

使用芥酸酰胺作为润滑剂,且芥酸酰胺在乙醇介质中有相对较好的溶解性。

3 小结

本法基于气相色谱-质谱法可有效测定芥酸酰胺类化合物与三氟醋酸酐的衍生产物,通过脂类替代试验达到测定食品接触材料中润滑剂在脂类食品模拟物中迁移量的目的。本方法操作简便,有较好的线性、准确度和重现性。

参考文献

- [1] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. SN/T 2280—2009 食品接触材料 塑料中受限物质 塑料中物质向食品及食品模拟物特定迁移试验方法和含量测定以及食品模拟物暴露条件选择的指南[S]. 北京:中国标准出版社,2009.
- [2] 宋帝,万杰,程刚,等. 改性聚苯醚吸收法测定高分子食品接触材料高温下全迁移物析出量[J]. 检验检疫学刊,2011,21

(3):26-28.

- [3] 中华人民共和国卫生部,中国国家标准化管理委员会. GB/T 5009.156—2003 食品用包装材料及其制品的浸泡试验方法通则[S]. 北京:中国标准出版社,2012.
- [4] 刘珊珊,李中皓,杨飞,等. LC-MS/MS法测定纸质包装材料中15种光引发剂向改性聚苯醚模拟物的迁移量[J]. 质谱学报,2015,36(2):168-176.
- [5] 房宁,巩俐彤,李倩,等. 气相色谱-质谱法测定食品接触材料中4种润滑剂的迁移量[J]. 中国食品卫生杂志,2014,26(6):562-565.
- [6] 于文涛,金明杰,李艳,等. GC-MS直接测定芥酸酰胺[J]. 分析实验室,2009,28(2):120-122.
- [7] LV G, WANG L, LIU J, et al. Method for determination of fatty acid amides in polyethylene packaging materials-gas chromatography/mass spectrometry [J]. Journal of Chromatography A, 2009, 1216(48):8545-8548.
- [8] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局,中国国家标准化管理委员会. GB/T 27404—2008 实验室质量控制规范 食品理化检测[S]. 北京:中国标准出版社,2009.

实验技术与方法

高效液相色谱-串联质谱法测定保健食品中的维生素 A、D、E

张鹏,朱姜,周元元,邹勇平,卢伟,张林

(扬州市产品质量监督检验所,江苏扬州 225000)

摘要:目的 建立高效液相色谱-串联质谱法同时测定保健食品中维生素 A、D、E 的分析方法。方法 样品中的维生素在氮气保护下进行皂化反应,经正己烷提取,旋蒸至近干后用流动相定容至一定体积,采用高效液相色谱-串联质谱法选择反应监测(SRM)正离子模式进行测定。结果 维生素 A、维生素 D₂、维生素 D₃、 α -维生素 E、 β -维生素 E、 γ -维生素 E 和 δ -维生素 E 的线性范围分别为 10~1 000、2~100、1~100、25~2 000、5~500、5~500、5~500 $\mu\text{g/L}$,且浓度范围内线性关系良好。方法的相对标准偏差范围为 1.3%~5.5% ($n=6$),保健食品中维生素 A、D、E 的平均回收率范围为 90.4%~105.0%,7 种维生素检出限分别为:维生素 A 2.0 $\mu\text{g/kg}$ 、维生素 D₂ 2.0 $\mu\text{g/kg}$ 、维生素 D₃ 0.2 $\mu\text{g/kg}$ 、 α -维生素 E 0.2 $\mu\text{g/kg}$ 、 β -维生素 E 0.5 $\mu\text{g/kg}$ 、 γ -维生素 E 0.5 $\mu\text{g/kg}$ 、 δ -维生素 E 1.0 $\mu\text{g/kg}$ 。结论 本法可同时对保健食品中维生素 A、D、E 进行定性和定量分析,方法的精密性、回收率和检出限能满足实际检测要求,可用于保健食品中维生素 A、D、E 含量的日常监测。

关键词:高效液相色谱-串联质谱;维生素 A;维生素 D;维生素 E;保健食品;脂溶性维生素

中图分类号:R155 文献标志码:A 文章编号:1004-8456(2016)03-0322-05

DOI:10.13590/j.cjfh.2016.03.010

Determination of vitamin A, D and E in function foods by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

