

# 气相色谱串联质谱法检测食用植物油中的 4 种欧盟限量多环芳烃

王国庆, 王宗义, 马子夏, 马蒙蒙, 翟孟婷, 郑宇

(北京农学院食品科学与工程学院, 食品质量安全北京实验室, 农产品有害微生物及农残安全检测与控制北京市重点实验室, 北京 102206)

**摘要:** 建立了分子印迹固相萃取(MISPE)气相色谱串联质谱法(GC-MS/MS)检测食用植物油中苯并[a]蒽(BAA)、屈(CHR)、苯并[b]荧蒽(BBF)和苯并[a]芘(BAP)等 4 种欧盟限量多环芳烃(PAH<sub>4</sub>)的新方法。以 CHR-d12 和 BAP-d12 为内标, 样品用正己烷溶解, 流过硅胶-分子印迹串联固相萃取小柱, 弃去硅胶柱; 分子印迹小柱再经正己烷淋洗, 二氯甲烷洗脱; 洗脱液经氮吹浓缩, GC-MS/MS 多反应监测模式进行检测。结果表明, 在 1~50 μg/L 浓度范围内 4 种 PAH 均有良好的线性( $R^2 > 0.999$ ), 方法检出限为 0.21~0.49 μg/kg, 定量限为 0.70~1.63 μg/kg; 5、10 和 20 μg/kg 加标水平的回收率为 81.06~111.30%, 相对标准偏差为 0.86~5.65%。利用本方法对市售 26 个食用植物油样品进行检测, 结果显示, BAA、CHR、BBF 和 BAP 的检出率均为 100%; BAP 含量为 2.04~6.16 μg/kg; PAH<sub>4</sub> 含量为 9.36~31.38 μg/kg。依我国相关限量标准, BAP 含量处于较安全水平, 但 PAH<sub>4</sub> 总量较欧盟限量要求还存在较大差距。

**关键词:** 食用植物油; 多环芳烃; 分子印迹固相萃取; 气相色谱串联质谱

文章编号: 1673-9078(2018)03-242-247

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2018.03.035

## Determination of 4 Types of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons Limited by EU Regulation in Edible Oils by Gas Chromatography Tandem Mass Spectrometry

WANG Guo-qing, WANG Zong-yi, MA Zi-xia, MA Meng-meng, ZHAI Meng-ting, ZHENG Yu

(Beijing Laboratory of Food Quality and Safety, Beijing Key Laboratory of Agricultural Product Detection and Control for Spoilage Organisms and Pesticides, College of Food Sciences and Engineering, Beijing University of Agriculture, Beijing 102206, China)

**Abstract:** A new method was established based on molecular imprinting solid phase extraction and gas chromatography tandem mass spectrometry (GC-MS/MS) to determine 4 polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH<sub>4</sub>) in edible oil limited by EU, including benz (a) anthracene (BAA), chrysene (CHR), benzo (b) fluoranthene (BBF) and benzo (a) pyrene (BAP). The edible vegetable oil sample was dissolved by n-hexane with CHR-d12 and BAP-d12 as internal standards, and then the sample solution was passed through a BAP molecularly imprinted cartridge connected a silica gel cartridge above. After discarding the silica gel cartridge, the molecularly imprinted cartridge was rinsed with n-hexane and eluted with dichloromethane. The eluent solution was concentrated with nitrogen flow, and the detection was performed using GC-MS/MS MRM mode. All analysis showed that 4 PAH had good linearity ( $R^2 > 0.999$ ) in the range of 1~50 μg/L. The limits of detection and quantitation of PAH<sub>4</sub> were 0.21-0.49 μg/kg and 0.70-1.63 μg/kg, respectively. The recovery rate of spiked levels at 5, 10 and 20 g/kg was 81.06-111.30%, and the relative standard deviation was 0.86-5.65%. The results showed that BAA, CHR, BBF and BAP were detected in all the 26 commercial edible vegetable oil samples. The content of BAP was 2.04 ~ 6.16 μg/kg, and the content of PAH<sub>4</sub> was 9.36 - 31.38 μg/kg. According to the Chinese national food safety standard, the content of BAP was in the safety level, but the total amount of PAH<sub>4</sub> should be controlled for improving the safety quality according to the European Union limit standard.

