

## 实验技术与方法

## 气相色谱法同时测定植物油脂中的脂肪酸和角鲨烯含量

张红霞<sup>1</sup>, 沈祥震<sup>1</sup>, 卢克刚<sup>2</sup>, 梁秀清<sup>1</sup>, 杨颖<sup>1</sup>, 吴裕健<sup>1</sup>, 王艳丽<sup>1</sup>, 胡梅<sup>1</sup>, 祝建华<sup>1</sup>(1. 山东省食品药品检验研究院, 山东省食品药品安全检测工程技术研究中心, 山东 济南 250101;  
2. 山东职业学院, 山东 济南 250104)

**摘要:**目的 建立能准确快速并同时测定植物油脂中脂肪酸和角鲨烯含量的气相色谱方法。方法 植物油脂样品皂化酯化后,经正庚烷提取,气相色谱仪分析测定,脂肪酸采用面积归一化法定量,角鲨烯则用外标法定量。结果 37种脂肪酸和角鲨烯得到了良好分离,定性定量准确;角鲨烯在2~500 mg/L范围内具有较好的线性关系,相关系数为0.9997;在三个添加水平下,样品中角鲨烯回收率在94.1%~104.6%之间,样品相对标准偏差为1.03%、1.24%,角鲨烯的定量限为4 mg/kg,脂肪酸定量限为0.0013 g/100 g;选用花生油脂脂肪酸有证标物进行了脂肪酸验证试验,结果满足证书要求,且与国标前处理方法结果一致,相对误差小于2%。结论 本方法准确可靠、检测通量高、前处理操作简便、能耗低,可大大提高检测效率,降低检测成本。

**关键词:**植物油脂;脂肪酸;角鲨烯;气相色谱法

中图分类号:R155

文献标识码:A

文章编号:1004-8456(2023)01-0072-07

DOI:10.13590/j.cjfh.2023.01.011

## Simultaneous determination of fatty acids and squalene in vegetable oils by gas chromatography

ZHANG Hongxia<sup>1</sup>, SHEN Xiangzhen<sup>1</sup>, LU Kegang<sup>2</sup>, LIANG Xiuqing<sup>1</sup>, YANG Ying<sup>1</sup>, WU Yujian<sup>1</sup>,  
WANG Yanli<sup>1</sup>, HU Mei<sup>1</sup>, ZHU Jianhua<sup>1</sup>(1. Shandong Institute for Food and Drug Control, Shandong Research Center of Engineering and  
Technology for Safety Inspection of Food and Drug, Shandong Ji'nan 250101, China;  
2. Shandong Polytechnic, Shandong Ji'nan 250104, China)

**Abstract: Objective** An accurate and rapid method for simultaneous determination of fatty acids and squalene in vegetable oils by gas chromatography was established. **Methods** The samples were extracted with n-heptane and analyzed by gas chromatograph after saponification and esterification. The fatty acids were quantified by area normalization method, and squalene by external standard method. **Results** Thirty-seven fatty acids and squalene were well separated, and the qualitative and quantitative results were accurate. Squalene had a good linear relationship in the range of 2-500 mg/L with the correlation coefficient of 0.9997. Under three addition levels, the recoveries of squalene in the sample were 94.1% -104.6%. The relative standard deviations of squalene samples were 1.03% and 1.24%. The quantitative limits of squalene and fatty acid were 4 mg/kg and 0.0013 g/100 g respectively. The certified reference of peanut oil fatty acid was selected for verification test, the result met the requirements of the certificate, and was consistent with the national standard pretreatment method with the relative error less than 2%. **Conclusion** The method is accurate and reliable with high throughput, simple pretreatment operation and low energy consumption, which can greatly improve the detection efficiency and reduce the detection cost.

**Key words:** Vegetable oil; fatty acids; squalene; gas chromatography

植物油脂具有很高的营养和保健功能,脂肪酸组成和含量是植物油脂的特征指标。营养学和临床医学研究表明,脂肪酸种类及含量与肿瘤、老年痴

呆症和心脑血管病等很多疾病的发病呈相关性<sup>[1]</sup>。比如,植物油脂中常见的豆蔻酸比棕榈酸有更强的致高胆固醇血症的作用,过量食用棕榈酸会使体内脂肪沉积;亚油酸能够降低胆固醇利于心血管疾病的防治<sup>[2]</sup>。植物油脂中还有其他的营养成分,如角鲨烯、多酚、植物甾醇、生育酚等<sup>[3]</sup>。角鲨烯是其重要的质量指标,是一种不易皂化、高度不饱和的天然烃类化合物,能清除自由基,具有良好的抗氧化、