ZHANG Peng, ZHU Jiang, ZHOU Yuan-yuan, ZOU Yong-ping, LU Wei, ZHANG Lin
(Yangzhou Product Quality Inspection Institute, Jiangsu Yangzhou 225000, China)

Abstract: Objective A method for simultaneous determination of vitamin A, D and E in function foods by a high

收稿日期:2016-01-13

基金项目:国家质检总局科技计划项目(2011QK137)

作者简介:张鹏 男 工程师 研究方向为食品检验和质量安全分析 E-mail:camp2002@163.com

performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS) was established. **Methods** Vitamins in the sample were saponified in the protection of nitrogen. After concentrated by rotary evaporation, and then dissolved by mobile phase, samples were determined by using HPLC-MS/MS selective reaction monitoring (SRM) determination of positive ion mode. **Results** The linear ranges were 10-1 000, 2-100, 1-100, 25-2 000, 5-500, 5-500 and 5-500 $\mu\text{g/L}$ for vitamin A, vitamin D₂, vitamin D₃, α -vitamin E, β -vitamin E, γ -vitamin E and δ -vitamin E respectively. The coefficient of variance of the method was in the range of 1.3% -5.5% ($n = 6$). The average recovery in function foods was in the range of 90.4% -105.0%. Detection limits of seven vitamins were as follows, 2.0 $\mu\text{g/kg}$ for vitamin A, 2.0 $\mu\text{g/kg}$ for vitamin D₂, 0.2 $\mu\text{g/kg}$ for vitamin D₃, 0.2 $\mu\text{g/kg}$ for α -vitamin E, 0.5 $\mu\text{g/kg}$ for β -vitamin E, 0.5 $\mu\text{g/kg}$ for γ -vitamin E, and 1.0 $\mu\text{g/kg}$ for δ -vitamin E. **Conclusion** The method could be used for the qualitative and quantitative analysis of vitamin A, D and E in function foods. Precision, recovery rate and detection limit of the method could meet the practical requirements. It could be used for daily monitoring of vitamin A, D and E content in function foods or in other foods.

Key words: High performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; vitamin A; vitamin D; vitamin E; function foods; fat-soluble vitamins

维生素 A、维生素 D 和维生素 E 是机体维持正常代谢和机能必需的脂溶性维生素。维生素 A 又称为视黄醇,主要用来提高视力并且增强免疫系统功能,同时还具有维持上皮细胞的正常结构、保证骨骼正常生长发育、改善铁吸收和转运、促进糖蛋白合成、增强机体免疫力等十分重要的作用^[1]。维生素 D 主要包括维生素 D₂(麦角钙化醇)和维生素 D₃(胆钙化醇),其能够促进小肠对钙和磷的吸收,提高人体血浆钙和磷的浓度。维生素 E 又称为生育酚,生育酚结构复杂,异构体种类多,其生物活性也千差万别,主要包括 α -生育酚、 β -生育酚、 γ -生育酚、 δ -生育酚,其中 α -生育酚的生物活性最高。生育酚具有促进生育、延缓衰老、辅助抑制肿瘤的作用,并对糖尿病并发症、动脉粥样硬化起到预防作用,但增补过量时会出现头痛、疲劳和视力异常等现象^[2]。

测定脂溶性维生素的方法有很多种,其中常见的方法有:层析法^[3]、分光光度法^[4]、气相色谱法^[5-6]、液相色谱法^[7-10],在众多的方法中,液相色谱法为测定脂溶性维生素的首选方法。以往对脂溶性维生素的检测多采用高效液相色谱(HPLC)分离后与多波长吸收或联合吸收或荧光吸收相结合的检测方法,存在分析时间长、灵敏度不高、定性定量不够准确的问题。而液质联用技术结合了高效液相色谱的高效分离能力和质谱的高分辨率和高灵敏度等优势,待测样品无需经过衍生化即可上机分析,可以缩短分析时间,提高分析的灵敏度和准确性。因此,本试验拟建立一种快速、灵敏、准确的高效液相色谱-串联质谱法(HPLC-MS/MS)同时测定保健食品中的维生素 A、D 和 E,使得样品处理简单易行,分析总周期能够缩短。

