ -生育酚定量限为 0.6 μg/mL, 当取样量为 0.5 g, 定容至 10 mL 时, 方法的  $\alpha$ -生育酚定量限为样品量的 0.0012%。

#### 2.1.2 第二法定量限

以 10 倍信噪比计算定量限,  $\alpha$ -生育酚定量限为 0.014 μg/mL, 当取样量为 1.0 g, 定容至 100 mL 时, 得到方法的  $\alpha$ -生育酚定量限为样品量的 0.00014%。

结果显示, 第二法  $\alpha$ -生育酚定量限响应值远远高于第一法, 油样中更低含量的  $\alpha$ -生育酚能被定量。

### 2.2 工作曲线及线性范围对比

按第一法“1.5.1”项下方法配制  $\alpha$ -生育酚标准系列工作溶液, 按“1.3.1”色谱条件分别进样 10 μL, 测定相应的峰面积(图 1)。另按第二法“1.5.2”项下方法配制另一  $\alpha$ -生育酚标准系列工作溶液, 按“1.3.2”色谱条件分别进样 10 μL, 测定相应的峰面积(图 2)。分别以峰面积为纵坐标, 标准溶液浓度为横坐标绘制标准曲线, 计算直线回归方程。线性范围、线性方程和相关系数见表 2。如表 2 结果所示, 第二法  $\alpha$ -生育酚线性关系第一法更好。

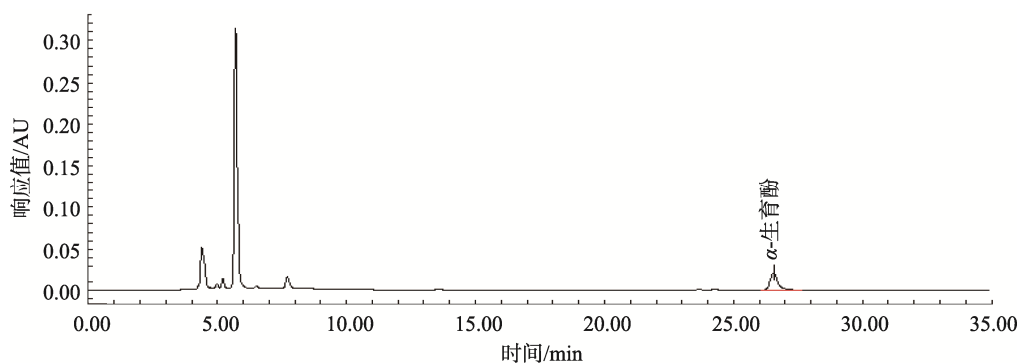


图 1 第一法样品色谱图

Fig.1 Chromatogram of the first method sample

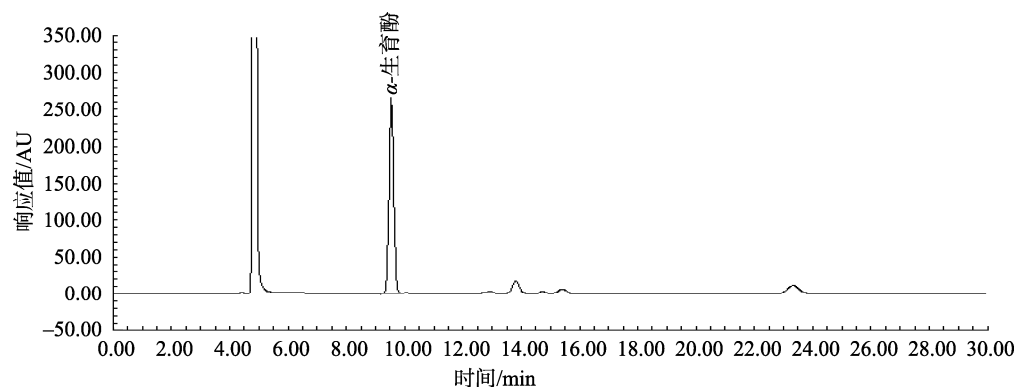


图 2 第二法样品色谱图

Fig.2 Chromatogram of the second method sample

表 2  $\alpha$ -生育酚标准曲线Table 2 Standard curve data of  $\alpha$ -tocopherol

方法	线性范围/ $(\mu\text{g}/\text{mL})$	线性方程	相关系数( $r$ )
第一法	2.00~60.00	$Y=5140.0394X-2105.052$	0.9982
第二法	0.20~6.00	$Y=12447511.2318X-579258.2191$	0.9999

