

凝胶渗透色谱法测定食用植物油中苯并(a)芘

徐明雅¹, 潘丹杰¹, 金米聪²

(1. 杭州市粮油中心检验监测站, 浙江 杭州 310009;

2. 宁波市疾病预防控制中心, 浙江省微量有毒化学物健康风险评估技术研究重点实验室, 浙江 宁波 315010)

摘要: 建立简便、准确的食用植物油中苯并(a)芘测定的凝胶渗透色谱-液相色谱荧光检测方法。样品经环己烷-乙酸乙酯(1:1, V/V)溶解, 利用凝胶渗透色谱系统净化, 洗脱液经真空旋转蒸发浓缩后氮吹至干, 乙腈定容后用带荧光检测器的高效液相色谱仪测定。结果, 苯并(a)芘在0.21~52.50 ng/mL范围具有良好的线性, 检出限为0.2 μg/kg, 最低定量限为0.7 μg/kg, 灵敏度高、线性好、范围宽。三级大豆油、四级菜籽油、一级菜籽油、一级山茶油、芝麻油、橄榄油共6种不同种类和级别的食用植物油加标样品中低、中、高3个添加水平的回收率在98.6%~103.5%之间, 相对标准偏差(n=6)在2.98%~4.69%之间。2 a跟踪测定1份芝麻油阳性样品10次, 其平均值为10.94 μg/kg, 相对标准偏差为2.12%。建立的方法操作简单, 能有效去除油脂基质的干扰, 准确度高, 重复性好, 克服了GB/T 22509—2008《动植物油脂 苯并(a)芘的测定: 反相高效液相色谱法》方法测定苯并(a)芘时氧化铝活度不易控制的技术难题, 检测批量植物油样品中苯并(a)芘时效率提高。

关键词: 凝胶渗透色谱; 高效液相色谱; 食用植物油; 苯并(a)芘

Determination of Benzo(a) Pyrene in Edible Vegetable Oils by Gel Permeation Chromatography

XU Mingya¹, PAN Danjie¹, JIN Micong²

(1. Hangzhou Grain and Oil Central Inspection Station, Hangzhou 310009, China; 2. Zhejiang Provincial Key Laboratory of Health Risk Appraisal for Trace Toxic Chemicals, Ningbo Municipal Center for Disease Control and Prevention, Ningbo 315010, China)

Abstract: A gel permeation chromatography (GPC) method for sample clean-up, followed by high performance liquid chromatography (HPLC) with fluorescence detection was developed for the determination of benzo(a)pyrene (BaP) in edible vegetable oils. The samples were cleaned up by GPC, evaporated under vacuum atmosphere and then determined by HPLC. The results showed this method was sensitive and had a good linearity within the concentration range of 0.21–52.50 ng/mL. The limit of detection was 0.2 μg/kg and the limit of quantization was 0.7 μg/kg. The mean recoveries of standard additions in different kinds and grades of edible vegetable oils were between 98.6% and 103.5%, with relative standard deviations (RSDs) (n = 6) in the range of 2.98%–4.69%. The average of ten repeated determinations of BaP in one positive sample during the years 2011 to 2013 was 10.94 μg/kg with a RSD of 2.12%, suggesting good repeatability of this method. This GPC-HPLC method is simple, sensitive and reliable for the determination of benzo(a)pyrene in edible vegetable oils.

Key words: gel permeation chromatography (GPC); high performance liquid chromatography (HPLC); edible vegetable oil; benzo(a)pyrene

中图分类号: O657.7

文献标志码: A

文章编号: 1002-6630(2015)08-0240-04

doi:10.7506/spkx1002-6630-201508045

苯并(a)芘, 又名3,4-苯并芘(benzo(a)pyrene, BaP), 可溶于苯、甲苯、环己烷, 少溶于醇, 具有高度的脂溶性^[1-2]。BaP是多环芳烃类化合物的典型代表化合物, 一般来源于有机燃料的不完全燃烧, 可在烟草烟雾、汽车尾气以及油炸烟熏烧烤食物中被检测到^[3]。GB 2762—2012《食品中污染物限量》^[4]规定油脂及其制品中BaP限量值为10 μg/kg。