1 材料与方法

1.1 主要仪器与试剂

TSQ Quantum Access 三重四级杆液质联用仪(美国 Thermo Fisher)、超纯水仪、电子天平、超声波清洗器、水浴震荡器。

维生素 A 标准样品(BVBH1104V,纯度 $\geq 97\%$,美国 Sigma-Aldrich),维生素 D₂(CA17923900)、维生素 D₃(CA17924000)标准样品均购自德国 Dr Ehrenstorfer, α -维生素 E(LB92880V)、 β -维生素 E(LB93311V)、 γ -维生素 E(LB93691V)、 δ -维生素 E(LB92875V)标准样品均购自美国 Supelco,0.22 μm 针式微孔滤膜过滤器(上海安谱公司),氢氧化钠、乙酸铵、抗坏血酸、焦性没食子酸、2,6-二叔丁基对甲酚均为国产分析纯,甲醇、乙醇、乙腈、甲酸均为色谱纯试剂,试验用水符合分析实验室一级水要求^[11]。

1.2 方法

1.2.1 标准溶液的配制

在恒温避光条件下,精确称取标准品维生素 A、维生素 D₂、维生素 D₃、 α -维生素 E、 β -维生素 E、 γ -维生素 E 和 δ -维生素 E 至棕色容量瓶中,以乙醇(含 1 g/L 抗坏血酸)为溶剂配置成 1 mg/ml 的单标储备液。临用前,量取适量维生素单标储备液配制成维生素 A、D、E 混和标准使用液,维生素 A、维生素 D₂、维生素 D₃、 α -维生素 E、 β -维生素 E、 γ -维生素 E、 δ -维生素 E 的标准使用液浓度分别为 10、1、1、20、2、2.2 $\mu\text{g/ml}$ 。所有标准使用液现配现用,尽量减少因标准品不稳定对本试验带来的影响。

1.2.2 样品前处理

选择市售的保健品样品,在恒温避光条件下,准确称取 0.2 ~ 1.0 g 样品于 50 ml 棕色三角瓶中(片状样品需在避光条件下研磨均匀),加入 0.5 g 抗坏血酸和 15 ml 乙醇,充分摇匀待抗坏血酸完全

溶解后加入 5 ml 20% 的 KOH 溶液,充氮排出空气,盖好瓶盖放入 55 °C 水浴振荡器中反应 60 min,冷却后将反应液转入分液漏斗中,加入 20 ml 正己烷,震荡 10 min,静置分层,取上层有机相,水相再用 20 ml 正己烷萃取 2 次,合并有机相,水洗至中性,使用预先烘干的无水硫酸钠干燥。40 °C 下旋转蒸发至近干。用少量的甲醇超声震荡溶解,定容至一定体积,用 0.22 μm 滤膜过滤,待测。

1.2.3 仪器条件

色谱: Hypersil GOLD C₁₈ 色谱柱 (50 mm × 2.1 mm, 1.9 μm); 进样量 10 μl; 柱温 25 °C; 流动相: A 为甲醇, B 为 5 mmol 乙酸铵 (含 0.1% 甲酸) 梯度洗脱条件见表 1。

表 1 高效液相色谱梯度洗脱条件

Table 1 Gradient elution parameters of HPLC

时间/min	流速/(μl/min)	A/%	B/%
0	200	75	25
4	200	75	25
6	200	95	5
19	200	95	5
19.5	200	75	25
20	200	75	25

质谱: 电离方式为电喷雾电离源 (ESI), 正离子模式; 选择反应监测 (SRM) 扫描模式, 喷雾电压 4 500 V, 离子传输管温度 350 °C, 氮气作为鞘气和辅助气, 其中鞘气 241 kPa, 辅助气 1.7 L/min, 氩气作为碰撞气, 碰撞压力 200 mPa, SRM 离子对见表 2。

表 2 维生素 A、D、E 质谱分析参数

Table 2 MS/MS parameters for determination of VA, VD and VE

分析物	分子式	母离子 /(m/z)	子离子 /(m/z)	碰撞能量 /eV
维生素 A	C ₂₀ H ₃₀ O	269	90.9*, 92.9	34, 24
维生素 D ₂	C ₂₈ H ₄₄ O	397	105.0*, 378.9	44, 8
维生素 D ₃	C ₂₇ H ₄₄ O	385	258.9*, 367.0	11, 11
α-维生素 E	C ₂₉ H ₅₀ O ₂	431	164.9*, 342.4	36, 13
β-维生素 E	C ₂₈ H ₄₈ O ₂	417	123.0*, 150.7	38, 30
γ-维生素 E	C ₂₈ H ₄₈ O ₂	417	151.1*, 385.6	28, 5
δ-维生素 E	C ₂₇ H ₄₆ O ₂	403	109.5*, 137.1	35, 22