收稿日期: 2017-09-23

基金项目: 北京市教委项目 (PXM2014-014207-000001); 北京农学院实验技术体系基金项目 (1086716287)

作者简介: 王国庆 (1992-), 女, 硕士研究生, 研究方向: 食品加工与安全

通讯作者: 王宗义 (1970-), 男, 博士, 副教授, 研究方向: 食品安全检测技术

**Key words:** edible vegetable oil; polycyclic aromatic hydrocarbons; molecular imprinting solid phase extraction; gas chromatography tandem mass spectrometry

多环芳烃(Polycyclic aromatic hydrocarbons, PAH)是由有机物不完全燃烧或高温分解产生的一类食品污染物<sup>[1]</sup>。由于亲脂性强,食用油较易受到PAH的污染,研究显示,污染最严重的是屈(CHR),其次是苯并[a]芘(BAP)、苯并[b]荧蒽(BBF)和苯并[a]蒽(BAA)<sup>[2]</sup>,其中BAP为一级致癌物,BAA、CHR和BBF为二级致癌物<sup>[3]</sup>。目前,我国规定食用油中BAP的安全限量为10  $\mu\text{g}/\text{kg}$ <sup>[4]</sup>,对其他PAH未做限定;而欧盟则相对更为严格,除规定BAP的限量为2  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ,还规定BAP与BAA、CHR和BBF四种PAH的总限量为10  $\mu\text{g}/\text{kg}$ <sup>[5]</sup>。因此,建立简便、实用和相对快速的食用油中这4种PAH(PAH<sub>4</sub>)检测方法,对监测和评价食用油的安全质量具有重要意义。

关于PAH检测方法,主要有高效液相色谱法(HPLC)<sup>[6-8]</sup>、气相色谱-质谱联用法(GC-MS)<sup>[9,10]</sup>、气相色谱串联质谱法(GC-MS/MS)<sup>[11,12]</sup>、液相色谱-串联质谱法(LC-MS/MS)<sup>[13,14]</sup>,也有毛细管电泳法(CE)<sup>[15]</sup>和同步荧光光谱法(SFS)<sup>[16]</sup>的报道。其中,GC-MS/MS和LC-MS/MS由于具有更为突出的选择性和检出能力,在一定程度上降低了样品前处理方法的难度,成为近年来检测PAH更为有效的技术手段。但就植物油而言,由于目标物含量低、以甘油酯为主体的样品基质容易饱和色谱柱、迅速降低柱效和污染离子源,因此,样品除脂技术仍然是制约PHA检测的关键,通常需要使用凝胶渗透色谱法<sup>[17-19]</sup>、固相萃取<sup>[20-22]</sup>、固相微萃取<sup>[23]</sup>以及在线净化技术<sup>[24]</sup>等完成。

本研究根据分子印迹(MIP)材料对重质PAH选择性保留较好的特点,结合GC-MS/MS的高灵敏、高选择性,以CHR-d12、BAP-d12为内标,建立了正己烷溶样,MIP固相萃取除脂,GC-MS/MS检测,相对简便、快速,用于检测食用植物油中4种欧盟限量PAH的新方法,并对市场食用油样品进行抽样检测。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与试剂

26个食用油,购自北京地区超市,包括6个大豆油、4个花生油、3个调和油、5个玉米油、2个葵花油和6个芝麻油。苯并[a]蒽(BAA)二氯甲烷标准溶液(200 mg/L, 1 mL),屈(CHR)二氯甲烷标准溶液(200 mg/L, 1 mL),苯并[b]荧蒽(BBF)二氯甲烷标准溶液(200 mg/L, 1 mL),苯并[a]芘(BAP)二氯甲烷标准溶液

(200 mg/L, 1 mL),CHR-d12二氯甲烷标准溶液(2000 mg/L, 1 mL),BAP-d12甲醇标准溶液(1000 mg/L, 1 mL)美国o2si公司;甲醇、正己烷和二氯甲烷(色谱纯)美国J. T. Baker公司。