收稿日期:2021-12-30

作者简介:张红霞 女 高级工程师 研究方向为食品安全检测

E-mail:417995603@qq.com

通信作者:吴裕健 女 高级工程师 研究方向为食品安全检测

E-mail:52436801@qq.com

抗辐射、携氧、解毒等生物活性,可用于预防及治疗心脏病、高血压、低血压及中风等<sup>[4-6]</sup>。因此,快速、准确地检测脂肪酸组成和角鲨烯含量将有助于评价植物油脂的品质和营养价值,对新种植物油脂的开发研究也具有重要意义。

目前报道的植物油脂中脂肪酸、角鲨烯的检测方法主要有气相色谱法<sup>[7-9]</sup>、气质联用法<sup>[10-11]</sup>、液相色谱法<sup>[3,12]</sup>等,通常是采用不同方法分别测定,少有方法能同时分析检测。如 GB 5009.168—2016《食品安全国家标准 食品中脂肪酸的测定》<sup>[13]</sup>仅检测植物油脂中的脂肪酸,检测有酯交换和皂化酯化两种方法,其中酯交换法仅适用于游离脂肪酸含量不大于 2% 的样品;皂化酯化法中样品前处理需要搭建回流冷凝装置,每次处理样品数量太少、耗时较长;LS/T 6120—2017《粮油检验 植物油脂中角鲨烯的测定 气相色谱法》<sup>[14]</sup>仅检测角鲨烯,样品前处理需要长时间皂化以及多次萃取,耗时、费力、耗费大量有机溶剂。按以上技术检测植物油脂中的脂肪酸和角鲨烯要进行两次才能完成。因此,建立简便、快速、同时检测植物油脂中脂肪酸和角鲨烯的气相色谱方法,将大大提高检测通量,降低检验成本,提高检验效益。

## 1 材料与方法

### 1.1 主要仪器与试剂

7890B 气相色谱仪,配氢火焰离子化检测器(FID)(美国 Agilent 公司);DK-S26 电热恒温水浴锅(上海森信实验仪器有限公司);TE601-L 电子天平(北京赛多利斯仪器系统有限公司)。

37 种脂肪酸甲酯混标(10 mg/mL,安谱公司),角鲨烯标准物质(纯度 $\geq 99.0\%$ ,德国 Dr. Ehrenstorfer 公司),花生油脂肪酸有证标准物质(国家粮食局科学研究院),正庚烷、甲醇(色谱纯,美国 Fisher 公司),14% 三氟化硼甲醇溶液(安谱公司),氢氧化钠、氯化钠、无水硫酸钠(分析纯,国药集团化学试剂有限公司);亚麻籽油、山茶籽油、花生油、大豆油、葡萄籽油、核桃油、橄榄油、菜籽油(市售)。

### 1.2 标准溶液的配制

精确称取 0.010 0 g(精确至 0.1 mg)角鲨烯标准品,用正庚烷溶解并定容至 10 mL,配制成浓度为 1 000 mg/L 的角鲨烯标准储备液,4 °C 保存。准确移取适量角鲨烯标准储备液,用正庚烷稀释,制备浓度分别为 2、5、10、20、50、100、200、500 mg/L 的角鲨烯标准工作溶液。37 种脂肪酸甲酯混标溶液(10 mg/mL)购买后直接用于脂肪酸的测定,无需配制。

### 1.3 样品制备

称取试样 0.300 0 g(精确至 0.1 mg)于 50 mL 容量瓶中,加入 6 mL 质量浓度为 2% 的氢氧化钠甲醇溶液,装上回流管(回流管为自制简易装置:000 号橡胶塞连接 1 mL 大肚移液管),在 60 °C~65 °C 水浴中回流至油滴消失(时间视样品种类而异,通常为 5~10 min);取出容量瓶并冷却至室温,加入 14% 的三氟化硼甲醇溶液 7 mL,装上回流管,于水浴中煮沸 2 min;取出容量瓶并冷却至室温,加入 5 mL 正庚烷,装上回流管,继续于水浴中煮沸 1 min;取出容量瓶并冷却至室温,取下回流管,加入约 20 mL 饱和氯化钠溶液,剧烈振荡 20 s,继续加入饱和氯化钠至容量瓶颈部,静置,吸取上层清液约 3 mL 于具塞试管中,加适量无水硫酸钠除水后,上机测定。

