

HPLC 法同时测定油茶籽油中的 γ -生育酚、 β -谷甾醇和角鲨烯

林树真¹, 龙婷¹, 段明慧^{2,3}, 史庆龙^{2,3}, 葛发欢^{2,3}, 周丹^{2,3}

(1. 广州市金妮宝食用油有限公司, 广东广州 511475) (2. 中山大学南沙研究院, 广东广州 511458)

(3. 中山大学药学院, 广东广州 510006)

摘要: 本研究建立了一种高效液相色谱法同时测定油茶籽油中 γ -生育酚、 β -谷甾醇和角鲨烯。油茶籽油样品经过皂化、萃取、浓缩, 将油茶籽油中的皂化物类成分除去, 富集其中的不皂化物类成分, 并通过 HPLC 进行分析检测, 按外标法测定其含量。HPLC 色谱条件: 色谱柱 Hypersil ODS C18(250 mm×4.6 mm, 5 μ m); 流动相为 100% 甲醇, 等度洗脱; 流速 0.7 mL/min; 柱温 30 $^{\circ}$ C; 检测波长: 205 nm。结果表明 γ -生育酚、 β -谷甾醇和角鲨烯分别在 0.01~0.40 μ g ($R^2=0.9999$), 0.44~10.94 μ g ($R^2=1$), 0.01~0.55 μ g ($R^2=0.9990$) 范围内呈较好的线性关系, 相关系数均接近 1。平均加样回收率分别为 97.1322% (RSD=1.28%), 100.2346% (RSD=1.54%), 98.0859% (RSD=1.58%), 相对标准偏差均小于 3%。结论: 该方法前处理简单易行, 操作简便, 灵敏度高, 重现性和准确性好, 可用于油茶籽油中 γ -生育酚、 β -谷甾醇和角鲨烯的含量测定和油茶籽油质量控制。

关键词: 油茶籽油; 液相色谱法; γ -生育酚; β -谷甾醇; 角鲨烯; 含量测定

文章编号: 1673-9078(2018)06-218-223

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2018.6.030

Simultaneous Determination of γ -antisterility vitamin, β -sitosterol, Squalene in Camellia Oil by HPLC

LIN Shu-zhen¹, LONG Ting¹, DUAN Ming-hui^{2,3}, SHI Qing-long^{2,3}, GE Fa-huan^{2,3}, ZHOU Dan^{2,3}

(1. Guangzhou Ginnibaby Edible oil CO., LTD, Guangzhou 511475, China) (2. Nansha Research Institute, Sun Yat-Sen University, Guangzhou 511458, China) (3. School of Pharmaceutical Sciences, Sun Yat-Sen University, Guangzhou 510006, China)

Abstract: A high performance liquid chromatography (HPLC) method was developed for the simultaneous determination of γ -antisterility vitamin, β -sitosterol, squalene in camellia oil. The camellia oil samples were saponified, extracted and concentrated to remove the saponifiable substance in camellia oil, and the unsaponified material component was enriched. The content of the saponification products were determined by HPLC and analyzed by external standard method. Hypersil ODS C18 (250 mm \times 4.6 mm, 5 μ m) chromatography column was used for the determination under the conditions of mobile phase methanol (volume ratio 100%) and detection wavelength 205 nm. The column temperature was 30 $^{\circ}$ C and the flow rate was 0.7 mL/min. The results showed that correlation coefficients were all close to 1 for γ -antisterility vitamin, β -sitosterol and squalene in the range of 0.01~0.40 μ g ($R^2=0.9999$), 0.44~10.94 μ g ($R^2=1$) and 0.01~0.55 μ g ($R^2=0.9990$), respectively. The average recovery was 97.1322% (RSD=1.28%), 100.2346% (RSD=1.54%), 98.0859% (RSD=1.58%), and the relative standard deviations were all less than 3%. The proposed method had the advantages of simple pretreatment, easy operation, high sensitivity, good accuracy and reproducibility, and could be used for the determination of γ -antisterility vitamin, β -sitosterol, squalene in camellia oil and the evaluation for the quality of camellia oil.