分子印迹固相萃取柱 Cleanert Bap-3-SPE: 500 mg/6 mL、硅胶固相萃取柱 Cleanert Silica-SPE: 500 mg/6 mL, 天津博纳艾杰尔公司。

### 1.2 仪器与设备

GC7890B-7000C气相色谱串联质谱仪,美国Agilent公司;BF-2000氮气吹干仪、CNW12位固相萃取装置,北京八方世纪科技有限公司;IKA MS 3 basic涡旋混匀器,德国IKA公司。

### 1.3 标准溶液配制

分别将4种定值标准溶液和CHR-d12定值内标溶液,用二氯甲烷稀释至10 mL容量瓶中,得到浓度为20  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的4种混合标准储备液和浓度为200  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的CHR-d12标准储备液,于棕色贮液瓶中-20  $^{\circ}\text{C}$ 储存;将BAP-d12定值标准溶液,用甲醇稀释至10 mL容量瓶中,得到浓度为100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的BAP-d12标准储备液,于棕色贮液瓶中-20  $^{\circ}\text{C}$ 储存。用二氯甲烷稀释所有标准储备液,得到4种混标浓度分别为1  $\mu\text{g}/\text{L}$ 、5  $\mu\text{g}/\text{L}$ 、10  $\mu\text{g}/\text{L}$ 、25  $\mu\text{g}/\text{L}$ 和50  $\mu\text{g}/\text{L}$ ,2种内标浓度为10  $\mu\text{g}/\text{L}$ 的标准工作液。

### 1.4 样品前处理

#### 1.4.1 样品制备

称取0.5 g食用油样品于10 mL离心管中,加入40  $\mu\text{L}$  0.25  $\mu\text{g}/\text{mL}$  BAP-d12和40  $\mu\text{L}$  0.25  $\mu\text{g}/\text{mL}$  CHR-d12,加入3 mL正己烷涡旋震荡溶解,作为待净化液。

#### 1.4.2 样品净化

在Cleanert Bap-3固相萃取柱上端串联一支Cleanert Silica固相萃取柱,依次用5 mL二氯甲烷、5 mL正己烷活化小柱,将上述待净化液上样到小柱上,用2 mL正己烷润洗试管,将润洗液一同上样到小柱上;先用5 mL正己烷淋洗串联柱,待溶液完全滴至Cleanert Bap-3固相萃取柱上,将Cleanert Silica固相萃取柱弃去,再用5 mL正己烷淋洗Cleanert Bap-3固相萃取柱,弃去淋洗液;最后用5 mL二氯甲烷洗脱,收集洗脱液。将收集的洗脱液置于40  $^{\circ}\text{C}$ 下氮吹至1 mL,转移到进样瓶中,待上机检测。

## 1.5 气相色谱-质谱条件

### 1.5.1 气相色谱条件

色谱柱: DB-5MS (30 m×0.25 mm×0.25 μm); 程序升温: 初始温度为 50 °C, 保持 1 min, 以 15 °C/min 升至 250 °C, 保持 1 min, 再以 8 °C/min 升至 280 °C, 保持 6 min; 载气(He, 纯度>99.999%)流速为 1.0 mL/min, 进样口温度为 250 °C, 不分流进样, 进样体积为 1 μL。

### 1.5.2 质谱条件

离子源温度为 230 °C, 电离模式为电子轰击离子源(EI), 溶剂延迟时间为 6 min, MSD 传输线温度为 280 °C, 灯丝电流为 35 μA, 电子能量为 70 eV, 多反应监测模式(MRM)检测, 参数见表 1。

表 1 4 种 PAH 及 2 种内标物的 MRM 参数

Table 1 MRM Parameters of 4 PAHs and 2 internal standards

分析物	保留时间 /min	前级离子 (m/z)	产物离子 (m/z)	碰撞能量 /eV
BAA	17.918	228	224, 226	59, 40
CHR-d12	17.939	240	208, 236	59, 45
CHR	18.010	228	224, 226	59, 40
BBF	20.736	252	224, 250	59, 47
BAP-d12	21.701	263	262, 260	17, 35
BAP	21.778	252	224, 250	59, 47