### 1.4 气相色谱条件

检测器:FID,温度为 300 °C;毛细管色谱柱:SP-2560,100 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.2  $\mu$ m;载气及流速:氮气,1.0 mL/min;进样口:温度为 240 °C;进样方式:分流进样,分流比为 50:1;进样体积:1  $\mu$ L;程序升温:70 °C 保持 2 min,15 °C/min 升至 150 °C 保持 15 min,2 °C/min 升至 220 °C 保持 10 min,15 °C/min 升至 240 °C 保持 10 min。

### 1.5 定性定量方法

脂肪酸、角鲨烯均以标准品对照定性。脂肪酸采用面积归一化法定量;角鲨烯采用外标法定量。

## 2 结果

### 2.1 仪器条件的优化

植物油脂中脂肪酸成分极其复杂,存在碳数、双键数、双键位置及顺反异构不同等特点,角鲨烯也存在多个不饱和和双键。据报道<sup>[15]</sup>,37 种脂肪酸甲酯的分析多采用极性色谱柱,角鲨烯的测定采用的色谱柱较宽泛,因此考察了 37 种脂肪酸甲酯和角鲨烯共 38 种化合物在 HP-INNOWAX 聚乙二醇毛细管柱(60 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.20  $\mu$ m)、HP-88(88% 氰丙基)芳基聚硅氧烷毛细管柱(100 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.20  $\mu$ m)及 SP-2560 聚二氰丙基硅氧烷毛细管柱(100 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.20  $\mu$ m)三种极性柱上的色谱行为。由于目标物碳链长度跨度大,沸程较宽,且部分化合物性质接近,所以采取程序升温的方法,并考察了柱流速对目标物分离度的影响。结果表明,38 种化合物只有在 SP-2560 聚二氰丙基硅氧烷毛细管柱上才能实现良好的分离,且峰形良好,能满足目标物准确定性定量,最终确定的气相色谱条件如 1.4 所述。选取花生油进行加标实验,添加了 5 种脂肪酸甘油三酯(C<sub>14:0</sub>、C<sub>18:0</sub>、C<sub>22:1n9</sub>、C<sub>23:0</sub>、C<sub>24:0</sub>)和角鲨

烯,在最优化条件下,38种化合物混合标样、角鲨烯标样,样品及样品加标的气相色谱图分别见图1~图4。由图1、4的色谱图局部放大图可见,角鲨烯与其保留时间附近的3种脂肪酸( $C_{22:1n9}$ 、 $C_{20:4n6}$ 、 $C_{23:0}$ )分离效果良好,可以保证目标物的定性定量准确。

## 2.2 前处理条件的确定及与标准方法的比较

GB 5009.168—2016 酯交换法仅限于游离脂肪酸 $\leq 2\%$ 的油脂样品,为了使方法适用性更广泛,本研究选用在GB 5009.168—2016 皂化甲酯化法基础上,采用简易的实验装置,自制回流管:000号橡胶塞连接1 mL大肚移液管,做简单的空气冷却回流,最终选取6 mL质量浓度为2%的氢氧化钠甲醇溶

液皂化;皂化温度:60℃~65℃;采用三氟化硼甲醇溶液甲酯化2 min;5 mL正庚烷水浴提取1 min;冷却后用饱和氯化钠溶液除去杂质干扰物,从而将角鲨烯、脂肪酸甲酯从油脂中分离出来。实际测定植物油中脂肪酸和角鲨烯时需要按照GB 5009.168—2016、LS/T 6120—2017或NY/T 3673—2020<sup>[16]</sup>两个不同的标准,分别进行样品前处理和仪器分析。本研究的前处理方法与标准方法相比较,见表1。