## 2.3 精密度对比

### 2.3.1 重复性实验对比

取同一批(批号 20171205)供试品, 称定 6 份, 按“1.4.1”项下方法制备, 按“1.3.1”色谱条件进行测定。取同一批(批号 20171205)供试品, 称定 6 份, 按“1.4.2”项下方法制备, 按“1.3.2”色谱条件进行测定。计算 2 种方法测得初榨橄榄油中各  $\alpha$ -生育酚的含量。结果显示第一法测定初榨橄榄油中  $\alpha$ -生育酚的平均含量( $n=6$ )为 0.0254%, 相对标准偏差(RSD)为 6.0%, 第二法测定初榨橄榄油中  $\alpha$ -生育酚的平均含量( $n=6$ )为 0.0281%, 相对标准偏差(RSD)为 1.9%。重复性实验结果显示第二法  $\alpha$ -生育酚精密度比第一法更好(表 3、表 4)。

### 2.3.2 中间精密度试验对比

取同一批(批号 20171205)供试品, 于另一日由不同人员称定 6 份, 按“1.4.1”项下方法制备, 按“1.3.1”色谱条件进行测定。取同一批(批号 20171205)供试品, 于另一日由不同人员称定 6 份, 按“1.4.2”项下方法制备, 按“1.3.2”色谱条件进行测定。计算 2 种方法测得初榨橄榄油中各  $\alpha$ -生育酚的含量。结果显示第一法测定初榨橄榄油中  $\alpha$ -生育酚的平均含量( $n=12$ )为 0.0252%, 相对标准偏差(RSD)为 5.5%, 第二法测定初榨橄榄油中  $\alpha$ -生育酚的平均含量( $n=12$ )为 0.0282%, 相对标准偏差(RSD)为 1.8%。中间精密度实验结果对比显示第二法的重复性及中间精密度比第一法好(表 3、表 4)。

表 3 第一法重复性和中间精密度结果  
Table 3 Results of repeatability and precision of the first method

试验	序号	称样量/g	$\alpha$ -生育酚含量/%	平均值/%	RSD/%
重复性	1	0.52430	0.0254	0.0254(n=6)	6.0
	2	0.50938	0.0274		
	3	0.50712	0.0240		
	4	0.51138	0.0269		
	5	0.50609	0.0252		
	6	0.51111	0.0236		
中间精密度	1	0.50421	0.0239	0.0250(n=6)	5.4
	2	0.50847	0.0272		
	3	0.50892	0.0237		
	4	0.52060	0.0260		
	5	0.51402	0.0244		
	6	0.51006	0.0251		
平均值/(n=12)	/	/	0.0252	/	/
RSD/%	/	/	5.5	/	/

表 4 第二法重复性和中间精密度结果  
Table 4 Results of repeatability and precision of the second method

	序号	称样量/g	$\alpha$ -生育酚含量/%	平均值/%	RSD/%
重复性	1	1.00079	0.0284	0.0281(n=6)	1.9
	2	1.00595	0.0274		
	3	1.00020	0.0282		
	4	1.00255	0.0279		
	5	1.00077	0.0289		
	6	1.00366	0.0278		
中间精密度	1	1.00078	0.0279	0.0283(n=6)	1.8
	2	1.00005	0.0287		
	3	1.00051	0.0289		
	4	1.00045	0.0276		
	5	1.00032	0.0286		
	6	1.00171	0.0281		
平均值/(n=12)	/	/	0.0282	/	/
RSD%	/	/	1.8	/	/

## 2.4 回收率对比

### 2.4.1 第一法回收率实验

精密称取同一批(批号 20171205)供试品 9 份(测得  $\alpha$ -生育酚含量: 0.0254%)约 0.25 g, 置于 25 mL 容量瓶中, 分成 3 组, 每组 3 份, 各组分别精密加入生育酚的标准液( $\alpha$ -生育酚浓度: 12.86  $\mu\text{g/mL}$ )4.0、5.0、6.0 mL。按“1.4.1”项下方法制备, 按“1.3.1”色谱条件进行测定。实验测得本法  $\alpha$ -生育酚平均回收率分别为: 94.66%、92.33%、96.39%, RSD 分别为 6.1%、2.3%、7.9%, 结果见表 5。

### 2.4.2 第二法回收率实验

精密称取同一批(批号 20171205)供试品 9 份(测得  $\alpha$ -生育酚含量: 0.0281%)约 0.50 g, 置于 100 mL 容量瓶中, 分成 3 组, 每组 3 份, 各组分别精密加入生育酚的标准液( $\alpha$ -生育酚浓度: 28.29  $\mu\text{g/mL}$ )4.0、5.0、6.0 mL。按“1.4.2”项下方法制备, 按“1.3.2”色谱条件进行测定。实验测得本法  $\alpha$ -生育酚平均回收率分别为: 100.93%、102.42%、101.01%, RSD 分别为 1.5%、0.55%、1.2%, 结果见表 6。