Key words: camellia oil; HPLC; γ -antisterility vitamin; β -sitosterol; squalene; content determination

油茶籽油是从山茶科油茶树的种子中获得, 是我国最古老的木本食用植物油之一。中国是世界上山茶

收稿日期: 2018-02-01

作者简介: 林树真 (1968-), 女, 工程师, 研究方向: 长期从事餐饮业食用油的开发研究

通讯作者: 周丹 (1986-), 女, 研究方向: 从事植物油脂的开发利用研究

科植物分布最广的国家, 也是茶油最大的生产基地, 此外东南亚、日本等国家有极少量的分布^[1]。油茶籽油具有预防各种心脑血管疾病、延缓动脉粥样硬化降血脂、降血压等功效^[2-4], 是一种优质的保健食用油。经报道, 油茶籽油的不饱和脂肪酸均高于橄榄油, 理化特性与其也极为相似, 从而被誉为“东方橄榄

油^[5-7]。目前,油茶籽油被联合国粮农组织列为健康型高级食用植物油重点推广,深受广大消费者的青睐^[8]。随着现代社会的发展和人民生活水平的提高,消费者对生活的品质的要求越来越高,对日常所需的食用油脂的安全与品质更加关注,要求也更为严格,因而优质的食用油逐渐成为现代生活的必需品。

食用植物油均由皂化物和皂化物两大部分组成,皂化物部分占 99% 左右,主要包括三酰甘油和游离脂肪酸,其中三酰甘油的脂肪酸主要由饱和脂肪酸和不饱和脂肪酸组成^[9]。皂化物占 1% 左右,包括游离醇、三萜烯、生育酚、维生素、甾醇和角鲨烯等成分。这些有益于人体健康的活性成分是评价植物油质量的重要指标。

目前,国内外油茶籽油的成分研究主要集中在脂肪酸的种类^[10-12],对皂化物类的活性成分研究相对缺乏。任传义等对油茶籽油等植物油中的主要化学成分进行了分析^[13],通过气相色谱法对角鲨烯和 β -谷甾醇进行了含量测定,液相色谱法对维生素 E 的含量的进行测定,但是针对油脂样品的气相检测和液相检测,必须分别制样,过程繁琐,方法复杂。

张东生、钟冬莲等^[14,15]通过气相色谱法等对油茶籽油中的角鲨烯进行了定量分析,成分分析单一。关于用液相方法同时测定油茶籽油中多种营养成分的文献尚未见报道,本文建立了一种高效液相检测方法,对油茶籽油中的生育酚、甾醇和角鲨烯的含量同时进行测定,并对方法的可靠性进行了全面的考察,为油脂的品质分析提供了有效的途径,对于更好的开发和推广油茶籽油资源和产业发展具有重大意义。

1 材料与方法

1.1 原料

油茶籽油来源于实验室超临界设备萃取; γ -生育酚标准品(阿拉丁,纯度 96%), β -谷甾醇标准品(阿拉丁,纯度>95%),角鲨烯标准品(阿拉丁,纯度>95%);乙腈、甲醇(色谱纯,德国 Merck 公司),二氯甲烷、甲酸(分析纯,广州化工厂),超纯水自制。

1.2 仪器设备

实验仪器:美国戴安高效液相色谱仪 UltiMate 3000(包括梯度泵 SR-3000、自动进样器 WPS-3000、柱恒温系统 TCC-3000、检测器 DAD-3000、色谱工作站变色龙 7.2);色谱柱:Hypersil ODS C18(250 mm×4.6 mm, 5 μ m)。XS205 Dual Range 型十万分之一分析天平(梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司);KQ-500E

超声波处理器(昆山超声设备有限公司)。

1.3 实验方法

1.3.1 HPLC 色谱条件的建立

选用三种不同色谱柱:Phenomenon Luna C18(250 mm×4.6 mm, 5 μ m)、Hypersil ODS C18(250 mm×4.6 mm, 5 μ m)、Kromasil C18(250 mm×4.6 mm, 5 μ m),考察对样品的分离效果;在不同的波长(205 nm、210 nm、283 nm、300 nm)条件对比分析,选择最佳波长。样品流动相:100%甲醇;流速:0.7 mL/min;柱温:30 $^{\circ}$ C;等度洗脱。

1.3.2 对照品溶液的配制

称取 10.0 mg 的 γ -生育酚,加甲醇定容于 10 mL 的容量瓶中,配制成浓度为 1.00 mg/mL 的 γ -生育酚标准品储备液;称取 10.9 mg 的 β -谷甾醇,加甲醇定容于 10 mL 的容量瓶中,配制成浓度为 1.09 mg/mL 的 β -谷甾醇标准品储备液;称取 13.9 mg 的角鲨烯标准品于 10 mL 的容量瓶中,加入甲醇/二氯甲烷(V/V=1:1)溶液定容至刻度线,配制成浓度为 1.39 mg/mL 的角鲨烯标准品储备液。