由表1可见,与标准方法相比,本研究的前处理方法具有检验通量高、操作简便、节省时间、能耗低、绿色环保、易于批量化处理等优点,可大大降低检测成本。

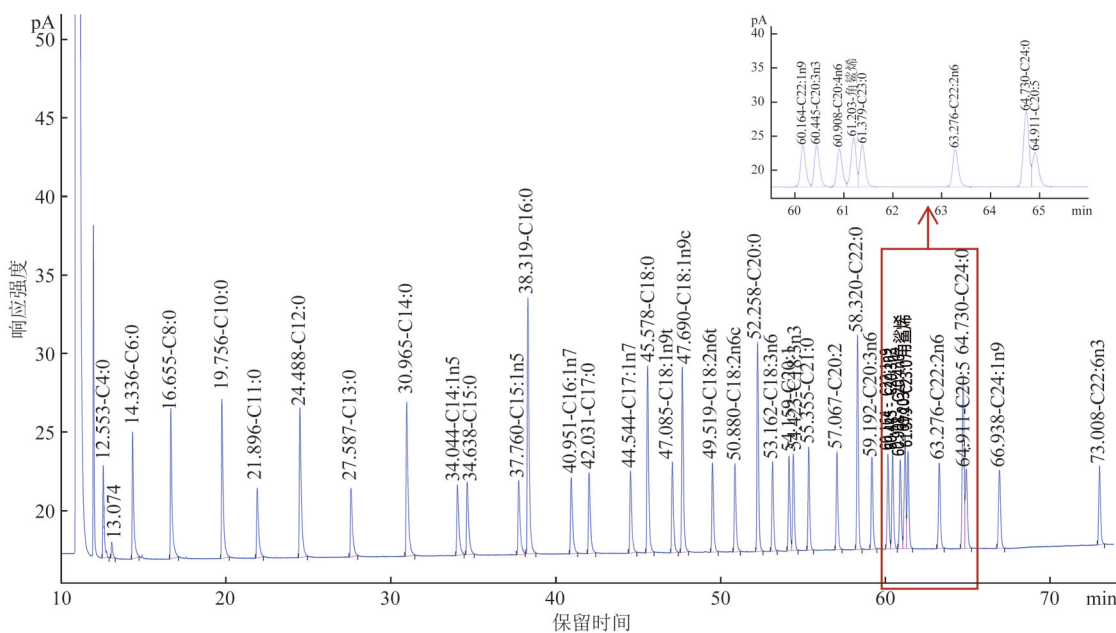


图1 38种化合物混合标样的色谱图

Figure 1 Chromatogram graph of 38 compounds mixed standard

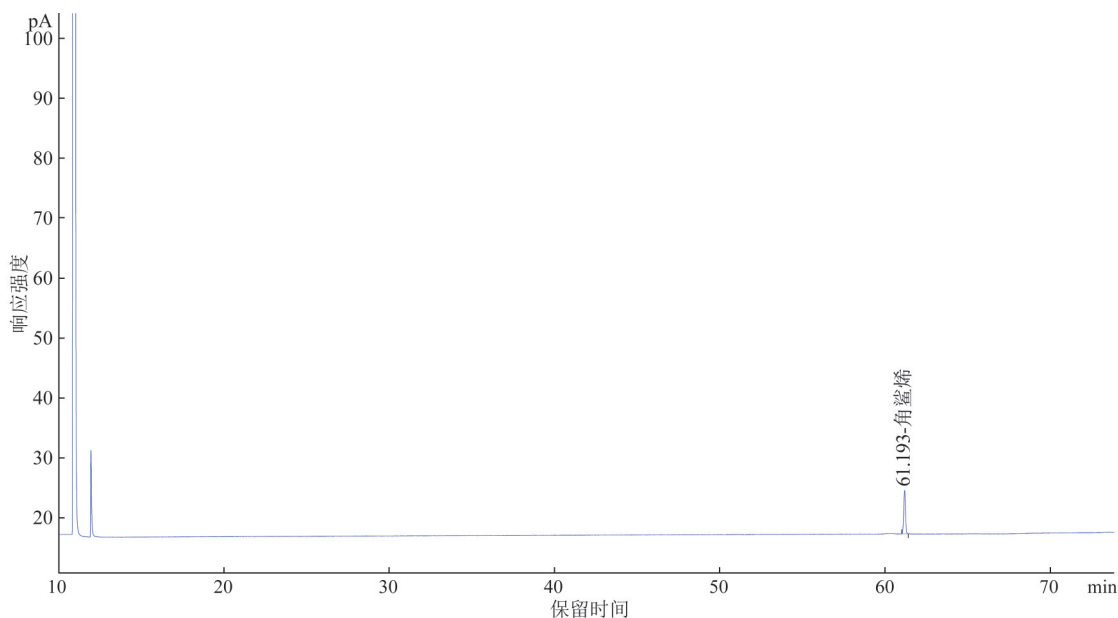


图2 角鲨烯标样的色谱图

Figure 2 Chromatogram graph of squalene

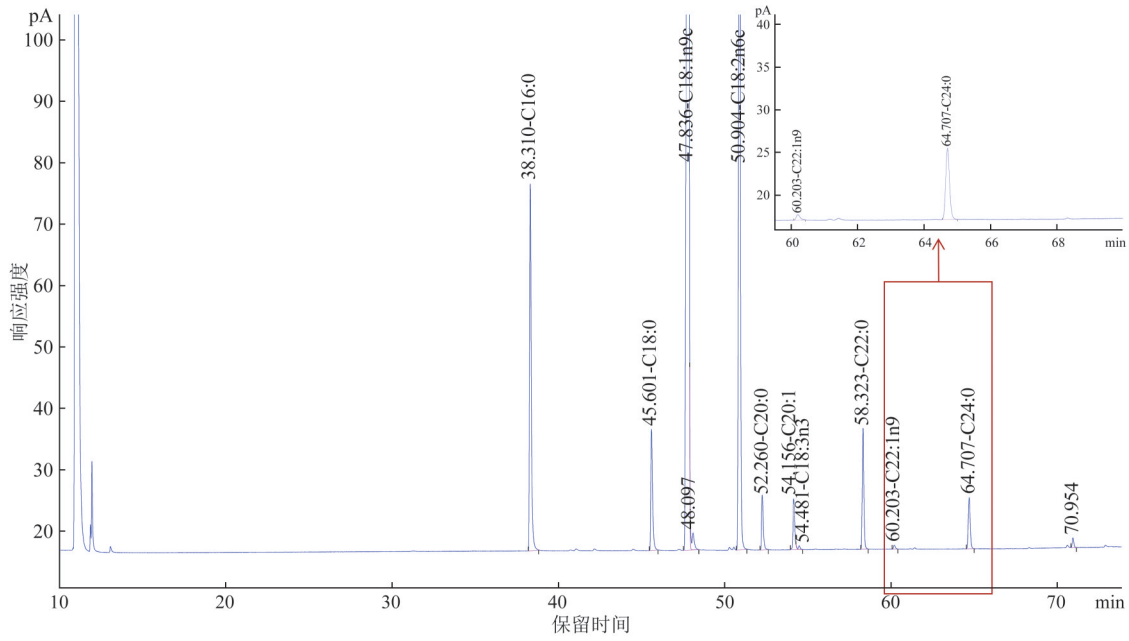


图3 花生油样品的色谱图

Figure 3 Chromatogram graph of peanut oil sample

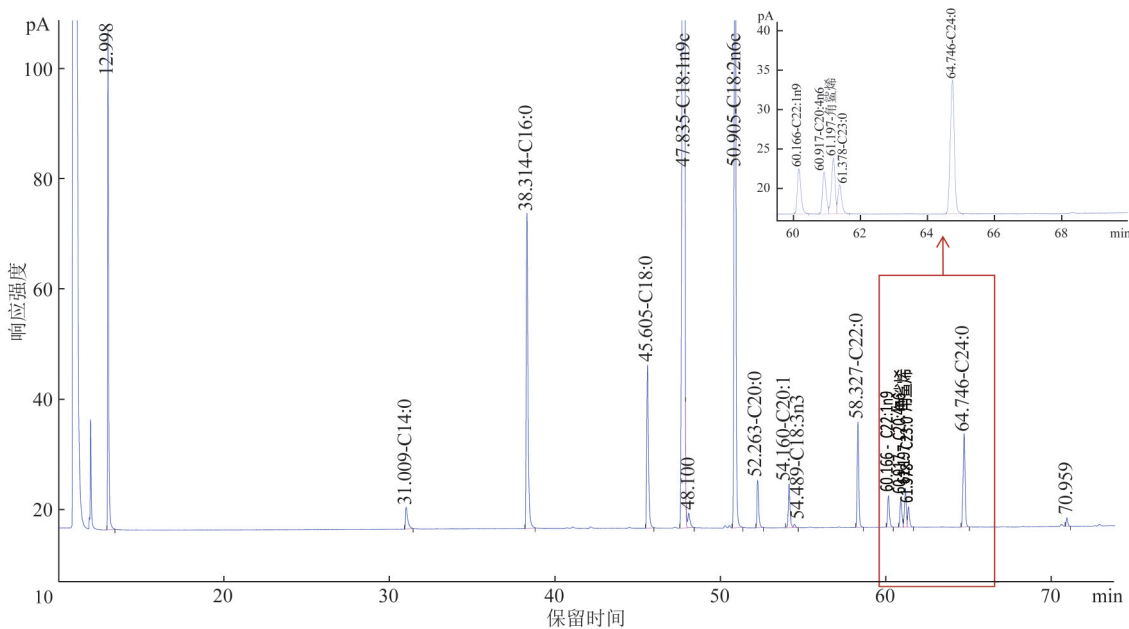


图4 花生油加标样品色谱图

Figure 4 Chromatogram graph of peanut oil spiked sample

表1 本研究的前处理方法与标准方法的比较

Table 1 Comparisons of pretreatment methods in this study and standard methods

检测目标物	前处理方法	处理一个样品所需时间/min	有机试剂用量/mL	前处理过程	批量化处理
脂肪酸	GB 5009.168—2016皂化甲酯化法	~15	25~45	需要冷凝回流	不易实现
角鲨烯	LS/T 6120—2017	90	205	需要六次液液萃取和旋转蒸发浓缩	不易实现