表 5 第一法回收率结果  
Table 5 Results of recovery rate test of the first method

序号	称样量/g	已知量/ $\mu\text{g}$	加入量/ $\mu\text{g}$	测得量/ $\mu\text{g}$	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
80% - 1	0.25375	64.45	51.44	111.98	92.40		
80% - 2	0.25253	64.14	51.44	116.23	101.26		
80% - 3	0.2549	64.74	51.44	111.2	90.32		
100% - 1	0.25371	64.44	64.3	125.36	94.74		
100% - 2	0.25257	64.15	64.3	123.06	91.62	94.46	5.5
100% - 3	0.25234	64.09	64.3	122.36	90.62		
120% - 1	0.25231	64.09	77.16	145.21	105.13		
120% - 2	0.25137	63.85	77.16	134.12	91.07		
120% - 3	0.25149	63.88	77.16	135.62	92.98		

表 6 第二法回收率结果  
Table 6 Results of recoveries of the second method

序号	称样量/g	已知量/ $\mu\text{g}$	加入量/ $\mu\text{g}$	测得量/ $\mu\text{g}$	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
80% - 1	0.50575	142.12	113.16	254.33	99.16		
80% - 2	0.50253	141.21	113.16	256.38	101.78		
80% - 3	0.5049	141.88	113.16	257.12	101.84		
100% - 1	0.50531	141.99	141.45	286.32	102.03		
100% - 2	0.50257	141.22	141.45	287.01	103.07	101.45	1.2
100% - 3	0.50134	140.88	141.45	285.36	102.14		
120% - 1	0.50423	141.69	169.74	311.12	99.82		
120% - 2	0.50273	141.27	169.74	312.58	100.93		
120% - 3	0.50349	141.48	169.74	315.11	102.29		

如表 5、表 6 结果所示, 第二法  $\alpha$ -生育酚回收率比第一法更好。

## 3 结论

通过第一法和第二法定量限对比, 第二法正相高效液相色谱法采用荧光检测器进行检测灵敏度明显比第一法

反相高效液相色谱法紫外检测器的灵敏度高。第一法前处理采用皂化提取法提取油样中的  $\alpha$ -生育酚, 要经过提取、洗涤、浓缩等步骤, 前处理步骤较烦琐, 浪费时间和试剂, 对提取效率的影响因素多。而第二法前处理只需要超声或涡旋振荡提取, 操作比较简单, 影响因素较少。通过精密度和回收率实验对比, 明显第二法能有更好的重现性好,