注: * 为定量离子

2 结果与分析

2.1 色谱条件的选择与优化

文献报道用于维生素分析的色谱柱多采用反相色谱柱^[12-13], 如 C₁₈ 柱。本试验选用 XDB C₁₈ 柱 (150 mm × 4.6 mm, 5 μm) 和 Hypersil C₁₈ 柱 (50 mm × 2.1 mm, 1.9 μm) 进行分离效果的比较, 结果显示, 用 Hypersil C₁₈ 柱, 所有组分都获得良好的分离效果且保留时间较稳定, 同时较低的流速有利于样品离子化效率的提高, 获得更好的灵敏度。

对流动相的选择, 经过查阅参考文献和相关资料^[14], 发现流动相的 pH 值对维生素的分离和保留具有明显影响, 因此本试验中采用 0.1% 甲酸来控制流动相的 pH 值。本试验初步选择甲醇和乙腈分别同 5 mmol 乙酸铵 (含 0.1% 甲酸) 作为流动相进行分离条件摸索。结果表明, 选择乙腈与 5 mmol 乙酸铵 (含 0.1% 甲酸) 按配比使用时, 分离效果一般, 且色谱峰出峰时间较长, 峰形较宽。使用甲醇与 5 mmol 乙酸铵 (含 0.1% 甲酸) 按配比使用后, 峰形得到明显改善, 分离效果较好。故选用甲醇与 5 mmol 乙酸铵 (含 0.1% 甲酸) 做为本次试验的流动相。

2.2 质谱条件的优化

使用蠕动针泵以 10 μl/min 的流速将适当浓度混合标准物质与流速为 200 μl/min 的流动相通过三通接头混合后注入质谱, 在质荷比 *m/z* 100 ~ 1 000 扫描范围内以正离子模式进行一级质谱扫描, 调节质谱参数, 确定喷雾电压、气体流量和毛细管温度, 优化锥孔电压, 确定目标物母离子。其中维生素 A [M + H - H₂O]⁺ 峰较强, 维生素 E 均为 [M + H]⁺ 峰。再进行二级质谱扫描, 选择合适的轰击能量, 确定定量离子和定性离子。7 种维生素标样的总离子流图及二级质谱图见图 1 和 2。

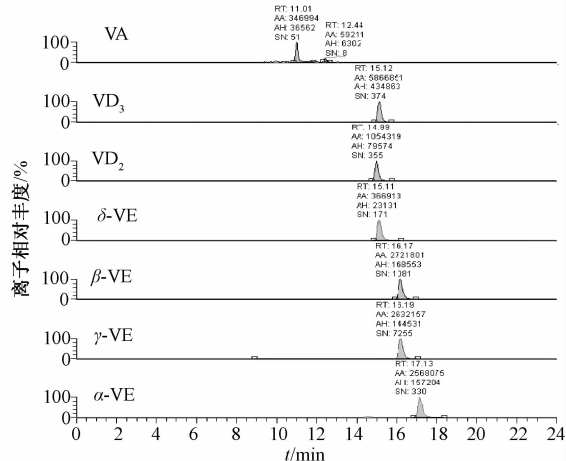


图 1 维生素 A、D、E 标样的总离子流图

Figure 1 Total ion current of VA, VD and VE standards

2.3 样品前处理条件的优化

文献报道维生素在皂化时需要添加抗氧化剂如 2,6-二叔丁基对甲酚 (BHT)、抗坏血酸、焦性没食子酸等^[12]。在样品前处理中, 分别选用这几种抗氧化剂, 对比其效果。结果表明, BHT 作为抗氧化剂时, 维生素普遍皂化不完全, 回收率普遍较低。而在使用抗坏血酸和焦性没食子酸作为抗氧化剂时, 维生素回收率比较理想, 但两者在使用效果上也有一些区别, 综合来看, 使用抗坏血酸作为抗氧

