

超高效液相色谱-串联质谱同时测定植物油中 14 种营养成分

彭祖茂, 朱 丽*, 邓梦雅, 张协光, 郑裕辉

(深圳市计量质量检测研究院, 国家营养食品质量监督检验中心(广东), 广东 深圳 518109)

摘要:建立超高效液相色谱-串联质谱同时检测植物油中 4 种生育酚、4 种生育三烯酚、4 种植物甾醇、 β -胡萝卜素和角鲨烯等 14 种营养成分的方法。样品经皂化处理后,采用石油醚提取浓缩,用甲醇定容。采用 Poroshell 120 PFP 色谱柱(150 mm $\times$ 3.0 mm, 2.7 μ m)分离,以 0.1% (v/v) 甲酸水溶液和 0.1% (v/v) 甲酸甲醇溶液为流动相进行梯度洗脱,流速为 0.3 mL/min。采用大气压化学电离源、正离子模式,在选择反应监测模式下扫描。结果表明,14 种营养成分在 0.05~10.0 mg/L 范围内相关系数 $\geq 0.997 1$;在不同添加水平下,14 种营养成分的回收率为 80.7%~100.5%,相对标准偏差 $< 6.0\%$ ($n=6$);方法的检出限和定量限分别为 0.01~0.30 μ g/g 和 0.04~1.00 μ g/g。该法灵敏、准确,分析时间快,稳定性好,适用于植物油中 14 种营养成分的同时检测。

关键词:超高效液相色谱-串联质谱;维生素 E;植物甾醇; β -胡萝卜素;角鲨烯;植物油
中图分类号:O658 文献标识码:A 文章编号:1000-8713(2018)11-1140-07

Simultaneous determination of 14 nutrients in vegetable oils by ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

PENG Zumao, ZHU Li*, DENG Mengya, ZHANG Xieguang, ZHENG Yuhui

(Shenzhen Academy of Metrology and Quality Inspection, National Nutrition
Food Testing Center (Guangdong), Shenzhen 518109, China)

Abstract: A method for the simultaneous determination of four tocopherols, four tocotrienols, four phytosterols, β -carotene and squalene by ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UHPLC-MS/MS) was developed. After saponification, the samples were extracted with petroleum ether, and the extract solution was concentrated by rotary evaporation. The residue was dried under a N_2 atmosphere and dissolved with methanol. The 14 nutrients were separated on a Poroshell 120 PFP column (150 mm $\times$ 3.0 mm, 2.7 μ m) by gradient elution with 0.1% (v/v) formic acid aqueous solution and methanol containing 0.1% (v/v) formic acid as the mobile phases at a flow rate of 0.3 mL/min. The detection was performed using an atmospheric pressure chemical ionization (APCI)-mass spectrometer with selective reaction monitoring (SRM) in positive mode. The results were linear in the range of 0.05–10.0 mg/L for the 14 nutrients, and the correlation coefficients (r) were no less than 0.997 1. The average recoveries of the 14 nutrients in the vegetable oil samples ranged from 80.7% to 100.5% at three spiked levels, and the relative standard deviations (RSDs) were less than 6.0%. The limits of detection (LODs) ranged from 0.01 to 0.30 μ g/g. The limits of quantification (LOQs) were in the range of 0.04–1.00 μ g/g. The proposed method is sensitive, accurate, fast and stable, and is suitable for the simultaneous determination of the 14 nutrients in vegetable oil samples.

Key words: ultra high performance liquid chromatography-mass spectrometry (UHPLC-MS/MS); vitamin E; phytosterols; β -carotene; squalene; vegetable oil

收稿日期:2018-07-12

* 通讯联系人.Tel: (0755) 27528545, E-mail: foodtestzl@126.com.

基金项目: 广西高校中青年教师基础能力提升项目(2017KY1382).

Foundation item: Project of Improving the Basic Ability of Young and Middle-aged Scholars in Guangxi Colleges (No. 2017KY1382).

食用植物油是人们日常生活的必需品之一。在我国主要食用植物油有大豆油、菜籽油、花生油、玉米油、芝麻油、橄榄油、山茶油和亚麻籽油等。随着人们对营养膳食需求的提高,食用植物油的营养功能也备受关注^[1-3]。但是,人们对植物油中营养成分的了解更多停留在脂肪酸的组成上,对植物油中其他微量的营养成分知之甚少。市面上不同植物油的辨别也主要根据脂肪酸组成来区分^[4]。除脂肪酸外,植物油中还存在维生素 E、植物甾醇、角鲨烯、类胡萝卜素等营养成分^[5-7]。然而,向植物油中掺入其他少量廉价植物油也会存在脂肪酸组成合格的情况。因此,仅仅依靠脂肪酸组成来判断植物油是否为纯正植物油存在一定漏洞,给不法商家提供了掺假、掺伪的可乘之机。