测定BaP的国家标准主要有GB/T 5009.27—2003《食品中苯并(a)芘的测定》^[5]和GB/T 22509—2008《动植物油脂: 苯并(a)芘的测定: 反相高效液相色谱法》^[6]。GB/T 5009.27—2003《食品中苯并(a)芘的测定》^[5]方法因过程复杂、有毒溶剂用量大、荧光本底干扰多、耗时, 检测灵敏度不高, 很难满足批量检测的要求。虽然GB/T 22509—2008^[6]规定了氧化铝柱净化、高效液相色谱

收稿日期: 2014-07-02

作者简介: 徐明雅(1982—), 女, 工程师, 硕士, 研究方向为粮油及制品的检测。E-mail: 2528491555@qq.com

(high performance liquid chromatography, HPLC) 测定的方法, 但是该方法中氧化铝的活度控制是技术难点, 不易掌握, 实际检测中样品测定结果的重复性不理想。

凝胶渗透色谱 (gel permeation chromatography, GPC) 常用于高脂肪样品的目标物净化^[7]。GPC能很好地去除样品基质中可能干扰目标化合物的油脂、色素、生物碱、聚合物等高分子化合物^[8]。GPC的应用已经比较普遍, 在糙米、果蔬、大豆中农药残留量的测定^[9-12], 食品中抗氧化剂、邻苯二甲酸酯的测定^[13-14]等国标方法中已经将GPC作为前处理的主要方法之一。随着全自动GPC仪的快速发展, 徐明雅等^[15]报道了凝胶色谱-高效液相色谱法检测BaP的方法, 对GPC的色谱条件和样品浓缩方法进行了摸索, 但缺乏对阳性样品、复杂样品的检测报道。马君刚^[16]、诸葛庆^[17]等也报道了凝胶色谱-高效液相色谱-荧光检测法的检测方法, 方法回收率高, 准确性好, 但是对检测不同等级、不同种类油脂的适用情况和对GPC在处理多批样品后是否长效稳定、与国标方法的优化衔接等没有深入报道。本实验在GB/T 22509—2008基础上, 对前处理过程进行改进, 以全自动GPC仪代替氧化铝层析柱进行净化, 省去氧化铝活度调整和手工填充柱子的麻烦, 使得前处理自动化程度提高, 同时对色谱条件进行优化, 用C₁₈柱代替多环芳烃检测专用柱, 建立GPC-HPLC方法测定食用植物油中BaP, 以期为国标方法的修订提供参考。

1 材料与方 法

1.1 材料与试剂

食用植物油 (三级浸出大豆油、四级压榨菜籽油、一级压榨菜籽油、一级压榨山茶油、香油二级芝麻油、初榨橄榄油等) 市售; BaP标准溶液 (5.25 μg/mL, 相对不确定度2.6%, $k=2$) 中国计量科学研究院; 乙酸乙酯-环己烷 (1:1, V/V)、乙腈 (均为色谱纯) 德国CNW公司。

1.2 仪器与设备

Vario全自动凝胶净化系统 (GPC柱规格: 700 mm×25 mm, 填料: Bio. Beads S-X3) 德国LC Tech公司; SENCO R-201旋转蒸发仪 (配有250 mL梨形烧瓶) 上海申顺生物科技有限公司; e2695高效液相色谱仪 (配有2475荧光检测器、Empower软件) 美国Waters公司。

1.3 方法

1.3.1 标准溶液的配制

BaP加标使用溶液: 将质量浓度为5.25 μg/mL BaP标准溶液用乙酸乙酯-环己烷 (1:1, V/V) 逐级稀释至21.00 ng/mL。

BaP标准曲线系列溶液: 将质量浓度为5.25 μg/mL BaP标准溶液用乙腈逐级稀释得到质量浓度0.21、0.42、0.84、2.10、4.20、10.50、21.00、52.50 ng/mL。

1.3.2 样品GPC净化^[15]

准确称取食用植物油样品约2 g (精确到0.1 mg) 到10.0 mL具塞刻度试管中, 乙酸乙酯-环己烷溶解并定容至10.0 mL。充分混匀后经0.45 μm微孔过滤膜过滤至GPC样品瓶中, 待GPC净化。

GPC条件: 样品吸取量: 5 000 μL; 流动相: 乙酸乙酯-环己烷 (1:1, V/V); 流速: 5.0 mL/min; 预运行时间1 560 s, 主运行时间1 320 s, 尾洗时间720 s, 系统冲洗3次。

1.3.3 样品浓缩^[15]