## 2 结果与讨论

### 2.1 样品前处理

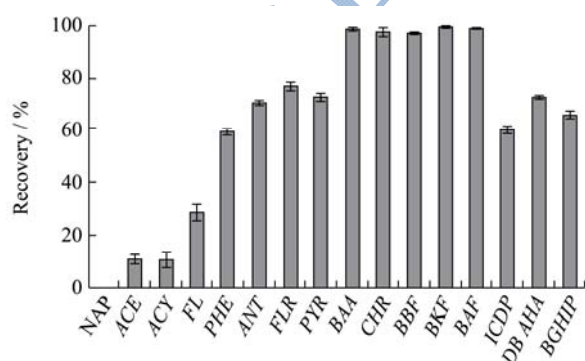


图 1 分子印迹固相萃取柱吸附多环芳烃的效果

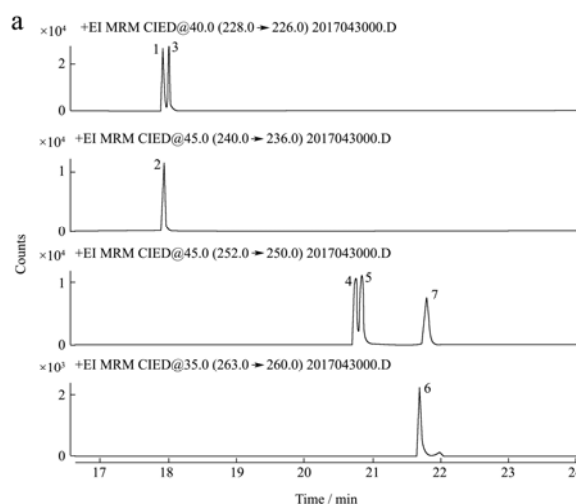
Fig.1 Recoveries of PAHs on the MIPSPE cartridge

注: NAP 表示萘; ACE 表示苈; ACY 表示苈烯; FL 表示苈; PHE 表示苈; ANT 表示苈; FLR 表示苈; PYR 表示苈; BAA 表示苈并[a]苈; CHR 表示苈; BBF 表示苈并[b]苈; BKF 表示苈并[k]苈; BAP 表示苈并[a,h]苈; ICDP 表示苈并[1,2,3-c,d]苈; DBAHA 表示二苈并[a,h]苈; BGHIP 表示苈并[g,h,i]苈。

利用 GC-MS/MS 的高选择、高灵敏性, 虽然植物油样品经简单提取即可用于 PAH 的测定, 但样品溶液中残存的甘油酯等基质, 能快速降低毛细管色谱柱柱效, 缩短使用寿命, 并易使离子源受到污染, 造成检测异常。去除甘油酯为主体的基质干扰, 固相萃取技术是较为方便有效的方法之一。常见商品化萃取小柱有中性氧化铝柱<sup>[8]</sup>、弗罗里硅土柱<sup>[10]</sup>、活性炭柱<sup>[22]</sup>和分子印迹柱<sup>[25]</sup>。其中, 中性氧化铝柱和弗罗里硅土柱是利用其对样品溶液油脂和色素的吸附保留, 进行净化, 但由于植物油样品的主体为油脂, 填料和洗脱溶剂体积用量较大; 而活性炭柱和分子印迹柱则是选择吸附待测物, 除脂较为完全, 洗脱溶剂用量少, 操作简单; 但活性炭柱大多适用于轻质 PAH, 重质 PAH 则容易被永久吸附, 回收率偏低<sup>[22]</sup>, 而商品化 BAP 分子印迹柱(见 1.1), 除对 BAP 有选择性保留外, 对包括 BAA、CHR 和 BBF 在内的几种重质 PAH 均有满意的选择性保留。见图 1, 为 GB 5009.265-2016 中涉及的 16 种 PAH 在本实验条件下, BAP 分子印迹柱上的保留效果。因此本文选用 BAP 分子印迹柱进行净化。