维生素 E 包括生育酚(α -生育酚(α -T)、 β -生育酚(β -T)、 γ -生育酚(γ -T)、 δ -生育酚(δ -T))和生育三烯酚(α -生育三烯酚(α -T₃)、 β -生育三烯酚(β -T₃)、 γ -生育三烯酚(γ -T₃)和 δ -生育三烯酚(δ -T₃))。维生素 E 的主要检测方法有反相液相色谱法和正相液相色谱法^[8,9]。反相液相色谱法主要采用 C30 色谱柱或五氟苯基(PFP)色谱柱,以甲醇-水为流动相;而正相色谱法则采用硅胶柱,以正己烷等为流动相,但是稳定性较反相色谱法差,色谱柱使用寿命短。此外,气相色谱法^[10-12]也被用于食品中维生素 E 的检测。

植物甾醇是一类以环戊烷多氢菲为骨架的物质^[13],植物油中主要含有菜籽甾醇、菜油甾醇、 β -谷甾醇和豆甾醇,主要分离手段有薄层色谱法、气相色谱法、液相色谱法和高速逆流色谱法,同时结合紫外检测器和质谱检测手段,以实现不同甾醇的定性和定量分析^[14-16]。

β -胡萝卜素是一种类胡萝卜素,在 450 nm 处有较强吸收,高效液相色谱-紫外检测法和超高效液相色谱-质谱法是 β -胡萝卜素的主要检测方法^[17,18]。高效液相色谱法分析时间长,有机溶剂消耗大;超高效液相色谱-质谱法分析时间短,溶剂消耗少。

角鲨烯是一种全反式三萜烯化合物^[19],主要采用气相色谱法-氢火焰检测器法、气相色谱法-质谱法或高效液相色谱法检测,其中以气相色谱法分析最为普遍^[20-22]。

维生素 E、 β -胡萝卜素、植物甾醇和角鲨烯均属于不皂化物,可以建立一种快速、同步分析植物油中不同营养成分的高通量检测方法^[23-26]。但受色谱

柱或检测器的限制,已有分析的方法主要集中在分析维生素 E 中的 α -T,植物甾醇中的谷甾醇和豆甾醇。目前尚未有同时分析 8 种维生素 E、4 种植物甾醇、 β -胡萝卜素和角鲨烯的报道。本课题拟采用超高效液相色谱-串联质谱(UHPLC-MS/MS)技术,建立同步检测植物油中 8 种维生素 E、4 种植物甾醇、 β -胡萝卜素和角鲨烯共 14 营养成分含量的方法,旨在为食用植物油的溯源技术研究奠定基础,为相关企业、监督机构以及消费者提供技术依据。

1 实验部分

1.1 仪器、试剂与材料

Ultimate 3000 超高效液相色谱仪、TSQ Quattro 三重四极杆质谱仪(美国 Thermo Fisher 公司);Hei-VAP 旋转蒸发仪(德国 Heidolph 公司);Sartorius 万分之一电子天平(北京赛多利斯公司)。

标准品: α -T、 β -T、 γ -T、 δ -T(纯度 $\geq 98\%$,美国 Supelco 公司); α -T₃、 β -T₃、 γ -T₃和 δ -T₃(纯度 $\geq 98\%$)、 β -胡萝卜素(纯度 $\geq 97\%$)、角鲨烯(纯度 $\geq 99.0\%$)(美国 Sigma-Aldrich 公司);菜籽甾醇、菜油甾醇、豆甾醇和 β -谷甾醇(纯度 $\geq 98\%$,上海 Anpel 公司)。14 种标准品的结构式见图 1,用甲醇配制 14 种标准品的标准储备液,于 $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下保存。

甲醇、甲酸(色谱纯,德国 Merck 公司);无水乙醇(分析纯,上海凌峰化学试剂有限公司);氢氧化钾、无水硫酸钠、抗坏血酸和石油醚(分析纯,广州化学试剂厂)。

1.2 样品前处理

称取植物油样品 0.1 g(精确至 0.000 1 g),置于锥形瓶中,加入 2 g 抗坏血酸、10 mL 水,涡旋振荡摇匀,然后加入 30 mL 无水乙醇和 15 mL 50%(v/v)氢氧化钾水溶液,摇匀,于 $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ 皂化 1 h;冷却后,用 40 mL 石油醚萃取 3 次,合并提取液,用水洗涤至中性,将石油醚层转移至鸡心瓶中,旋至近干,氮气吹干后,用甲醇定容,过 $0.22\text{ }\mu\text{m}$ 有机滤膜,待分析。

1.3 色谱条件

色谱柱:Poroshell 120 PFP 柱($150\text{ mm}\times 3.0\text{ mm}$, $2.7\text{ }\mu\text{m}$);柱温: $30\text{ }^{\circ}\text{C}$;流动相:A 为 0.1%(v/v)甲酸水溶液,B 为 0.1%(v/v)甲酸甲醇溶液;流速: 0.3 mL/min 。梯度洗脱程序: $0\sim 1.0\text{ min}$,85%B $\sim$ 95%B; $1.0\sim 7.0\text{ min}$,95%B; $7.0\sim 12.5\text{ min}$,95%B $\sim$ 100%B; $12.5\sim 13.0\text{ min}$,100%B $\sim$