真空旋转蒸发: 将GPC收集液转移到250 mL梨形烧瓶中, 水浴温度35 °C, 真空度0.09 MPa条件下旋转蒸发至近干, 氮吹至干, 准确移取1.0 mL乙腈至梨形烧瓶中, 充分溶解后将样品转移到2 mL样品瓶中, 待HPLC分析。

1.3.4 HPLC条件

Waters SunFire™ C₁₈色谱柱 (4.6 mm×150 mm, 5 μm); 柱温: 35 °C; 流动相: 乙腈-水为88:12 (V/V); 流速: 1.0 mL/min; 进样量: 10 μL; 激发波长384 nm, 发射波长406 nm。

1.3.5 方法长效稳定性考察

考察GPC处理系统经过长时间、多样品处理后是否保持稳定, 2011—2013年期间, 对含BaP 11 μg/kg的芝麻油样品 (4 °C冷藏) 进行跟踪检测, 隔3个月测定1次, 共测定10次, 每次测定平行测定3次。每次测定时同时制备BaP 10 μg/kg的加标样品作为质量控制 (quality control, QC) 样品同时检测, QC样品回收率在98%~104%范围内认为质控通过, 测定结果可靠。依据色谱图中杂峰情况和测定结果考察本方法长效稳定性。

2 结果与分析

2.1 样品前处理方法的改进

2.1.1 净化方法

GB/T 22509—2008^[5]前处理采用氧化铝柱, 方法中规定2次独立测试结果的绝对差值不能超过重复性限 $r=0.0843m+0.313$ 和再现性限 $R=0.100m+0.256$ 的要求 (式中, m 为两次测定结果的算术平均值), 而日常检验工作中经常出现平行双试样测定结果超出该要求, 需要重新测定的情况, 比如双试样测定结果为5.6、6.5 μg/kg, 绝对差值为0.9 μg/kg, 大于重复性限 r ($r=0.82$), 不满足重复性限要求。原因主要在于: 1) 油脂和BaP之间的分离平衡对氧化铝活性非常敏感, 而活度又很难控制; 2) 不同品牌不同批次氧化铝活性存在差异; 3) 环境因素特别是空气中水分影响氧化铝活性;

4) 方法中提供的氧化铝活度测试方法, 本身有一定的误差; 5) 氧化铝吸附能力有限, 处理的样品量有限; 6) 柱子填充效果对杂质和目标物流出曲线有影响。基于上述原因, 不仅需要通过反复测定质控样品——调整水的添加量来确认合适的氧化铝活性, 而且需要稳定的柱子填充技艺, 要求高、操作繁琐。

杨琳等^[18]报道了采用乙腈饱和正己烷液-液提取的方法进行前处理, 吴海智等^[19]则采用四氢呋喃-乙腈溶解定容后直接测定, 虽然简便, 但是检出限高, 干扰杂质多, 对高效液相系统特别是色谱柱的污染和损伤严重。另外, 吴敏^[20]、Dost^[21]、胡浩军^[22]等报道的固相萃取前处理中都需要对油脂进行皂化, 步骤繁琐, 王红青^[23]、戴启凤^[24]、文君^[25]等报道的固相萃取方法样品处理量小, 仅为0.3 g油脂。实验中发现: 由于固相萃取柱柱容量小, 对未经精炼和精炼程度低的三级、四级菜籽油、芝麻油等复杂基质样品的净化能力有限, 固相萃取处理后的样品液浓缩后有黄褐色油状物残留。

全自动GPC处理系统, 其原理为分子空间排阻, 油脂分子和BaP分子大小差距大, 可以有效分离, 凝胶分子对BaP理论上不存在吸附, 使得洗脱简单, 即使BaP含量高, 也容易恢复到初始柱效, 柱子可重复使用。本实验采用的GPC处理系统样品处理量可以达到1 g油脂, 由于上样体积和流速控制精准, 方法的精密度和重复性高。图1是四级压榨菜籽油样品经GPC净化、浓缩和测定的色谱图, 测定值为12.6 μg/kg。由图1可见, GPC前处理对于精炼程度低、色泽深、基质复杂的初级压榨植物油样品也可以去除油脂基质干扰, 有效净化, 方法可行。