角鲨烯	NY/T 3673—2020	~40	7	容易乳化,且需要正己烷反复4次萃取	容易实现
脂肪酸和角鲨烯	本研究采用的方法	~15	18	装置简单、空气冷却回流	容易实现

2.3 方法学指标

2.3.1 线性范围和定量限

将配制的 2~500 mg/L 的角鲨烯标准工作液系列测定分析,以角鲨烯的色谱峰面积为纵坐标,标

准工作液浓度为横坐标,作标准曲线,得到角鲨烯的线性方程:  $y=0.714 9x+0.622 4$ , 在 2~500 mg/L 范围内,角鲨烯线性关系良好,相关系数  $r$  为 0.999 7。通过空白样品加标试验确定方法中角鲨烯的定量

限,以信噪比 S/N=3 和 S/N=10 对应的添加浓度为检出限和定量限,角鲨烯的检出限为 1 mg/kg,定量限为 4 mg/kg。通过对样品进行逐级稀释,本方法中各脂肪酸在 0.001 3 g/100 g 时都能明显检出,确定脂肪酸的检出限为 0.001 3 g/100 g。由结果可看出,本方法能获得较好的线性关系和理想的灵敏度。

### 2.3.2 方法的准确度和精密度

选取已知角鲨烯含量的花生油和大豆油样品,添加 3 个水平(20、200、2 000 mg/kg)进行回收率实验。每个加标水平做 6 个平行,计算角鲨烯的提取回收率,结果见表 2。3 个添加水平的角鲨烯回收率为 94.1%~104.6%。说明本研究建立的方法准确可行,能满足定量分析的要求,可以用于实际样品的角鲨烯检测。

表 3 方法的精密度试验结果(n=6)

Table 3 Precision of the method (n=6)

样品	检测结果/(mg/kg)						平均值/(mg/kg)	RSD/%
	1	2	3	4	5	6		