1.3.3 供试品的制备

称取 5 g 左右的供试品于 250 mL 的容量瓶中,加入 50 mL 的 1 mol/L 的氢氧化钾的乙醇溶液。于 90 $^{\circ}$ C 的水浴锅中回流 2 h。停止加热,从回流管顶部加入 50 mL 水并旋转摇动。

冷却后转移皂化液到 250 mL 分液漏斗中,加入 50 mL 正己烷,盖好旋塞,用力摇 1 min,倒转分液漏斗,并小心打开旋塞,间歇地释放内压,静置分液漏斗,至溶液分层后(如果形成乳液,须加入少量乙醇溶液破乳)。

将下层皂化液放入第二只分液漏斗中。用相同的方法,每次用 50 mL 正己烷对皂化液萃取两次。将三次收集的正己烷置于同一分液漏斗中。

用 10% 的乙醇水溶液,洗涤上述提取液,每次用量 25 mL,并剧烈摇动,洗涤后弃去乙醇水溶液,每次弃去洗涤液后,保持分液漏斗中剩余 2 mL 洗涤液,然后将分液漏斗沿其轴成线旋转,静置数分钟,使剩余的乙醇水相进一步分离,然后弃去。继续用乙醇水溶液洗涤,直到洗涤液加入 1 滴酚酞后不呈现粉红色为止。

通过分液漏斗的上口小心地将正己烷溶液转移到至圆底烧瓶中,在 50 $^{\circ}$ C 条件下,于旋转蒸发仪中除掉溶剂。将烧瓶中的残留物转移至 5 mL 的容量中,加入甲醇/二氯甲烷(V/V=1:1)溶液定容至刻度线,用微孔滤膜(0.45 μ m)滤过,进液相。

2 结果与分析

2.1 色谱条件建立

通过对 Phenomenon Luna C18 (250 mm×4.6 mm, 5 μm)、Hypersil ODS C18(250 mm×4.6 mm, 5 μm)、Kromasil C18(250 mm×4.6 mm, 5 μm)柱子的考察和不同波长的紫外吸收考察,最终确定的 HPLC 色谱条件为: 色谱柱: Hypersil ODS C18(250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 100%甲醇; 流速: 0.7 mL/min; 柱温: 30 ℃; 检测波长: 205 nm; 等度洗脱。

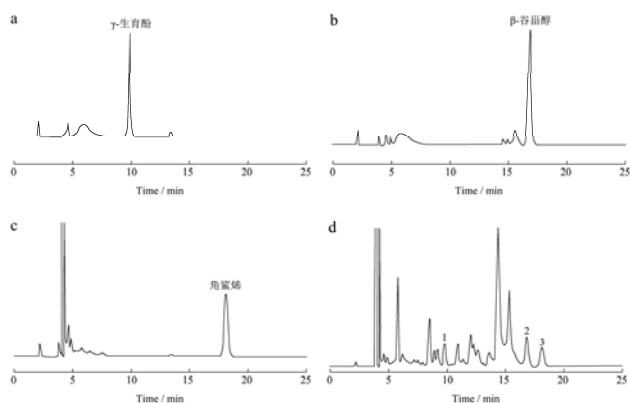


图1 HPLC 色谱图

Fig.1 HPLC chromatogram of the camellia oil

注: (a) γ -生育酚标品; (b) β -谷甾醇; (c) 角鲨烯; (d) 油茶籽油: (1) γ -生育酚; (2) β -谷甾醇; (3) 角鲨烯

在确定的色谱条件下,通过测定“1.3.2”中的标准品的色谱图,与样品进行一一核对,对油茶籽油样品中的相关组分进行了定性分析。结果如图1所示定性出的三种营养成分为: γ -生育酚、 β -谷甾醇和角鲨烯。

2.2 标准曲线的绘制

分别取适量的 γ -生育酚、 β -谷甾醇和角鲨烯对照品,稀释到不同的浓度,在“1.3.1”条件下,进行液相分析。以峰面积为纵坐标,标准品的质量为横坐标,绘制如下的标准曲线。 γ -生育酚回归方程为: $y=237.89x-0.052$, $R^2=1$; β -谷甾醇的回归方程为: $y=5.32x-0.0053$, $R^2=0.9999$; 角鲨烯的回归方程分别为: $y=80.15x-0.528$, $R^2=0.9990$ 。结果表明, γ -生育酚在 0.01~0.40 μg, β -谷甾醇在 0.44~10.94 μg, 角鲨烯在 0.01~0.55 μg 呈良好的线性关系。