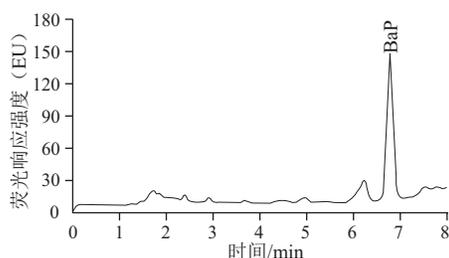


图1 四级菜籽油BaP阳性样品色谱图

Fig.1 Chromatography of BaP positive sample

2.1.2 浓缩和定容方法

以真空旋转蒸发代替旋转蒸发, 温度由GB/T 22509—2008的65 °C降低为35 °C, 而且蒸发速度加快、时间缩短。一步浓缩至近干, 氮吹至干后, 直接以1.0 mL乙腈而不是100 μL乙腈-四氢呋喃混合试剂溶解样品。目的是通过增加定容溶剂体积的方法代替反复洗涤、浓缩、定容的步骤, 并且只需普通2 mL样品瓶, 不需要特殊样品瓶。仅乙腈就可以满足测试要求, 不需要特别引入四氢呋喃, 避免了国标法的麻烦。

2.2 HPLC色谱条件的改进

GB/T 22509—2008采用25 cm多环芳烃色谱柱长柱作为HPLC分析柱, 本实验中采用15 cm C₁₈短柱作为分析柱, 由图1可以看出, 杂质和BaP目标峰有效分离, 说明15 cm C₁₈短柱可以满足检测要求, 如果不具备多环芳烃色谱柱, 可以采用实验室普遍配备的C₁₈柱代替, 省去添置的麻烦。其余色谱条件, 不需做更改。

2.3 线性范围和检出限

BaP标准溶液系列, 按法进样分析, 结果表明BaP在0.21~52.50 ng/mL范围呈现良好的线性, 以溶液中BaP的质量浓度 X (ng/mL) 对峰面积 Y 进行线性回归, 线性回归方程为 $Y=1.27 \times 10^6 X + 1.47 \times 10^4$, 相关系数 R 为0.999 9, 灵敏度高、线性好、范围宽。

采用在空白基质中添加BaP标准溶液的方法, 以 R_{SN} 为3计算出的检出限为0.2 μg/kg, 以 R_{SN} 为10计算出的最低定量限为0.7 μg/kg。

2.4 回收率和精密度

取不含BaP的三级大豆油、四级菜籽油、一级菜籽油、一级山茶油、芝麻油、橄榄油样品各一个, 准确称取各样品(1.680 0±0.000 2) g于10 mL容量瓶中, 然后准确加入一定量的BaP加标使用溶液, 用乙酸乙酯-环己烷(1:1, V/V) 溶液定容至刻度, 充分混匀后经0.45 μm微孔过滤膜过滤至GPC样品瓶中, 配成低、中、高3个水平的QC样品, 每一平行测定6次(表1)。结果表明, 样品中低、中、高3个水平的添加均具有较好的精密性与准确度, 回收率在98.6%~103.5%之间, 相对标准偏差在2.98%~4.69%之间, 不受植物油的品种、等级、工艺的影响。

表1 加标回收率和精密度 ($\bar{x} \pm s, n=6$)
Table 1 Spiked recoveries and RSDs ($\bar{x} \pm s, n=6$)

| 样品名称 (等级工艺) | 添加量/ (μg/kg) | 测定值/ (μg/kg) | 回收 率/% | 相对标准 偏差/% |
|----------------|-----------------|-----------------|-----------|--------------|
| 大豆油 (三级浸出) | 5.0 | 5.06±0.23 | 101.1 | 4.50 |
| | 10.0 | 10.04±0.42 | 100.4 | 4.21 |
| | 50.0 | 50.69±1.92 | 101.4 | 3.78 |
| 菜籽油 (四级压榨) | 5.0 | 5.01±0.22 | 100.0 | 4.35 |
| | 10.0 | 10.20±0.41 | 102.0 | 4.01 |
| | 50.0 | 50.41±1.88 | 100.8 | 3.73 |
| 菜籽油 (一级压榨) | 5.0 | 4.93±0.23 | 98.6 | 4.69 |
| | 10.0 | 9.98±0.33 | 99.8 | 3.35 |
| | 50.0 | 51.73±1.63 | 103.5 | 3.15 |
| 山茶油 (一级压榨) | 5.0 | 5.13±0.18 | 102.6 | 3.43 |
| | 10.0 | 10.18±0.42 | 101.8 | 4.12 |
| | 50.0 | 50.66±1.51 | 101.3 | 2.98 |
| 芝麻油 (香油二级) | 5.0 | 5.04±0.23 | 100.9 | 4.50 |
| | 10.0 | 10.14±0.45 | 101.4 | 4.40 |
| | 50.0 | 50.90±1.78 | 101.8 | 3.49 |
| 橄榄油 (初榨) | 5.0 | 4.98±0.22 | 99.6 | 4.40 |
| | 10.0 | 9.95±0.40 | 99.5 | 4.00 |
| | 50.0 | 50.07±1.65 | 100.1 | 3.31 |