花生油	212.5	216.9	215.2	211.3	213.4	219.1	214.7	1.24
橄榄油	7 370	7 218	7 314	7 441	7 286	7 244	7 312	1.03

### 2.3.3 脂肪酸验证试验

选取花生油脂肪酸有证标物,分别采用本研究采用的方法、GB 5009.168—2016 皂化酯化法两种前

表 2 植物油中角鲨烯的加标回收率(n=6)

Table 2 The spiked recoveries of squalene in vegetable oils (n=6)

样品	本底值/ (mg/kg)	加标水平/ (mg/kg)	平均检出值/ (mg/kg)	回收率/%
花生油	212.1	20	230.92	94.1
		200	418.24	103.1
		2 000	2 190.68	98.9
大豆油	40.23	20	60.27	100.2
		200	237.87	98.8
		2 000	2 131.64	104.6

选取已知角鲨烯含量的花生油和橄榄油样品,分别称取 6 份样品,按本研究的方法进行前处理及仪器分析,测定角鲨烯的含量,计算相对标准偏差(Relative standard deviations, RSD),结果见表 3。角鲨烯的 RSD 为 1.03%、1.24%,表明本方法测定结果稳定、重现性好、精密度高,能够满足植物油脂中角鲨烯的检测要求。

处理方法,进行脂肪酸验证试验。结果表明,脂肪酸测定结果都在有证标物的标示值范围内,并且两种方法的结果一致,相对误差小于 2%,如表 4 所示。

表 4 脂肪酸验证试验结果(n=3)

Table 4 Validation test results of fatty acid (n=3)