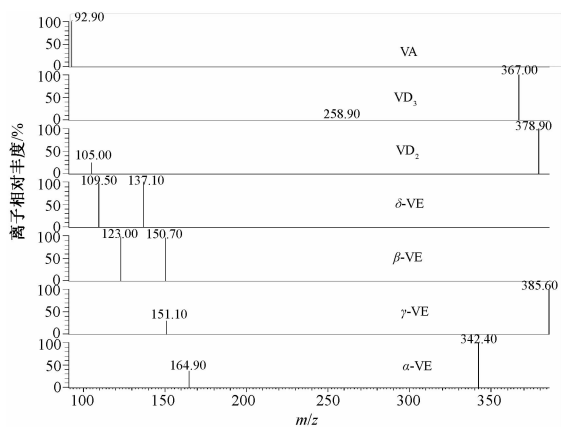


图2 维生素 A、D、E 标样的二级质谱图

Figure 2 Second mass spectra of VA, VD and VE standards

化剂时,维生素 A 回收率更高且较稳定。

保健食品中的脂溶性维生素需要水解皂化提取,皂化过程直接影响最终的试验结果。皂化中需要控制时间和温度两个因素,通过试验表明,皂化温度在 50 ~ 60 °C,皂化时间 45 ~ 75 min 时,提取效果较理想。若皂化时间过短或温度过低,则皂化过程进行不完全;皂化时间过长或温度过高时,易造成维生素的分解,影响提取效率,本试验选取的皂化温度为 55 °C,皂化时间 60 min。同时对皂化的离心管中充入氮气,可保护维生素不被氧化。

2.4 方法的线性范围及灵敏度

将 1.2.1 中配制的 7 种维生素单标使用液逐级稀释成混合标准工作液(维生素 A:10、50、100、200、500、1 000 μg/L,维生素 D₂:2、5、10、20、50、100 μg/L,维生素 D₃:1、5、10、20、50、100 μg/L,α-维生素 E:25、100、200、500、1 000、2 000 μg/L,β-维生素 E:5、10、50、100、150、200 μg/L,γ-维生素 E:5、10、50、100、150、200 μg/L,δ-维生素 E:5、10、50、100、150、200 μg/L),按照 1.2.3 条件进样检测。以待测物峰面积为纵坐标,待测物质量浓度为横坐标绘制标准曲线。各待测标准样品在不同浓度范围内呈线性相关。以 3 倍和 10 倍基线噪音所对应的维生素浓度分别计算方法的检出限和定量限,测得 7 种维生素的线性范围、相关系数、检出限和定量限,结果见表 3。

2.5 方法的精密度

对同一样品,加入标准溶液维生素 D₂(20 μg/ml)、γ-维生素 E(200 μg/ml)各 0.1 ml,取样 6 次,按 1.2.2 方法处理后进样测定,结果如下:维生素 A:349、337、327、357、343、349 μg/g;维生素 D₂:5.27、5.32、5.26、5.31、5.43、5.39 μg/g;维生素 D₃:2.39、2.38、2.49、2.57、2.53、2.43 μg/g;α-维生素 E:972、1 010、1 004、1 028、987、1 018 μg/g;β-维生素 E:58.5、55.6、61.7、58.3、57.0、53.2 μg/g;γ-维

表 3 方法线性方程、相关系数检出限和定量限(n=6)

Table 3 Linearequation, correlation coefficient, detection limits and quantitation limits

分析物	线性范围 / (μg/L)	回归方程	相关系数	检出限 / (μg/kg)	定量限 / (μg/kg)
维生素 A	10 ~ 1 000	$y = 375.264x - 624.653$	0.997 4	2.0	6.7
维生素 D ₂	2 ~ 100	$y = 488.342x - 803.321$	0.999 8	2.0	6.7
维生素 D ₃	1 ~ 100	$y = 3112.48x - 4005.548$	0.997 8	0.2	0.7
α-维生素 E	25 ~ 2 000	$y = 4557.49x - 7601.132$	0.999 2	0.2	0.7
β-维生素 E	5 ~ 500	$y = 1364.34x - 4234.431$	0.998 3	0.5	1.7
γ-维生素 E	5 ~ 500	$y = 2008.396x - 1995.14$	0.999 2	0.5	1.7
δ-维生素 E	5 ~ 500	$y = 654.65x - 1978.35$	0.999 5	1.0	3.3