植物油样品用正己烷溶解, 当流经分子印迹净化柱后, 目标物被选择性吸附, 再用适量正己烷清洗残留油脂后, 目标 PAH 可通过诱导偶极-偶极相互作用被极性溶剂洗脱, 本文选用极性、挥发性适中的二氯甲烷做洗脱溶剂, 即容易吹干, 又方便控制体积, 当洗脱体积为 5 mL 时 4 种目标 PAH 被完全洗脱。为进一步去除复杂植物油样品(如芝麻油)中有机酸、多酚类物质的干扰, 分子印迹柱上方与硅胶柱进行串联使用, 洗脱前弃去硅胶柱, 能更好地去除基质干扰。实验表明, 使用 BAP 分子印迹柱, 净化植物油样品, 简单有效。

### 2.2 色谱质谱条件的优化



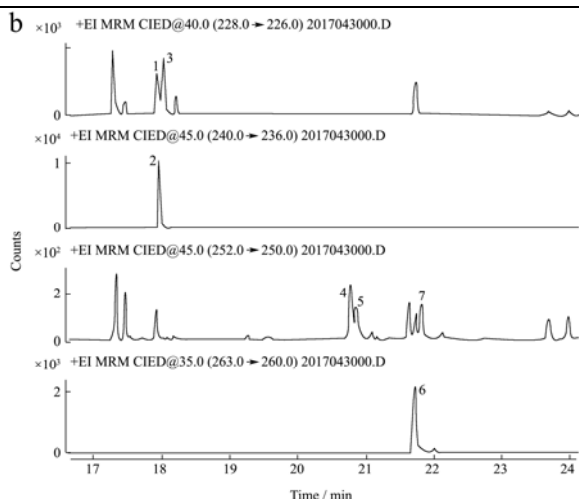


图2 4种PAH的MRM色谱图

Fig.2 MRM chromatograms of 4 PAHs

注：1.BAA；2.CHR-d12；3.CHR；4.BBF；5.BKF；6.BAP-d12；7.BAP；图A为4种PAH标品的MRM色谱图；图B为4种PAH典型阳性样品的MRM色谱图。

由于BAA与CHR为同分异构体，BBF与BKF为同分异构体，质谱母离子和子离子相同，无法通过质谱进行区分，因此，必须使BAA与CHR进行有效色谱分离，BBF不受BKF色谱峰的干扰。常用分离PAH的毛细管色谱柱主要有DB-5MS<sup>[10]</sup>、HP-5MS<sup>[11]</sup>和DB-EUPAH<sup>[22]</sup>，其中DB-EUPAH为PAH专用柱，

适于分离较多种PAH。本研究由于只测定BAA、CHR、BBF和BAP四种PAH，选择使用DB-5MS毛细管色谱柱，在本实验优化的条件下，BAA与CHR、BBF与BKF获得了良好分离。质谱参数根据样品基质的干扰情况对母离子、子离子和碰撞能进行了选择和优化，MRM参数及MRM色谱图分别见表1和图2。

### 2.3 检出限(LOD)、定量限(LOQ)、线性、准确度和精密度

LOD和LOQ分别是目标物定量离子色谱峰不小于3倍和10倍的信噪比(Peak to Peak)，且定性离子色谱峰可有效识别，通过对适当浓度标准溶液、实际样品和空白加标样进行测定进行评估，结果见表2。仪器LOD为0.03~0.09 μg/L，LOQ为0.13~0.29 μg/L，方法LOD为0.26~0.49 μg/kg，LOQ为0.86~1.63 μg/kg，能满足4种欧盟限量PAH监测的需要；在1~50 μg/L浓度范围内，各目标物均有良好的线性，R<sup>2</sup>>0.999，详见表2；对食用油样品进行5、10和20 μg/kg三个水平的加标回收实验，每个添加水平重复测定6次，回收率为81.06~111.30%，相对标准偏差(RSD)为0.86~5.65%，详见表3。