待测目标物	标准值及不确定度/ (g/100 g)(k=2)	本研究采用的方法/ (g/100 g)	GB 5009.168—2016 皂化 酯化法/(g/100 g)	相对误差/%
棕榈酸(C <sub>16:0</sub> )	11.0±0.6	11.02	11.04	0.18
硬脂酸(C <sub>18:0</sub> )	3.5±0.8	3.47	3.47	0.00
油酸(C <sub>18:1</sub> )	43.7±1.0	43.71	43.70	0.02
亚油酸(C <sub>18:2</sub> )	35.0±0.6	35.12	35.16	0.11
花生酸(C <sub>20:0</sub> )	1.6±0.2	1.58	1.57	0.63
鳕烯酸(C <sub>20:1</sub> )	0.9±0.1	0.91	0.91	0.00
山嵛酸(C <sub>22:0</sub> )	2.8±0.5	2.78	2.79	0.36
二十四碳烷酸(C <sub>24:0</sub> )	1.2±0.4	1.18	1.16	1.71

### 2.4 实际样品的测定

采用本法,选取亚麻籽油、山茶籽油、花生油、大豆油、葡萄籽油、核桃油、橄榄油和菜籽油等 8 种植物油,进行脂肪酸和角鲨烯含量分析,每个样品做 3 个平行,结果取平均值,见表 5。结果表明不同种类植物油的脂肪酸组成及含量具有明显差别,这是植物油产品的特征指标,可以用于植物油的掺假辨别;角鲨烯在植物油中的分布含量高低不同,橄榄油和山茶籽油中较高,其他品种植物油含量都较低。

### 3 结论

本研究建立了同时测定植物油脂中脂肪酸和角鲨烯的气相色谱方法,样品经皂化酯化后对目标化合物进行提取分离,气相色谱法分析,脂肪酸采用面积归一化法定量、角鲨烯采用外标法定量,结果准确可靠。本法简化了前处理和分析过程,可明显改善现有标准前处理方法存在的过程繁琐复杂、耗时长、能耗高的问题,适用于各种植物油脂中脂肪酸和角鲨烯含量分析,可作为现有标准方法的有效补充,对植物油脂的品质鉴定、营养价值评估以及新品种植物油脂资源的开发研究提供有效的技

表5 8种植物油中脂肪酸和角鲨烯的含量(n=3)  
Table 5 Contents of fatty acids and squalene in eight vegetable oils (n=3)

品种	亚麻籽油	山茶籽油	花生油	大豆油	葡萄籽油	核桃油	橄榄油	菜籽油	
目标物									
脂肪酸/ (g/100 g)	C <sub>4:0</sub>	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
	C <sub>6:0</sub>	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
	C <sub>8:0</sub>	ND	0.003 6	ND	ND	0.010 1	ND	ND	
	C <sub>10:0</sub>	ND	0.005 5	ND	ND	ND	ND	ND	
	C <sub>11:0</sub>	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
	C <sub>12:0</sub>	ND	0.007 4	ND	ND	ND	ND	ND	
	C <sub>13:0</sub>	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
	C <sub>14:0</sub>	0.038 3	0.057 1	0.030 6	0.069 8	0.050 9	0.025 9	ND	0.046 1
	C <sub>14:1</sub>	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	C <sub>15:0</sub>	ND	0.017 5	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	C <sub>15:1</sub>	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	C <sub>16:0</sub>	5.222 8	6.131 4	10.805 0	10.243 0	6.995 5	6.857 6	16.131 4	4.458 1
	C <sub>16:1</sub>	0.079 1	0.215 3	0.054 1	0.084 1	0.107 0	0.104 4	1.795 2	0.200 1
	C <sub>17:0</sub>	0.053 2	0.060 0	0.071 3	0.099 4	0.054 1	0.050 3	ND	ND
	C <sub>17:1</sub>	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	C <sub>18:0</sub>	3.541 4	2.282 5	3.363 1	4.710 8	4.125 4	2.606 7	2.512 9	1.893 9
	C <sub>18:1n9</sub>	17.899 4	52.558 1	40.362 2	21.169 3	21.724 0	14.017 0	61.432 2	59.494 5
	C <sub>18:2n6</sub>	14.381 3	28.722 3	37.281 6	53.825 1	65.898 1	62.193 4	16.524 4	21.626 9
	C <sub>18:3n6</sub>	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	C <sub>18:3n3</sub>	58.321 3	7.110 5	0.101 6	8.701 7	0.212 7	13.746 2	0.698 6	9.601 5
	C <sub>20:0</sub>	0.114 5	0.562 8	1.559 4	0.377 1	0.201 9	0.100 6	0.453 7	0.590 2
	C <sub>20:1</sub>	0.149 7	1.105 0	1.234 2	0.193 6	0.167 7	0.297 7	0.242 4	1.294 3
	C <sub>20:2</sub>	ND	0.056 6	0.033 3	0.041 9	ND	ND	ND	0.070 6
	C <sub>21:0</sub>	ND	0.031 3	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	C <sub>20:3n6</sub>	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	C <sub>20:3n3</sub>	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	C <sub>20:4n6</sub>	0.053 2	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	C <sub>20:5n3</sub>	0.000 0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	C <sub>22:0</sub>	0.103 7	0.403 3	3.360 7	0.366 6	0.243 0	ND	0.135 4	0.328 8
	C <sub>22:1n9</sub>	ND	0.203 9	0.148 2	0.000 0	0.067 1	ND	ND	0.086 1
	C <sub>22:2n6</sub>	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	C <sub>23:0</sub>	ND	0.044 2	ND	ND	ND	ND	ND	ND
C <sub>24:0</sub>	ND	0.193 8	1.557 9	0.117 6	0.108 1	ND	ND	0.151 2	
C <sub>24:1</sub>	ND	0.156 4	ND	ND	ND	ND	ND	0.157 7	
C <sub>22:6n3</sub>	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
角鲨烯/(mg/kg)	98.12	1034	215.2	40.62	354.1	78.91	7311	202.4	