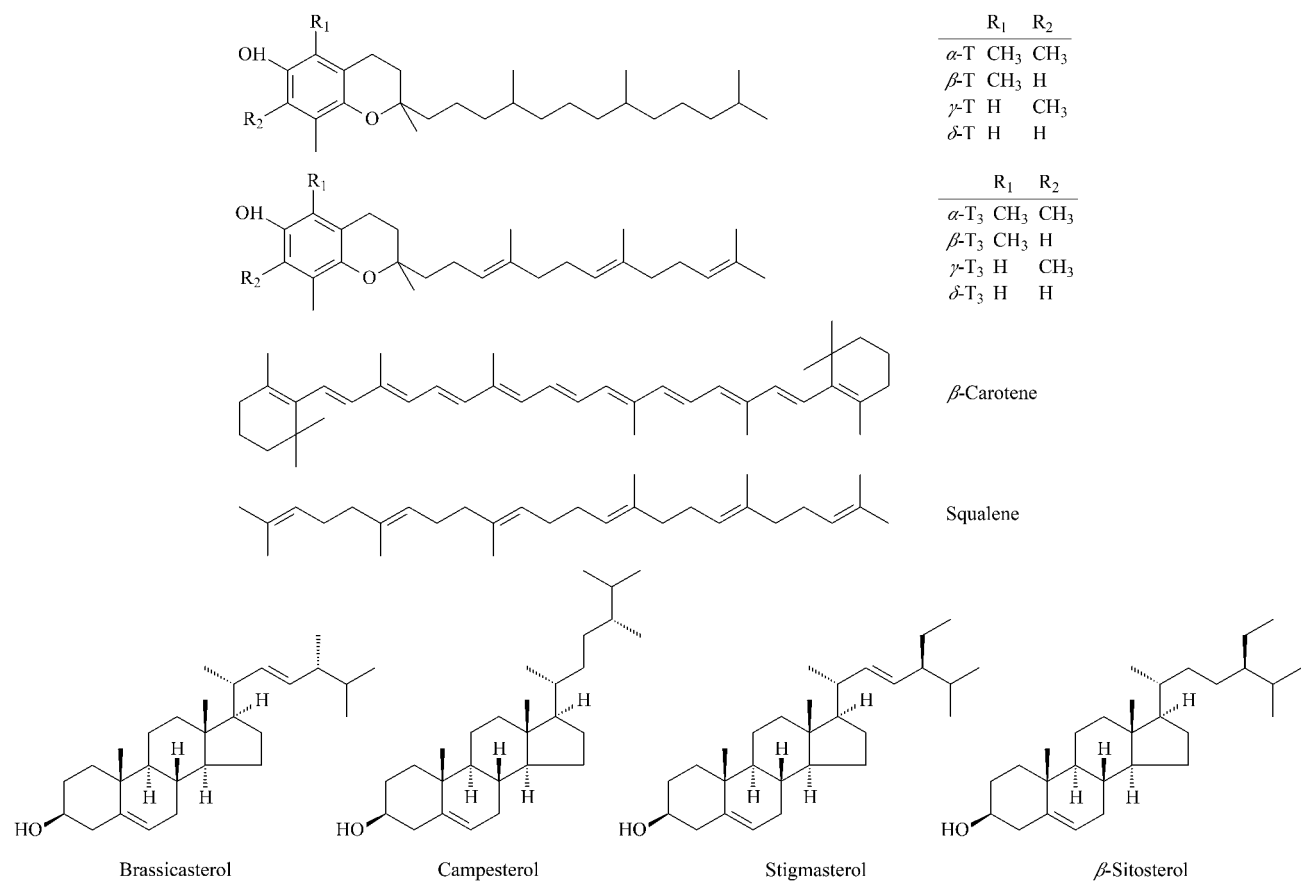


图 1 14 种营养成分的化学结构式

Fig. 1 Chemical structures of the 14 nutrients

α-, β-, γ- and δ-T: α-, β-, γ- and δ-tocopherol; α-, β-, γ- and δ-T₃: α-, β-, γ- and δ-tocotrienol.