表2 4种PAH的线性、检出限与定量限

Table 2 Linearity, LOD and LOQ of 4 PAHs

多环芳烃	线性回归方程	线性范围 (μg/L)	相关系数 (R <sup>2</sup> )	仪器检出限 (μg/L)	仪器定量限 (μg/L)	方法检出限 (μg/kg)	方法定量限 (μg/kg)
BAA	y=3.4631x-0.0670	1~50	0.9999	0.03	0.13	0.26	0.86
CHR	y=3.4110x+0.2287	1~50	0.9996	0.08	0.26	0.49	1.63
BBF	y=1.8850x-0.0835	1~50	0.9999	0.09	0.29	0.28	0.95
BAP	y=1.5558x-0.0010	1~50	0.9992	0.05	0.18	0.21	0.70

注：y为待测物与对应内标的峰面积比；x为待测物与对应内标的浓度比。

表3 4种PAH的回收率(R)和精密度(RSD)(n=6)

Table 3 Recovery rate (R) and relative standard deviation (RSD) of 4 PAHs (n=6)

多环芳烃	添加 5 μg/kg		添加 10 μg/kg		添加 20 μg/kg	
	R/%	RSD/%	R/%	RSD/%	R/%	RSD/%
BAA	110.89	3.22	84.60	3.30	104.05	1.46
CHR	93.12	3.84	81.06	3.84	91.52	1.13
BBF	111.30	5.65	90.97	3.84	102.21	0.86
BAP	93.47	2.19	84.27	3.30	94.02	0.97

### 2.4 实际样品的分析

采用上述所建立的方法，对26个市售食用植物油进行分析，每个样品重复测定两次，结果见表4。由表4可知，4种PAH均有检出；其中，BAP的含量为

2.04~6.16 μg/kg，低于我国食用油国家标准限量<sup>[4]</sup>，但超出欧盟限量<sup>[5]</sup>(超标率为100%)。BAA含量为2.22~7.38 μg/kg，CHR含量为2.72~10.90 μg/kg，BBF含量为2.38~7.58 μg/kg，PAH<sub>4</sub>总含量为9.36~31.38 μg/kg，其中23个市售食用植物油的4种PAH总含量

超出欧盟限量<sup>[5]</sup>(超标率为 88.46%)。监测的 6 种油品间, PAH<sub>4</sub> 平均含量相对较高的是芝麻油、花生油和葵花油, 较低的是大豆油、玉米油和调和油。依相关食

品安全国家标准, 我国食用油中的 PAH 处于安全水平, 但较欧盟限量而言, 我国食用植物油的安全质量还存在较大差距, 有待一步的提高。

表 4 实际样品中 4 种 PAH 的含量(μg/kg)

Table 4 The contents of 4 PAHs in edible vegetable oil samples (μg/kg)

种类	食用植物油中 4 种 PAH 的含量/(μg/kg)														
	BAA			CHR			BBF			BAP		PAH <sub>4</sub>			
大豆油	2.42 <sup>a</sup>	5.62 <sup>b</sup>	3.31 <sup>c</sup>	3.22	8.30	4.76	2.82	5.08	3.54	2.32	4.28	2.81	10.78	23.28	14.41
玉米油	2.22	3.44	2.74	2.72	5.52	3.99	2.38	3.40	2.91	2.04	2.82	2.42	9.36	15.18	12.07
芝麻油	2.32	6.42	4.00	2.72	10.90	5.83	2.68	5.96	3.96	2.10	5.54	3.28	9.82	28.82	17.07
调和油	2.60	3.76	3.02	3.36	5.08	3.96	2.92	4.92	3.55	2.38	3.94	2.92	11.26	17.70	13.45
花生油	3.20	7.38	5.75	4.14	10.26	7.96	3.50	7.58	5.72	2.72	6.16	4.66	13.56	31.38	24.09
葵花油	4.34	6.60	5.14	6.02	8.32	6.71	4.54	6.96	5.78	3.86	5.92	4.93	18.76	27.80	22.56

注: a 表示最小值; b 表示最大值; c 表示平均值。

### 3 结论

本研究建立了分子印迹固相萃取除脂, GC-MS/MS 检测食用植物油中 4 种欧盟限量 PAH 的新方法。该方法具有简单、快速、准确且经济实用的优点, 能满足对食用油中 4 种欧盟限量 PAH 监测的需要。