虽然上述BaP标准溶液添加到油脂样品中进行加标回收考察时, 结果理想, 但是将BaP标准溶液直接按GPC-HPLC法进行加标回收考察, 回收率仅为14.2%, 说明样品基质效应非常显著。因此, 进行GPC流出曲线考察时必须将标准溶液添加到植物油样品中, 否则得到的流出时间不能和实际样品匹配。

2.5 方法长效稳定性

表2 阳性样品跟踪检测结果 ($\bar{x} \pm s$)

Table 2 Results of repeated determinations of the same BaP positive sample ($\bar{x} \pm s$)

| 序号 | 测定值/ ($\mu\text{g}/\text{kg}$) | 平均值/ ($\mu\text{g}/\text{kg}$) (n=3) | 相对标准 偏差/% (n=3) | 平均值/ ($\mu\text{g}/\text{kg}$) (n=10) | 相对标准偏 差/% (n=10) |
|----|-------------------------------------|---|--------------------|---|---------------------|
| 1 | 10.56, 10.27, 10.84 | 10.56±0.23 | 2.20 | | |
| 2 | 10.78, 10.53, 11.21 | 10.84±0.28 | 2.59 | | |
| 3 | 11.16, 10.88, 11.01 | 11.02±0.11 | 1.04 | | |
| 4 | 11.16, 10.95, 10.71 | 10.94±0.18 | 1.68 | | |
| 5 | 10.74, 11.05, 10.53 | 10.77±0.21 | 1.98 | | |
| 6 | 10.97, 10.86, 11.15 | 10.99±0.12 | 1.09 | 10.94±0.23 | 2.12 |
| 7 | 11.04, 11.13, 10.88 | 11.02±0.10 | 0.94 | | |
| 8 | 11.27, 11.13, 11.39 | 11.26±0.11 | 0.94 | | |
| 9 | 10.95, 10.59, 10.28 | 10.61±0.27 | 2.58 | | |
| 10 | 11.17, 11.59, 11.09 | 11.28±0.22 | 1.94 | | |

跟踪检测含BaP的芝麻油样品期间, 该GPC系统共处理植物油样品1451批次。10次检测中, 图谱重复性较好, 杂质峰集中在4 min前, 荧光响应强度稳定在30以内, QC样品回收率在98%~104%范围内, 表2是10次跟踪检测结果。结果表明, 10次测定结果在10.56~11.28 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 之间, 平均值为(10.94±0.23) $\mu\text{g}/\text{kg}$, 相对标准偏差为2.12%。可见: GPC系统处理多样品后保持稳定, GPC-HPLC方法长效稳定, 同时说明冷藏条件下芝麻油中BaP质量分数稳定。

3 结论

本实验对GB/T 22509—2008进行改进, 建立了GPC-HPLC法测定食用植物油中BaP含量的方法, 并进行了加标回收考察和阳性样品跟踪检测。结果表明: 该方法操作简单, 能有效去除油脂基质干扰, 准确度高, 重复性好, 是一种灵敏度高、线性范围宽, 样品适应性强, 高效稳定的检测方法, 前处理过程较GB/T 22509—2008自动化程度提高, 过程简化, 在批量食用植物油样品中BaP的测定时效率提高。

参考文献:

[1] LUTTRELL W E, THOMAS C J, Toxic tips: benzo(a)pyrene[J]. Journal of Chemical Health and Safety, 2007, 14: 21-22.

[2] MAKAROV V I, SAMSONOV Y N, KOROLEV V V, et al. Contents of 3,4-benzo(a)pyrene and dibutyl phthalate in background atmospheric aerosols in west Siberia, and in wind drifted aerosol exhaust out of the chimneys of heat power station[J]. Journal of Aerosol Science, 1996, 27(Suppl 1): 119-120.

[3] 李隽喙, 巴乾, 黄超, 等. 苯并(a)芘的健康危害及作用机制研究进展[J]. 中华预防医学杂志, 2014(2): 154-156.