85% B。进样量:5 μL。

1.4 质谱条件

离子源:大气压化学电离 (APCI) 源;离子模式:正离子模式;扫描方式:多反应监测 (SRM) 模式;离子源温度:300 ℃;离子传输管温度:300 ℃;充电电流:6 μA;鞘气 (N₂) 流速:9 L/min;辅助气 (N₂) 流速:1.5 L/min;吹扫气流速:0.6 L/min。14 种营养成分的质谱参数见表 1。

表 1 14 种营养成分的质谱参数

Table 1 MS parameters of the 14 nutrients

No.	Compound	Scan mode	Retention time/min	Parent ion (<i>m/z</i>)	Product ions (<i>m/z</i>)	Collision energy/V
1	α-T	[M+H] ⁺	6.41	431.3	165.1 [*] , 137.1	18.87
2	γ-T	[M+H] ⁺	6.15	417.3	151.1 [*] , 123.1	18.04
3	β-T	[M+H] ⁺	6.03	417.3	151.1 [*] , 123.1	12.92
4	δ-T	[M+H] ⁺	5.72	403.3	137.0 [*] , 109.0	17.35
5	α-T ₃	[M+H] ⁺	5.59	425.3	165.1 [*] , 205.1	19.21
6	γ-T ₃	[M+H] ⁺	5.40	411.2	151.1 [*] , 191.1	21.37
7	β-T ₃	[M+H] ⁺	5.27	411.2	151.1 [*] , 191.1	21.98
8	δ-T ₃	[M+H] ⁺	5.16	397.3	137.0 [*] , 191.1	24.33
9	β-carotene	[M+H] ⁺	10.92	537.3	177.1 [*] , 203.1	10.23
10	brassicasterol	[M+H-H ₂ O] ⁺	5.74	381.3	255.2 [*] , 297.2	10.23
11	campesterol	[M+H-H ₂ O] ⁺	6.02	383.3	161.1 [*] , 147.1	20.01
12	stigmasterol	[M+H-H ₂ O] ⁺	5.97	395.1	297.2 [*] , 311.1	14.06
13	β-sitosterol	[M+H-H ₂ O] ⁺	6.19	397.3	161.1 [*] , 147.1	20.05
14	squalene	[M+H] ⁺	6.43	411.3	231.1 [*] , 149.1	16.52

* Quantitative ion.

2 结果与讨论

2.1 离子源的选择

实验考察了电喷雾电离 (ESI) 源和 APCI 源对 14 种营养成分的离子化效果。结果发现,采用 ESI 源时,部分维生素 E 和 β -胡萝卜素的离子化效率较低。采用 APCI 源时,维生素 E 和 β -胡萝卜素、植物甾醇以及角鲨烯均能达到较高的离子化程度,其中植物甾醇中 $[M+H-H_2O]^+$ 碎片离子的响应最高;角鲨烯的离子中 m/z 为 149 的碎片离子响应强度高于 m/z 为 231 的碎片离子。但是,以 m/z 149 为定量离子时, β - T_3 、 γ - T_3 也会有响应,为减少干扰,选择 m/z 231 为定量离子。

2.2 色谱柱的选择

前期研究^[27]发现, Poroshell 120 PFP 色谱柱在反相液相色谱系统下,不仅能实现 β -T、 γ -T 和 β - T_3 、 γ - T_3 的分离,还能同时完成 β -胡萝卜素和磷脂类物质的基线分离。同时发现菜籽甾醇、菜油甾醇、豆甾醇和 β -谷甾醇以及角鲨烯在 Poroshell 120 PFP 色谱柱上也有很好的分离效果,且峰形尖锐,分析时间快,在 12 min 内便可完成所有物质的检测(见图 2)。因此实验选择 Poroshell 120 PFP 为分析色谱柱。

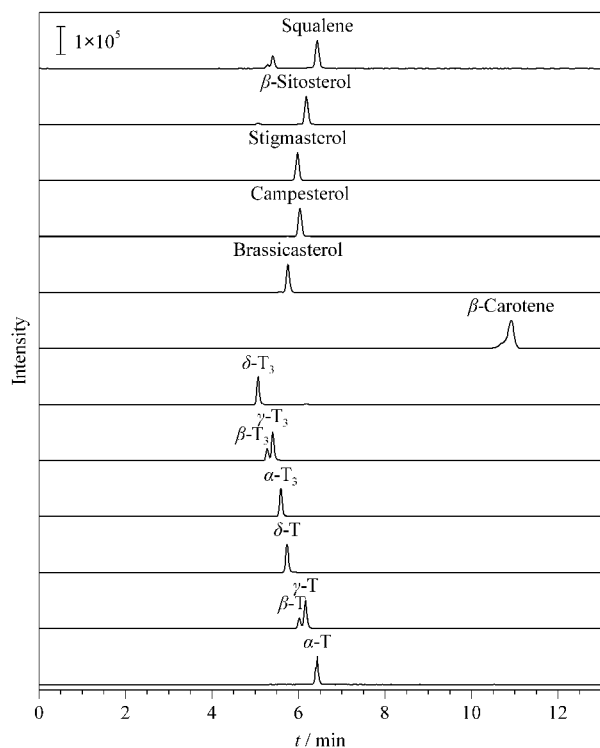


图 2 14 种营养成分的提取离子色谱图

Fig. 2 Extracted ion chromatograms of the 14 nutrients

2.3 基质效应 (ME)