准确度和精密性,第二法比第一法更简便、更快速、更灵敏、更准确,更适合初榨橄榄油中 $\alpha$ -生育酚的定量测定。

### 参考文献

- [1] PEREZ-JIMENE F, ALVAREZ DE CIENFUEGOS G, BADIMON L, *et al.* International conference on the healthy effect of virgin olive oil [J]. *Eur J Clin Invest*, 2005, 35: 421-424.
- [2] 李军生, 黄位明, 秦国梅, 等. 维生素 E 酯衍生物稳定性及其在食品中的应用研究[J]. *食品科学*, 2005, 26(8): 29-32.  
LI JS, HUANG WM, QIN GM, *et al.* Study on vitamin ester derivative's chemical stability and application in food products [J]. *Food Sci*, 2005, 26(8): 29-32.
- [3] SEPPANEN CM, SONG Q, CSALLANY AS. The antioxidant functions of tocopherol and tocotrienol homologues in oils, fats, and food systems [J]. *J Am Oil Chemists Soc*, 2010, 87(5): 469-481.
- [4] 王任, 吴鸳鸯, 程巧鹭, 等. 优化毛细管气相色谱法测定保健品中维生素 E 的含量[J]. *中国药师*, 2018, 21(9): 1686-1689.  
WANG R, WU YY, CHENG QY, *et al.* Optimization and determination of vitamin E in health products by capillary gas chromatography [J]. *China Pharmacist*, 2018, 21(9): 1686-1689.
- [5] 张喜金, 魏鲜娥, 蔡伟江, 等. 气相色谱-质谱法快速测定鱼油中的生育酚[J]. *食品安全质量检测学报*, 2017, 8(9): 3390-3395.  
ZHANG XJ, WEI XE, CAI WJ, *et al.* Rapid determination of tocopherol in fish oil by gas chromatography-mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2017, 8(9): 3390-3395.
- [6] 王石, 王继彤, 王燕妮, 等. 正相液相色谱法测定饲料添加剂天然维生素 E 中的生育酚和生育三烯酚的含量[J]. *动物营养学报*, 2019, 31(12): 5823-5833.  
WANG S, WANG JT, WANG YN, *et al.* Determination of tocopherol and tocotrienol contents in natural vitamin E of feed additive by normal phase liquid chromatography [J]. *Chin J Anim Nutr*, 2019, 31(12): 5823-5833.
- [7] 张东, 段章群, 李秀娟, 等. 正相高效液相色谱法同时测定芝麻油中生育酚、芝麻素及芝麻林素含量[J]. *中国油脂*, 2018, 43(5): 131-134.  
ZHANG D, DUAN ZQ, LI XJ, *et al.* Simultaneous determination of tocopherol, sesamin and sesamol in sesame oil by normal phase - high performance liquid chromatography [J]. *China Oils Fats*, 2018, 43(5): 131-134.
- [8] 张征, 徐春祥, 刘家娣, 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, 27(10): 109-112.  
ZHANG Z, XU CX, LIU JD, *et al.* Determination of vitamin E in edible plant oil by normal phase ultra performance liquid chromatography [J]. *J Chin Cereals Oils Association*, 2012, 27(10): 109-112.
- [9] 张竞, 王雪芹, 王倩, 等. 反相高效液相色谱法同时测定中成药保健食品中 4 种生育酚含量[J]. *中国药业*, 2019, 28(14): 29-31.  
ZHANG J, WANG XQ, WANG Q, *et al.* Simultaneous determination of four tocopherols in chinese patent medicine and functional food by RP-HPLC [J]. *China Pharm*, 2019, 28(14): 29-31.
- [10] 刘红河, 尹江伟, 仲岳桐, 等. HPLC-DAD 同时测定食品中维生素 A、D、E 研究[J]. *中国卫生检验杂志*, 2005, 15(9): 1047-1049.  
LIU HH, YUN JW, ZHONG YT, *et al.* Simultaneous determination of retinal and vitamin D and  $\alpha$ -tocopherol in food by HPLC with diode array detector [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2005, 15(9): 1047-1049.
- [11] 苏昭仑, 黄康惠, 张喜金, 等. 反相高效液相色谱法测定油类保健食品中混合生育酚[J]. *食品安全质量检测学报*, 2015, 6(8): 3115-3119.  
SU ZL, HUANG KH, ZHANG XJ, *et al.* Determination of mixed tocopherols in oil health food by reversed-phase high performance liquid chromatography [J]. *J Food Saf Qual*, 2015, 6(8): 3115-3119.
- [12] 刘怀永, 黄宏南, 华永有, 等. HPLC-PDA 法测定沙棘籽油软胶囊中 $\alpha$ -生育酚的含量[J]. *海峡药学*, 2014, 26(2): 1045-1047.  
LIU HY, HUANG HN, HUA YY, *et al.* Determination of  $\alpha$ -tocopherol in seabuckthorn seed oil soft capsules by HPLC-PDA [J]. *Strait Pharm J*, 2014, 26(2): 1045-1047.
- [13] 寇立娟, 李兰晓, 王明林, 等. 高效液相色谱-荧光检测法快速测定植物油中的 $\alpha$ -生育酚[J]. *中国油脂*, 2007, 32(4): 76-77.  
KOU LJ, LI LX, WANG ML, *et al.* Rapid determination of  $\alpha$ -tocopherols in vegetable oils by HPLC [J]. *China Oils Fats*, 2007, 32(4): 76-77.
- [14] GB 5009.82-2016 食品安全国家标准 食品中维生素 A、D、E 测定[S]. GB 5009.82-2016 National food safety standard-Determination of vitamin A, D and E in food [S].
- [15] 刘萍, 臧珊珊. 乳粉中 4 种生育酚的正相高效液相色谱荧光法含量测定[J]. *化学试剂*, 2020, 42(11): 229-234.  
LIU P, ZANG SS. Simultaneous determination of 4 tocopherol isomers in milk powder by normal phase high performance liquid chromatography with fluorometric detection [J]. *Chem Reagents*, 2020, 42(11): 229-234.

(责任编辑: 王欣)

### 作者简介



梁北梅, 主管药师, 主要研究方向为药品、药用原辅料、保健食品质量研究。  
E-mail: Liangbm2007@163.com