### 参考文献

- [1] Lee M L, Novotny M V, Bartle K D. Analytical chemistry of polycyclic aromatic compound [M]. Amsterdam: Academic Press, 1981
- [2] 曹梦思,王君,张立实,等.我国食用油脂中欧盟优控 15+1 种多环芳烃的污染状况分析[J].中国食品学报,2016, 16(12):198-205  
CAO Meng-si, WANG Jun, ZHANG Li-shi, et al. Analysis of EU 15+1 PAHs pollution in edible fats and oils of china [J]. Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology, 2016, 16(12): 198-205
- [3] Alicja Z, Dorota G, Leslaw J. Method validation and determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in vegetable oils by HPLC-FLD [J]. Food Analytical Methods, 2017, 10: 1078-1086
- [4] GB 2762-2017,《食品安全国家标准食品中污染物限量》[S]  
GB 2762-2017, National food safety standards in food contaminants [S]
- [5] NO 835/2011, Maximum levels for polycyclic aromatic hydrocarbons in foodstuffs [S]
- [6] Mansour M, Javad M, Mir-Michael M, et al. Application of the microwave-assisted extraction and dispersive liquid-liquid microextraction for the analysis of PAHs in smoked rice [J]. Food Analytical Methods, 2017, 10: 277-286
- [7] 王广会,许喜林,郭海英.高效液相色谱法测定芝麻油中的苯并[a]芘含量[J].现代食品科技,2011, 27(12):1545-1547  
WANG Guang-hui, XU Xi-lin, GUO Hai-ying. Determination of benzo(a)pyrene residue in sesame oil by HPLC [J]. Modern Food Science and Technology, 2011, 27(12): 1545-1547
- [8] 冯寅洁,乔勇升,陈伟,等.固相萃取-超高效液相色谱荧光法检测植物油中苯并[a]芘[J].浙江大学学报,2015, 41(2):189-194  
FENG Yin-jie, QIAO Yong-sheng, CHEN Wei, et al. Determination of benzo(a)pyrene in vegetable oil by solid phase extraction-ultra performance liquid chromatography-fluorescence detector [J]. Journal of Zhejiang University, 2015, 41(2): 189-194
- [9] 王珍,王琳琳,陈小鹏,等.超声波辅助-DMC 萃取食用油中苯并[a]芘及其 GC/MS 分析[J].广西大学学报, 2013,38(3): 538-543  
WANG Zhen, WANG Lin-lin, CHEN Xiao-peng, et al. Ultrasound assisted extraction with environmental friendly solvent for the determination of benzo(a)pyrene in edible oil by GC/MS [J]. Journal of Guangxi University, 2013, 38(3): 538-543
- [10] GB 5009.265-2016,《食品中多环芳烃的测定》[S]  
GB 5009.265-2016, The determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in food [S]
- [11] RUIZE Z, JIE J, TING M, et al. Multiresidue analysis of environmental pollutants in edible vegetable oils by gas chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Food Chemistry, 2016, 207: 43-50
- [12] 李晨悦,周金林,黄金凤,等.GC-MS/MS 法检测山茶油中的