基质效应是指目标物以外的其他组分对目标物测定值的影响,包括基质抑制效应和基质增强效应,用离子基质抑制率或增强率 (L) 表示。 $L = (\text{基质匹配标准曲线的斜率} - \text{溶剂标准曲线的斜率}) / \text{溶剂标准曲线的斜率} \times 100\%$,当 $L > 0$,表示基质增强效应;当 $L < 0$,表示基质抑制效应。实验考察了 14 种营养成分在实际样品中的基质效应,得到基质效应分布结果(见图 3)。结果发现,实际样品中基质对 5 种营养成分(β -胡萝卜素、 α - T_3 、 α -T、菜油甾醇和豆甾醇)有抑制效应,可能是内源性物质对 APCI 源离子化过程中的电离抑制效果导致;其余 9 种营养成分均有基质增强效应。

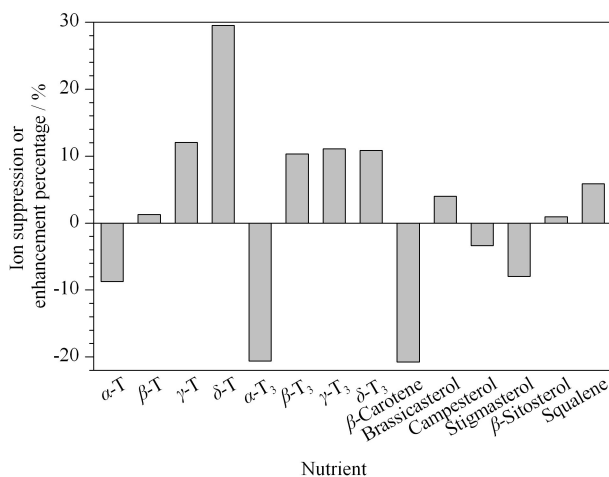


图 3 14 种营养成分的离子抑制或增强率

Fig. 3 Ion suppression or enhancement percentages of the 14 nutrients

2.4 线性范围、检出限和定量限

分别取 14 种营养成分的标准储备液,配制质量浓度为 0.05~10.0 mg/L 的标准工作液,以营养成分的质量浓度为横坐标、相应的峰面积为纵坐标绘制标准曲线(见表 2)。结果表明,14 种营养成分在 0.05~10.0 mg/L 范围内线性关系良好,相关系数 (r) 均大于 0.997 1。检出限和定量限分别以 3 倍信噪比 (S/N) 和 10 倍 S/N 计,结果表明,检出限为 0.01~0.30 $\mu\text{g/g}$,定量限为 0.04~1.00 $\mu\text{g/g}$ 。

2.5 回收率与精密度

选取混合植物油为样品,分别加入 0.05、1.00 和 5.00 mg/L 的混合标准溶液,考察低、中、高不同添加水平下 14 种营养成分的回收率(见表 3)。结果表明,14 种营养成分的加标回收率为 80.7%~100.5%,相对标准偏差 (RSD) 均 $< 6.0\%$ 。

表 2 14 种营养成分的线性范围、线性方程、相关系数、检出限和定量限
Table 2 Linear ranges, linear equations, correlation coefficients (*r*), LODs and LOQs of the 14 nutrients

No.	Compound	Linear range/(mg/L)	Linear equation	<i>r</i>	LOD/(μg/g)	LOQ/(μg/g)
1	α-T	0.05–10.0	$y = 3.21 \times 10^6 x - 3.42 \times 10^5$	0.9996	0.02	0.07
2	γ-T	0.05–10.0	$y = 1.98 \times 10^6 x - 1.61 \times 10^5$	0.9990	0.03	0.10
3	β-T	0.05–10.0	$y = 8.87 \times 10^5 x - 1.06 \times 10^5$	0.9996	0.06	0.21
4	δ-T	0.05–10.0	$y = 7.05 \times 10^5 x - 2.95 \times 10^4$	0.9995	0.06	0.19
5	α-T ₃	0.05–10.0	$y = 5.67 \times 10^6 x - 5.27 \times 10^5$	0.9995	0.01	0.04
6	γ-T ₃	0.05–10.0	$y = 3.65 \times 10^6 x - 3.60 \times 10^5$	0.9998	0.07	0.24
7	β-T ₃	0.05–10.0	$y = 1.50 \times 10^6 x - 1.20 \times 10^5$	0.9991	0.15	0.51
8	δ-T ₃	0.05–10.0	$y = 1.72 \times 10^6 x - 9.17 \times 10^4$	0.9993	0.02	0.07
9	β-carotene	0.05–10.0	$y = 7.44 \times 10^4 x + 1.30 \times 10^4$	0.9971	0.30	1.00
10	brassicasterol	0.05–10.0	$y = 1.47 \times 10^5 x - 1.68 \times 10^4$	0.9993	0.04	0.13
11	campesterol	0.05–10.0	$y = 5.06 \times 10^5 x - 8.04 \times 10^4$	0.9992	0.03	0.11
12	stigmasterol	0.05–10.0	$y = 1.77 \times 10^5 x - 2.48 \times 10^4$	0.9999	0.05	0.17
13	β-sitosterol	0.05–10.0	$y = 4.98 \times 10^5 x - 4.47 \times 10^4$	0.9996	0.04	0.12
14	squalene	0.05–10.0	$y = 1.47 \times 10^5 x - 1.00 \times 10^4$	0.9992	0.05	0.17

y: peak area; *x*: mass concentration, mg/L.