2.3 精密度试验

取 γ -生育酚、 β -谷甾醇和角鲨烯对照品溶液,各连续进样 6 次,以对照品的峰面积计算精密度。结果如表 1 所示, γ -生育酚的 RSD=0.19%, β -谷甾醇的

RSD=0.47%, 角鲨烯的 RSD=0.86%。上述结果均符合试验要求。

表1 γ -生育酚、 β -谷甾醇和角鲨烯精密度试验结果

Table 1 Precision of γ -antisterility vitamin, β -sitosterol and

		squalene		
序号	峰面积/(mAu.min)	平均值	RSD/%	
γ -生育酚	1	10.4576	10.46	0.19
	2	10.4271		
	3	10.4538		
	4	10.4695		
	5	10.4586		
	6	10.4858		
β -谷甾醇	1	60.7514	60.32	0.47
	2	60.1465		
	3	60.3039		
	4	60.2119		
	5	59.9994		
	6	59.9851		
角鲨烯	1	2.9553	2.96	0.86
	2	2.9737		
	3	2.9129		
	4	2.9780		
	5	2.9814		
	6	2.9672		

2.4 稳定性试验

表2 γ -生育酚、 β -谷甾醇和角鲨烯稳定性试验结果

Table 2 Stability of γ -antisterility vitamin, β -sitosterol and

		squalene		
序号(时间/h)	含量/(mg/100 g)	平均值	RSD/%	
γ -生育酚	0	0.5410	0.55	1.92
	2	0.5450		
	4	0.5498		
	6	0.5604		
	8	0.5664		
β -谷甾醇	0	67.1582	68.34	1.72
	2	67.4450		
	4	67.9538		
	6	69.2838		
	8	69.8545		
角鲨烯	0	0.1922	0.19	1.88
	2	0.1898		
	4	0.1918		
	6	0.1983		
	8	0.1971		

取同一批次样品, 样品按照“1.3.3”项下方法制备供试品溶液, 照上述色谱条件, 于 0、2、4、6、8 h 分别测定, 以 γ -生育酚、 β -谷甾醇和角鲨烯的含量来考察稳定性, 结果如表 2, γ -生育酚的 RSD=1.92%, β -谷甾醇的 RSD=1.72%, 角鲨烯的 RSD=1.88%。上述结果均符合试验要求。

2.5 重复性试验

取同一批号的样品, 平均制备 6 份, 按照“1.3.3”项的方法制备供试品溶液, 分别精密吸取 5 μ L, 连续进样, 以 γ -生育酚、 β -谷甾醇和角鲨烯的含量来考察重复性。 γ -生育酚的 RSD=0.86%, β -谷甾醇的

RSD=1.48%, 角鲨烯的 RSD=1.32%。上述结果均符合试验要求。

2.6 加样回收率试验

精密称取已测含量的同一批样品, 按照“1.3.3”项的方法制备样品, 精密移取一定体积的上述溶液, 加入适量的 γ -生育酚、 β -谷甾醇和角鲨烯的标准品溶液, 测定其含量, 并计算回收率。结果如表 4、表 5 和表 6 所示, γ -生育酚的 RSD=1.28%, β -谷甾醇的 RSD=1.54%, 角鲨烯的 RSD=1.58%。上述结果均符合试验要求。

表 3 γ -生育酚、 β -谷甾醇和角鲨烯重复性试验结果

Table 3 Repeatability of γ -antisterility vitamin, β -sitosterol and squalene

序号	序号	样品质量/g	β -谷甾醇质量/(mg/100 g)	平均值	RSD/%
γ -生育酚	1	4.8902	0.7252	0.74	0.86
	2	4.9015	0.7284		
	3	4.9198	0.7385		
	4	4.9005	0.7418		
	5	4.9100	0.7425		
	6	4.9251	0.7423		
β -谷甾醇	1	4.8902	58.8055	60.62	1.48
	2	4.9015	60.9991		
	3	4.9198	60.7785		
	4	4.9005	60.9546		
	5	4.9100	61.1785		
	6	4.9251	60.9974		
角鲨烯	1	4.8902	2.5394	2.61	1.32
	2	4.9015	2.6272		
	3	4.9198	2.6147		
	4	4.9005	2.6253		
	5	4.9100	2.6229		
	6	4.9251	2.6261		