[4] 卫生部. GB 2762—2012 食品中污染物限量[S]. 北京: 中国标准出版社, 2012.

[5] 辽宁省卫生防疫站. GB/T 5009.27—2003 食品中苯并(a)芘的测定[S]. 北京: 中国标准出版社, 2003.

[6] 董广彬, 郑顺利, 王春燕, 等. GB/T 22509—2008 动植物油脂: 苯并(a)芘的测定: 反相高效液相色谱法[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.

[7] FONTCUBERTA M, ARQUÉS J, VILLALBÍ J R, et al. Chlorinated organic pesticides in marketed food: Barcelona, 2001-06[J]. Science of the Total Environment, 2008, 389(1): 52-57.

[8] MUKHERJEE I, GOPAL M. Chromatographic techniques in the analysis of organochlorine pesticide residues[J]. Journal of Chromatography A, 1996, 754(1/2): 33-42.

[9] 沈崇钰, 储晓刚, 徐锦忠, 等. GB/T 5009.207—2008 糙米中50种有机磷农药残留量的测定[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.

[10] 牟峻, 王明泰, 邹明强, 等. GB/T 5009.218—2008 水果和蔬菜中多种农药残留量的测定[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.

[11] 陈冬东, 祁彦, 张新忠, 等. GB/T 23816—2009 大豆中三嗪类除草剂残留量的测定[S]. 北京: 中国标准出版社, 2009.

[12] 李晓娟, 祁彦, 张新忠, 等. GB/T 23818—2009 大豆中咪唑啉酮类除草剂残留量的测定[S]. 北京: 中国标准出版社, 2009.

[13] 穆同娜, 许华, 赵玉琪, 等. GB/T 23373—2009 食品中抗氧化剂丁基羟基茴香醚(BHA)、二丁基羟基甲苯(BHT)与特丁基对苯二酚(TBHQ)的测定[S]. 北京: 中国标准出版社, 2009.

[14] 常宇文, 李伟, 周相娟, 等. GB/T 21911—2008 食品中邻苯二甲酸酯的测定[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.

[15] 徐明雅, 潘丹杰, 夏必坤. 凝胶渗透色谱-高效液相色谱法测定食用植物油中苯并(a)芘含量的研究[J]. 理化检验: 化学分册, 2011, 47(增刊1): 172-173; 177.

[16] 马君刚, 张煌涛, 于红, 等. GPC-HPLC-FLD法测定动植物油脂中的苯并(a)芘[J]. 食品科学, 2012, 33(10): 278-281.

[17] 诸葛庆, 葛乐勇, 曾红燕, 等. GPC-HPLC-FLD法检测食用植物油中的苯并(a)芘[J]. 食品科技, 2013, 38(8): 294-297.

[18] 杨琳, 陈青俊, 欧菊芳, 等. 高效液相色谱法快速测定植物油中苯并(a)芘含量[J]. 粮食与油脂, 2012(7): 34-36.

[19] 吴海智, 周丛, 袁列江, 等. 高效液相色谱法快速测定植物油中苯并芘的研究[J]. 安徽农业科学, 2011, 39(10): 6075-6076.

[20] 吴敏, 李政, 黎翠玉, 等. 固相萃取-高效液相色谱-荧光检测法联合测定食品中苯并(a)芘[J]. 食品安全质量检测学报, 2012, 3(2): 82-88.

[21] DOST K, IDELI C. Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in edible oils and barbecued food by HPLC/UV-Vis detection[J]. Food Chemistry, 2012, 133(1): 193-199.

[22] 胡浩军, 侯逸众, 黄方取. 固相萃取-气相色谱-质谱法测定植物油中苯并(a)芘和苯并(e)芘[J]. 中国卫生检验杂志, 2014, 24(11): 1570-1572.

[23] 王红青, 韩里明, 屠海云, 等. 固相萃取-超高效液相色谱法测定植物油中苯并(a)芘[J]. 食品科学, 2012, 33(14): 216-218.

[24] 戴启凤, 徐敏. 反相高效液相色谱法测定芝麻油中苯并(a)芘[J]. 科技创新导报, 2014(11): 102-103.

[25] 文君, 孙丹红, 王希希. 高效液相色谱法测定植物油中苯并(a)芘[J]. 预防医学情报杂志, 2013, 29(12): 1074-1077.