表 3 14 种营养成分的加标回收率和相对标准偏差 (*n* = 6)
Table 3 Spiked recoveries and RSDs of the 14 nutrients (*n* = 6)

Compound	Spiked levels/(mg/L)			Recoveries/%			RSDs/%		
	Low	Medium	High	Low	Medium	High	Low	Medium	High
α-T	0.05	1.00	5.00	80.7	91.7	83.4	3.3	2.0	6.0
γ-T	0.05	1.00	5.00	97.7	96.0	88.4	2.8	2.6	5.6
β-T	0.05	1.00	5.00	98.6	96.6	92.3	3.3	5.1	5.3
δ-T	0.05	1.00	5.00	97.3	96.0	95.6	3.5	2.3	3.0
α-T ₃	0.05	1.00	5.00	96.1	98.6	87.7	2.8	4.5	4.4
γ-T ₃	0.05	1.00	5.00	96.9	98.4	100.5	2.8	3.6	4.8
β-T ₃	0.05	1.00	5.00	83.6	92.9	87.1	3.4	4.0	4.0
δ-T ₃	0.05	1.00	5.00	92.0	95.1	94.0	3.8	3.9	4.3
β-Carotene	0.05	1.00	5.00	88.0	89.5	83.9	3.8	5.4	5.7
Brassicasterol	0.05	1.00	5.00	95.3	96.2	95.1	2.8	3.5	3.4
Campesterol	0.05	1.00	5.00	90.2	86.7	91.4	5.4	5.2	4.6
Stigmasterol	0.05	1.00	5.00	89.0	89.7	81.2	5.5	4.5	5.2
β-Sitosterol	0.05	1.00	5.00	99.0	98.9	89.8	3.7	2.0	5.5
Squalene	0.05	1.00	5.00	91.1	93.7	99.0	3.9	4.9	3.6

2.6 稳定性

选取混合植物油为样品,按 1.2 节描述处理,然后将混合植物油提取液分别保存 0、4、8、12、24、48

和 72 h,然后检测 14 种营养物质的峰面积(见图 4)。结果发现,在 72 h 内,14 种营养成分的稳定性好,其峰面积的相对标准偏差均小于 9.7%。

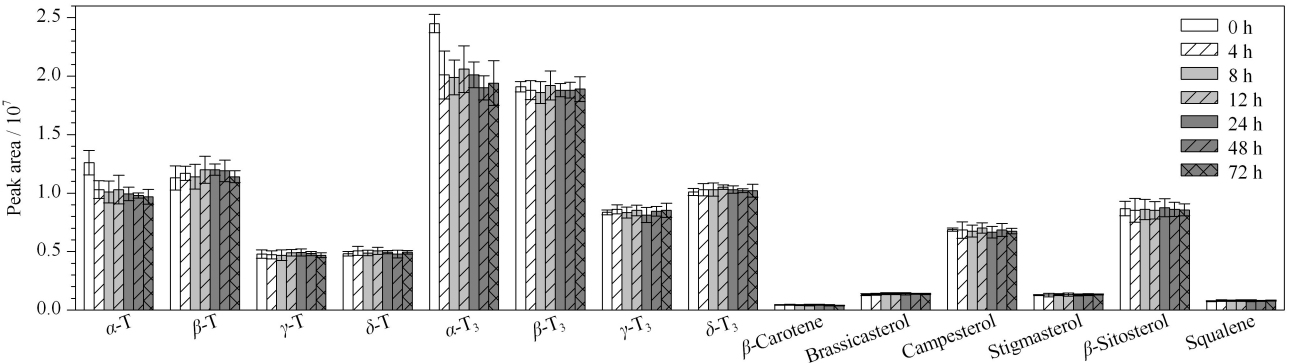


图 4 提取液存放时间对 14 种营养成分峰面积的影响 (*n* = 6)
Fig. 4 Effect of different storage time on the peak areas of the 14 nutrients (*n* = 6)

2.7 实际样品测定

本方法选取常见的 11 种植物油进行分析(见表 4)。结果表明,11 种植物油中除活性最高的 α -T 外,还存在其他形式的生育酚和生育三烯酚。在菜籽油和橄榄油中检出 β -胡萝卜素,含量分别为(4.7 $\pm$ 0.6) mg/kg 和(4.4 $\pm$ 0.2) mg/kg。植物油中还含有大量的植物甾醇,在菜籽油、玉米油中含量最