表 4 γ -生育酚加样回收率试验结果

Table 4 Average recoveries of γ -antisterility vitamin

取样量/mg	原有量/mg	加入量/mg	实测值/mg	加样回收率/%	平均值加样回收率/%	RSD/%
5.0133	0.0072	0.0086	0.0155	96.43	97.13	1.28
5.0140	0.0069	0.0083	0.0149	96.31		
5.0159	0.0076	0.0090	0.0163	96.59		
5.0129	0.0064	0.0068	0.0130	96.96		
5.0189	0.0058	0.0061	0.0117	96.61		
5.0117	0.0054	0.0057	0.0109	96.37		
5.0121	0.0075	0.0061	0.0135	98.36		
5.0166	0.0060	0.0049	0.0109	100.00		
5.0167	0.0071	0.0058	0.0127	96.55		

表5 β -谷甾醇加样回收率试验结果

Table 5 Average recoveries of β -sitosterol

取样量/mg	原有量/mg	加入量/mg	实测值/mg	加样回收率/%	平均值加样回收率/%	RSD/%
5.0133	0.6452	0.7716	1.4205	100.49		
5.0140	0.6358	0.7751	1.4198	101.15		
5.0159	0.6422	0.7752	1.4201	100.35		
5.0129	0.6490	0.6471	1.2932	99.55		
5.0189	0.6330	0.6349	1.2483	96.91	100.23	1.54
5.0117	0.6457	0.6409	1.2891	100.39		
5.0121	0.6619	0.5290	1.1894	99.72		
5.0166	0.6554	0.5285	1.1885	100.87		
5.0167	0.6461	0.5267	1.1869	102.68		

表6 角鲨烯加样回收率试验结果

Table 6 Average recoveries of squalene

取样量/mg	原有量/mg	加入量/mg	实测值/mg	加样回收率/%	平均值加样回收率/%	RSD/%
5.0133	0.0298	0.0358	0.0655	99.80		
5.0140	0.0302	0.0360	0.0651	97.02		
5.0159	0.0317	0.0375	0.0679	96.44		
5.0129	0.0305	0.0312	0.0606	96.47		
5.0189	0.0318	0.0335	0.0644	97.43	98.09	1.58
5.0117	0.0314	0.0327	0.0639	99.39		
5.0121	0.0304	0.0241	0.0537	96.68		
5.0166	0.0321	0.0259	0.0581	100.39		
5.0167	0.0300	0.0236	0.0534	99.15		

2.7 样品含量测定

取同一条件下制备的不同批次的超临界萃取的油茶籽油,按照“1.3.3”项下的方法制备供试品溶液,检测

样品中 γ -生育酚、 β -谷甾醇和角鲨烯的含量。油茶籽油液相色谱图如图1所示,检测结果如表7所示,表明三批样品的测定结果重复性较好。

表7 油茶籽油样品中营养成分的含量(mg/100g)

Table 7 Determination of nutrient content in camellia oil samples

样品批号	γ -生育酚含量	β -谷甾醇含量	角鲨烯含量
2017102701	0.717	64.285	3.163
2017102702	0.719	64.567	3.111
2017102703	0.722	64.328	3.136

3 结论

本研究开发了一种高效、快速检测油茶籽油中的 γ -生育酚、 β -谷甾醇和角鲨烯的方法。通过对该方法线性度、重复性、稳定性和加样回收率的考察,结果表明该方法有效可信,可以用于油茶籽油的品质控制,对油茶籽油的推广应用具有重要意义。在该方法下,对本实验室超临界提取的同一条件下,不同批次的油茶籽油进行了相关分析,重复性较好。

参考文献

[1] 张宏达.山茶属植物的系统研究[M].广州:中山大学出版社,1981
ZHANG Hong-da. The systematic study of the camellia plant [M]. Guangzhou: Sun Yat-Sen University Science and Technology Press, 1981

[2] 柏云爱,宋大海,张富强,等.油茶籽油与橄榄油营养价值的比较[J].中国油脂,2008,33(3):39-41
BAI Yun-ai, SONG Da-hai, ZHANG Fu-qiang, et al. Comparison of the nutritional value in camellia oil and olive oil [J]. China Oils and Fats, 2008, 33(3): 39-41