- 苯并[a]芘[J].现代食品科技,2013,29(7):1702-1705
- LI Chen-yue, ZHOU Jin-lin, HUANG Jin-feng, et al. Determination of benzo (a) pyrene in camelia oil by GC-MS/MS [J]. Modern Food Science and Technology, 2013, 29(7): 1702-1705
- [13] 石龙凯,刘玉兰.液相色谱-串联质谱法检测食用油脂中多环芳烃[J].中国粮油学报,2015,30(12):114-119
- SHI Long-kai, LIU Yu-lan. Simultaneous determination of PAHs in edible oils by liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2015, 30(12): 114-119
- [14] Longkai S, Yulan L, Huamin L, et al. One-step solvent extraction followed by liquid chromatography-atmospheric pressure photoionization tandem mass spectrometry for the determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in edible oils [J]. Analytical and Bioanalytical Chemistry, 2015, 407: 3605-3616
- [15] Ludivine F, Nathalie D, Douglas N R, et al. Optimizing separation conditions of 19 polycyclic aromatic hydrocarbons by cyclodextrin-modified capillary electrophoresis and application to edible oils [J]. Talanta, 2014, 119: 572-581
- [16] Yihong L, Pingping W, Qian L, et al. A simple fluorescence spectroscopic approach for simultan and rapid detection of four polycyclic aromatic hydrocarbons(PAH4)in vegetable oils [J]. Food Analytical Methods, 2016, 9(11): 3209-3217
- [17] Jianhua W, Cui G. Ultrasonication extraction and gel permeation chromatography clean-up for the determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in edible oil by an isotope dilution gas chromatography mass spectrometry [J]. Journal of Chromatography A, 2010, 1217(28): 4732-4737
- [18] Fromberg A, Hojgard A, Duedahlo. Analysis of polycyclic aromatic hydrocarbons in vegetable oils combining gel permeation chromatography with solid-phase extraction clean-up [J]. Food Additives and Contaminants, 2007, 24(7): 758-767
- [19] 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 Jian-hua, GUO Cui, PANG Guo-fang, et al. Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons(PAH4)in vegetable oil samples by gel permeation chromatography purification-gas chromatography-mass spectrometry based on an isotope dilution approach [J]. Journal of Instrumental Analysis, 2009, 28(3): 267-271
- [20] Dafeng J, Chenglong X, Wei L, et al. Quantitative analysis and health risk assessment of polycyclic aromatic hydrocarbons in edible vegetable oils marketed in Shandong of China [J]. Food and Chemical Toxicology, 2015, 83: 61-67
- [21] 尹佳,余琼卫,赵琴,等.固相萃取-高效液相色谱法联用测定食用油中的 4 种多环芳烃[J].中国油脂,2015,40(3):52-56
- YIN Jia, YU Qiong-wei, ZHAO Qin, et al. Determination of four polycyclic aromatic hydrocarbons in edible oils by solid-phase extraction coupled with high performance liquid chromatography [J]. China Oils and Fats, 2015, 40(3): 52-56
- [22] 许婷,汤桦,陈大舟,等.同位素稀释-气相色谱-三重四级杆串联质谱法分析食用油中 18 种多环芳烃[J].质谱学报, 2015,36(2):120-127
- XU Ting, TANG Hua, CHEN Da-zhou, et al. Determination of 18 polycyclic aromatic hydrocarbons in edible oils by isotope dilutionGC-MS/MS [J]. Journal of Chinese Mass Spectrometry Society, 2015, 36(2): 120-127
- [23] Giorgia P, Massimo P, Laura B, et al. Direct-immersion solid-phase microextraction coupled to fast gas chromatography mass spectrometry as a purification step for polycyclic aromatic hydrocarbons determination in olive oil [J]. Journal of Chromatography A, 2013, 1307: 166-171
- [24] 王春蕾,刘华良,马永建,等.在线固相萃取-高效液相色谱法检测食用油中 15+1 种欧盟优控多环芳烃[J].分析化学研究报告,2015,43(11):1743-1748
- WANG Chun-lei, LIU Hua-liang, MA Yong-jian, et al. Determination of 15+1 European priority polycyclic aromatic hydrocarbons in edible oil by online solid phase extraction and high performance liquid chromatography [J]. Chinese Journal of Analytical Chemistry, 2015, 43(11): 1743-1748
- [25] 王桂苓.高效液相色谱法测定食用植物油中苯并[a]芘的研究[J].食品安全质量检测学报,2015,6(12):5006-5010
- WANG Gui-ling. Determination of benzo(a)pyrene in edible vegetable oil by high performance liquid chromatography [J]. Journal of Food Safety and Quality, 2015, 6(12): 5006-5010
- [26] Shimin W, Wenjuan Y. Liquid-liquid extraction of polycyclic aromatic hydrocarbons in four different edible oils from china [J]. Food Chemistry, 2012, 134: 597-601