高,在山茶油中含量最低;其中,大豆油中豆甾醇含量是所有植物油中含量最高的,而在菜籽油、橄榄油和核桃油中均未检出豆甾醇,因此,豆甾醇可以作为大豆油的特征营养指标。角鲨烯在橄榄油中的含量最高,芝麻油中最低。因此,角鲨烯可以作为橄榄油的特征营养指标。

表 4 实际植物油样品中 14 种营养成分的含量($\bar{x}\pm SD, n=3$)											
Table 4 Contents of the 14 nutrients in real plant oil samples ($\bar{x}\pm SD, n=3$)											mg/kg
Compound	Rapeseed oil	Peanut oil	Black peanut oil	Corn oil	Soybean oil	Olive oil	Camellia oil	Linseed oil	Cannabis oil	Sesame oil	Walnut oil
α -T	124.0 $\pm$ 6.2	159.7 $\pm$ 4.8	146.3 $\pm$ 5.5	157.5 $\pm$ 8.2	103.7 $\pm$ 2.3	149.6 $\pm$ 6.7	94.6 $\pm$ 4.5	16.1 $\pm$ 0.5	49.8 $\pm$ 1.7	22.0 $\pm$ 0.2	12.9 $\pm$ 0.59
γ -T	376.8 $\pm$ 17.9	145.7 $\pm$ 3.8	123.1 $\pm$ 1.1	442.4 $\pm$ 15.5	504.8 $\pm$ 21.0	17.8 $\pm$ 0.4	14.5 $\pm$ 0.2	153.4 $\pm$ 1.6	385.4 $\pm$ 4.8	313.4 $\pm$ 13.4	81.4 $\pm$ 3.9
β -T	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
δ -T	26.4 $\pm$ 0.7	27.3 $\pm$ 0.5	22.7 $\pm$ 0.7	33.1 $\pm$ 1.5	118.0 $\pm$ 4.0	13.2 $\pm$ 0.6	15.6 $\pm$ 0.3	14.0 $\pm$ 0.6	26.7 $\pm$ 0.9	25.5 $\pm$ 0.4	25.9 $\pm$ 1.1
α -T ₃	2.3 $\pm$ 0.04	2.7 $\pm$ 0.05	3.1 $\pm$ 0.2	12.5 $\pm$ 0.3	2.9 $\pm$ 0.05	3.3 $\pm$ 0.1	2.9 $\pm$ 0.04	3.0 $\pm$ 0.1	3.0 $\pm$ 0.1	2.8 $\pm$ 0.05	3.1 $\pm$ 0.05
γ -T ₃	7.4 $\pm$ 0.04	8.2 $\pm$ 0.04	8.4 $\pm$ 0.6	11.9 $\pm$ 0.4	8.8 $\pm$ 0.1	2.8 $\pm$ 0.04	2.6 $\pm$ 0.05	2.7 $\pm$ 0.1	3.2 $\pm$ 0.2	9.2 $\pm$ 0.2	3.0 $\pm$ 0.06
β -T ₃	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
δ -T ₃	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
β -Carotene	4.7 $\pm$ 0.6	ND	ND	ND	ND	4.4 $\pm$ 0.2	ND	ND	ND	ND	ND
Brassicasterol	1138 $\pm$ 36.6	11.1 $\pm$ 1.1	17.6 $\pm$ 2.2	71.8 $\pm$ 4.4	24.6 $\pm$ 0.2	1.2 $\pm$ 0.07	4.5 $\pm$ 0.4	65.3 $\pm$ 1.7	20.9 $\pm$ 1.9	45.0 $\pm$ 2.1	18.9 $\pm$ 0.9
Campesterol	2158 $\pm$ 94.3	301.9 $\pm$ 13.4	379.5 $\pm$ 8.8	1421 $\pm$ 87.5	535.2 $\pm$ 28.8	48.8 $\pm$ 2.2	30.8 $\pm$ 1.5	619.8 $\pm$ 17.0	565.7 $\pm$ 20.0	770.3 $\pm$ 23.8	77.2 $\pm$ 0.6
Stigmasterol	ND	233.4 $\pm$ 17.4	250.3 $\pm$ 14.5	473.4 $\pm$ 19.0	511.8 $\pm$ 9.0	ND	31.6 $\pm$ 2.0	210.2 $\pm$ 9.4	79.4 $\pm$ 3.4	375.4 $\pm$ 13.7	ND
β -Sitosterol	3226 $\pm$ 80.6	1369 $\pm$ 64.7	1573 $\pm$ 34.9	4288 $\pm$ 74.6	1339 $\pm$ 33.8	1014 $\pm$ 23.0	55.2 $\pm$ 1.5	1173 $\pm$ 10.2	2450 $\pm$ 38.4	2648 $\pm$ 79.0	1059 $\pm$ 34.3
Squalene	42.2 $\pm$ 1.7	147.4 $\pm$ 4.3	140.8 $\pm$ 4.3	111.7 $\pm$ 4.0	46.0 $\pm$ 1.2	4310 $\pm$ 11.9	87.7 $\pm$ 3.1	24.6 $\pm$ 0.9	86.7 $\pm$ 1.6	20.1 $\pm$ 0.9	28.2 $\pm$ 0.8
ND: not detected.											