[3] 吴雪辉,陆顺忠.茶油的保健功能作用及开发前景[J].食品

- 科技,2005,8:94-96
- WU Xue-hui, LU Shun-zhong. Health function and development prospect of tea oil [J]. Food Science and Technology, 2005, 8: 94-96
- [4] 廖书娟,吉当玲.茶油脂肪酸组成及其营养保健功能[J].粮食与油脂,2005,6:7-9
- LIAO Shu-juan, JI Dang-ling. The fatty acid composition and nutritional health function of tea oil [J]. Cereals and Oils, 2005, 6: 7-9
- [5] 李远志,赖红华.茶籽的加工和利用[J].广州食品工业科技, 1994,1:56-57
- LI Yuan-zhi, LAI Hong-hua. The processing and utilization of tea seeds [J]. Guangzhou Food Industry Technology, 1994, 1: 56-57
- [6] Daisaku Miuraa, Yoshishige Kidab, Hiroshi Nojima. Camellia oil and its distillate fractions effectively inhibit the spontaneous metastasis of mouse melanoma BL6 cells [J]. FEBS Letters, 2007, 581(13): 2541-2548
- [7] Yingying Wang, Xuejun Cao. Enzymatic synthesis of fatty acid ethyl esters by utilizing camellia oil soapstocks and diethyl carbonate [J]. Bioresource Technology, 2011, 102(22): 10173-10179
- [8] 姚小华,王开良,任华东,等.油茶资源与科学利用研究[M].北京:科学出版社,2012
- YAO Xiao-hua, WANG Kai-liang, REN Hua-dong, et al. The research on oil camellia resources and its scientific utilization [M]. Beijing: Science Press, 2012
- [9] 汤富彬,沈丹玉,刘毅华,等.油茶籽油和橄榄油中主要化学成分分析[J].中国粮油学报,2013,28(7):10
- TANG Fu-bin, SHEN Dan-yu, LIU Yi-hua, et al. Analysis of main chemical components in camellia oil and olive oil [J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2013, 28 (7): 10
- [10] 仲山民,杨凯,王超,等.不同种类油茶籽油的品质分析与比较[J].经济林研究,2015,33(2):26-33
- ZHONG Shan-min, YANG Kai, WANG Chao, et al. Quality analysis and comparisons of different kinds of Camellia oleifera seed oil [J]. Nonwood Forest Research, 2015, 33(2): 26-33
- [11] 刘瑞兴,张智敏,吴苏喜,等.水酶法提取油茶籽油的工艺优化及其营养成分分析[J].中国粮油学报,2012,27(12):54-61
- LIU Rui-xing, ZHANG Zhi-min, WU Su-xi, et al. The process optimization and nutrient composition analysis of oil tea seed oil extracted by water enzymatic method [J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2012, 27(12): 54-61
- [12] 恽卓婷,廖鲜艳,翁新楚.茶叶籽油与油茶籽油理化性质及脂肪酸组成比较[J].食品工业科技,2011,32(6):136-138
- YUN Zhuo-ting, LIAO Xian-yan, WENG Xin-chu. Comparison of physicochemical properties and fatty acids composition of tea seed oil and camellia oleifera seed oil [J]. Science and Technology of Food Industry, 2011, 32(6): 136-138
- [13] 任传义,张延平,汤富彬,等.油茶籽油、橄榄油、核桃油、香榧油中主要化学成分分析[J].食品安全质量检测学报, 2015,12:5011-5016
- REN Chuan-yi, ZHANG Yan-ping, TANG Fu-bin, et al. Analysis of main chemical components in camellia oil, olive oil, walnut oil and torreyia seeds oil [J]. Journal of Food Safety and Quality, 2015, 12: 5011-5016
- [14] 张东生,薛雅琳,金青哲,等.油茶籽油中角鲨烯含量的测定[J].中国油脂,2013,38(11):85-88
- ZHANG Dong-sheng, XUE Ya-lin, JIN Qing-zhe, et al. Determination of squalene in oil-tea camellia seed oil [J]. China Oils and Fats, 2013, 38(11): 85-88
- [15] 钟冬莲,汤富彬,沈丹玉,等.油茶籽油中角鲨烯含量的气相色谱法测定[J].分析实验室,2011,30(11):104-106
- ZHONG Dong-lian, TANG Fu-bin, SHEN Dan-yu, et al. Determination the content of squalene in oil-tea camellia seed oil by GC chromatography [J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2011, 30(11): 104-106