生素 E:19.9、18.2、21.1、19.5、18.4、19.0 μg/g;δ-维生素 E:25.3、24.8、23.3、23.6、25.2、24.7 μg/g,计算相对标准偏差,结果见表 4。

表 4 方法的精密度(n=6)

Table 4 Result of precision tests

分析物	平均浓度 / (μg/g)	相对标准偏差 / %
维生素 A	344	3.1
维生素 D ₂	5.33	1.3
维生素 D ₃	2.47	3.1
α-维生素 E	1 003	2.1
β-维生素 E	57.4	5.0
γ-维生素 E	19.3	5.5
δ-维生素 E	24.5	3.4

2.6 方法的回收率

选取某种保健品样品进行样品加标回收测试,分别添加高浓度和低浓度的维生素 A、D、E 混标溶液,分别测定,以评价不同添加水平的可靠性。样品及样品加标的总离子流图分别见图 3 和 4。7 种不同维生素的加标回收率结果见表 5,从表中可以看出,7 种维生素的加标回收率在 90.4% ~ 105.0% 之间。

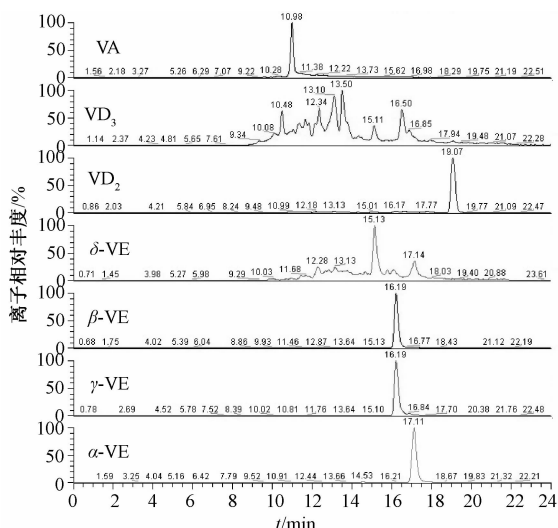


图3 样品中 VA、VD、VE 的 HPLC-MS/MS 色谱图

Figure 3 HPLC-MS/MS chromatograms of VA, VD and VE in the sample

2.7 实际样品分析

对 12 种样品进行了测定,其中片剂、粉剂和滴剂各 4 种,每个样品测定 5 次,测定结果见表 6。

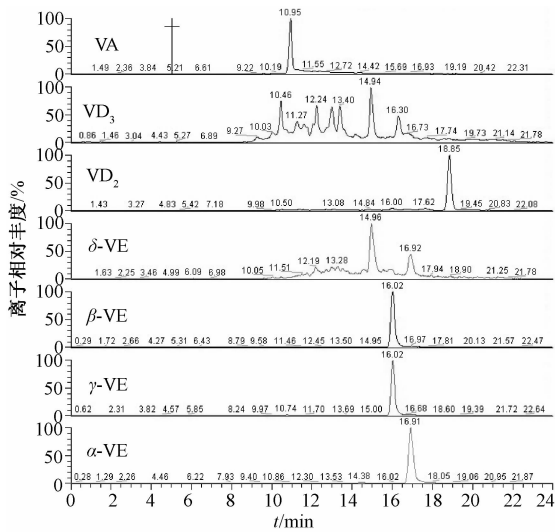


图4 加标样品的HPLC-MS/MS色谱图

Figure 4 HPLC-MS/MS chromatograms of additional standard

表5 不同加标量的回收率

Table 5 Results of test for recovery with different amounts of additional standard

组分	本底值 /($\mu\text{g/g}$)	加标量 /($\mu\text{g/g}$)	测定值 /($\mu\text{g/g}$)	平均回收 率/%
维生素 A	343	500	795	90.4
		100	435	92.0
维生素 D ₂	—	10	9.71	97.1
		5	5.04	100.8
维生素 D ₃	2.47	5	7.12	93.0
		2	4.36	94.5
α -维生素 E	1 003	2 000	2 922	96.0
		500	1 491	97.6
β -维生素 E	57.4	100	151	93.6
		25	80.2	91.2
γ -维生素 E	—	50	52.5	105.0
		10	9.1	91.0
δ -维生素 E	24.5	50	73.3	97.6
		10	34.7	102.0