3 结论

本文建立了一种超高效液相色谱-串联质谱同步检测植物油中 14 种营养成分的高通量方法。该法线性范围广,分析时间快,结果准确,适用于植物油的样品分析,可进一步用于植物油质量控制的研究。

参考文献:

[1] Xue L, Huang X R, Wang X F, et al. Journal of Food Safety and Quality, 2017, 8(2): 446
薛莉,黄晓荣,汪雪芳,等. 食品安全质量检测学报, 2017, 8(2): 446

[2] Xia X. [MS Dissertation]. Jiangxi: Nanchang University, 2015
夏欣. [硕士学位论文]. 江西: 南昌大学, 2015

[3] Sun J, Hu Y, Ding Y F, et al. China Oils and Fats, 2017, 42(2): 38
孙佳,胡彦,丁友芳,等. 油脂化学, 2017, 42(2): 38

[4] Marikkar J M N, Mirghani M E S, Jaswir I. J Food Chem Nano, 2016, 2(1): 32

[5] Zhu L, Yang S T, Li G K, et al. Anal Methods, 2016, 8: 5628

[6] Miras-Moreno B, Sabater-Jara A B, Pedreno M A, et al. J

Agric Food Chem, 2016, 64: 7049

[7] Guan B, Zheng W C. Cereals & Oils, 2010(2): 44
官波,郑文诚. 粮食与油脂, 2010(2): 44

[8] Liu Y L, Peng T E, Ma Y X. China Oils and Fats, 2010, 35(3): 70
刘玉兰,彭团儿,马宇翔. 中国油脂, 2010, 35(3): 70

[9] Wei X Y, Shen W J, Zhang R, et al. Journal of Food Safety and Quality, 2016, 7(2): 686
魏雪缘,沈伟健,张睿,等. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(2): 686

[10] GB 1886. 233-2016

[11] Aresta A, Zambonin C. Anal Lett, 2017, 50(10): 1580

[12] Ioannis N P, Ioannis K K, Lila P, et al. Foods, 2018, 7(3): 1

[13] Fatma C, Hazem J, Ayda L, et al. J Agric Food Chem, 2017, 65: 3512

[14] He Z Q, Lin X J, Chen S D, et al. Modern Food Science and Technology, 2018, 34(1): 209
何仲强,林晓佳,陈树东,等. 现代食品科技, 2018, 34(1): 209

[15] Xu W L, Sha O, Qian J H, et al. Journal of Instrument Analysis, 2003, 22(6): 98
许文林,沙鸥,钱俊红,等. 分析测试学报, 2003, 22(6): 98

[16] Ge Z W, Luo Z S. Journal of Food Safety and Quality, 2017, 8(3): 773
葛志伟,罗自生. 食品安全质量检测学报, 2017, 8(3): 773

[17] Cui Y J, Kong F H, Liu G J, et al. Food Science, 2018, 39

- (4): 194
崔亚娟, 孔凡华, 刘国杰, 等. 食品科学, 2018, 39(4): 194
- [18] GB 5009.83-2016
- [19] Chen W Z, Jin W H, Fang H, et al. Food Science, 2015, 36(12): 166
陈伟珠, 晋文慧, 方华, 等. 食品科学, 2015, 36(12): 166
- [20] Zhang X J, Su Z L, Huang K H. Journal of Food Safety and Quality, 2015, 6(8): 3108
张喜金, 苏昭仑, 黄康惠. 食品安全质量检测学报, 2015, 6(8): 3108
- [21] Zou H M, Cao Z, Zeng H Y, et al. Modern Preventive Medicine, 2014, 41(2): 293
邹海民, 曹铸, 曾红燕, 等. 现代预防医学, 2014, 41(2): 293
- [22] Wang L P, Lin C, Fang J, et al. Science and Technology of Industry, 2015, 36(6): 69
王李平, 林晨, 方军, 等. 食品工业科技, 2015, 36(6): 69
- [23] Irakli M N, Samanidou V F, Papadoyannis I N. J Agric Food Chem, 2012, 60: 2076
- [24] Yuan C X, Xie Y Y, Jin R S. Food Anal Method, 2017, 10: 3716
- [25] Wang S J. [MS Dissertation], Beijing: Chinese Academy of Agricultural Sciences, 2016
王素君. [硕士学位论文]. 北京: 中国农业科学院, 2016
- [26] Xu X H, Zhang X, Yu, R X, et al. Food Science, 2015, 36(16): 141
徐向华, 张欣, 于瑞祥, 等. 食品科学, 2015, 36(16): 141
- [27] Zhu L, Tan W, Peng Z M, et al. Chinese Journal of Chromatography, 2017, 35(9): 949
朱丽, 谭微, 彭祖茂, 等. 色谱, 2017, 35(9): 949