注:—表示未检出

表6 实际样品测定结果($n=5, \mu\text{g/g}$)

Table 6 Results of detection of VA and VE in samples

样品	维生素 A	维生素 D ₂	维生素 D ₃	α -维生素 E	β -维生素 E	γ -维生素 E	δ -维生素 E
片剂	256	3.05	—	1 241	—	57.2	—
	559	—	4.55	6 671	43.7	301	23.1
	325	4.38	1.28	7 149	—	—	498
	—	—	3.84	5 589	92.2	327	278
粉剂	398	—	5.87	555	—	—	—
	174	—	—	221	12.6	33.6	20.4
	—	2.57	2.17	1 044	—	—	241.6
	867	3.12	—	—	—	—	—
滴剂	348	—	3.63	—	—	—	—
	—	5.42	—	3 568	—	—	—
	284	—	6.04	796	—	—	—
	—	—	4.69	697	85.3	201	48.9

注:—表示未检出

3 小结

本试验建立了高效液相色谱-串联质谱法同时测定保健食品中维生素 A、D、E 质量浓度的检测方法,样品中的维生素经皂化反应后,通过高效液相色谱-串联质谱技术,可分别对保健食品中维生素 A、维生素 D₂、维生素 D₃、 α -维生素 E、 β -维生素 E、 γ -维生素 E、 δ -维生素 E 7 种脂溶性维生素进行定性和定量分析,试验的精密度和回收率能满足实际检测要求,检出限低,可用于本系统对保健食品等食品中维生素 A、D、E 含量的日常监测。

参考文献

- [1] 孙长颢,孙秀发,凌文华,等. 营养与食品卫生学[M]. 6 版. 北京:人民卫生出版社,2007:76-77.
- [2] 王森,吕晓玲. 食品生物化学[M]. 北京:中国轻工业出版社,2009:190.
- [3] 倪青云,宋祥珍,俞学炜,等. 薄层扫描测定复合维生素剂中维生素 A、B₂、C 和烟酰胺的含量[J]. 南京药学院学报,1985,16(2):27-32.
- [4] 邵承斌,谭冬梅,李仁炳,等. 分光光度法测定麦绿素中的维生素 E[J]. 重庆工商大学学报(自然科学版),2004,21(6):560-562.
- [5] Liebler D C, Aburr J, Amy J L H. Gas chromatography-mass spectrometry analysis of vitamin E and its oxidation products[J]. Methods in Enzymology,1999,299(1):309-318.
- [6] Hussain N, Jabeen Z, LI Y L, et al. Detection of tocopherol in oilseed rape (*Brassica napus* L.) using gas chromatography with flame ionization detector[J]. Journal of Integrative Agriculture, 2013,12(5):803-814.
- [7] 国家药典委员会. 中国药典(2010 年版)[M]. 二部. 北京:中国医药科技出版社,2010:51-52.
- [8] LIU H H, YIN J W, ZHONG Y T, et al. Simultaneous determination of retinal and vitamin D and α -tocopherol in food by HPLC with diode array detector[J]. Chin J Health Lab Technol,2005,15(9):1047-1049.
- [9] 中华人民共和国卫生部. GB 5413.9—2010 食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中维生素 A、D、E 的测定[S]. 北京:中国标准出版社,2010.
- [10] 张征,徐春祥,刘佳娣,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.
- [11] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局,中国国家标准化管理委员会. GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法[S]. 北京:中国标准出版社,2008.
- [12] Hewavitharana A K, Lanar M C, Becu C. Simultaneous determination of vitamin E homologs in chicken meat by liquid chromatography with fluorescence detection[J]. Becu Journal of Chromatography A,2004,1025(2):313-317.
- [13] Plozza T, Trenerry V C, Caridi D. The simultaneous determination of vitamins A, E and β -carotene in bovine milk by high performance liquid chromatography-ion trap mass spectrometry[J]. Food Chemistry,2012,134(1):559-563.
- [14] Nimalaratne C, SUN C X, WU J P, et al. Quantification of selected fat soluble vitamins and carotenoids in infant formula and dietary supplements using fast liquid chromatography coupled with tandem mass spectrometry[J]. Food Research International,2014,66(1):69-77.