注:ND为未检出

术支持。

参考文献

[ 1 ] 杨明, 邵鹏, 赵建业, 等. GC-MS 双内标法测定植物油中脂肪酸组成[J]. 分析实验室, 2018, 37(7): 801-808.  
YANG M, SHAO P, ZHAO J Y, et al. Determination of fatty acids in plant oils using GC-MS with dual internal standard method[J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2018, 37(7): 801-808.

[ 2 ] 韩菊, 董建芳, 李芳. 油脂中脂肪酸的分析测定[J]. 河北科技大学学报, 2007, 28(3): 209-211, 221.  
HAN J, DONG J F, LI F. Determination of fatty acids in oils [J]. Journal of Hebei University of Science and Technology, 2007, 28(3): 209-211, 221.

[ 3 ] 蔡媛媛, 张晖, 王兴国, 等. 初榨葡萄籽毛油中维生素E、植物甾醇及角鲨烯的快速同步检测[J]. 中国油脂, 2018, 43(9): 137-143.  
CAI Y Y, ZHANG H, WANG X G, et al. Rapid simultaneous determination of vitamin E, phytosterol and squalene in virgin

crude grape seed oil[J]. China Oils and Fats, 2018, 43(9): 137-143.

[ 4 ] FARVIN K H S, KUMAR S H S, ANANDAN R, et al. Supplementation of squalene attenuates experimentally induced myocardial infarction in rats [J]. Food Chemistry, 2007, 105(4): 1390-1395.

[ 5 ] STORM H M, OH S Y, KIMLER B F, et al. Radioprotection of mice by dietary squalene[J]. Lipids, 1993, 28(6): 555-559.

[ 6 ] 卢克刚, 张红霞. 植物来源角鲨烯的制备与检测方法研究进展[J]. 食品研究与开发, 2019, 40(9): 217-224.  
LU K G, ZHANG H X. Research progress in preparation and detection methods of squalene from plants [J]. Food Research and Development, 2019, 40(9): 217-224.

[ 7 ] 朱琳, 薛雅琳, 刘晓辉, 等. 气相色谱内标法测定植物油中角鲨烯含量[J]. 中国粮油学报, 2017, 32(12): 117-120.  
ZHU L, XUE Y L, LIU X H, et al. Determination of squalene in vegetable oils by gas chromatography with an internal standard [J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2017, 32(12): 117-120.

[ 8 ] 杨水艳, 邵志凌, 聂绪恒. 10种云南植物油脂脂肪酸组成比较

- 分析与评价[J]. 中国油脂, 2018, 43(1): 144-146.
- YANG S Y, SHAO Z L, NIE X H. Comparison and evaluation of fatty acid composition of ten plant oils in Yunnan[J]. *China Oils and Fats*, 2018, 43(1): 144-146.
- [9] 张继光, 吴万富, 杨学芳, 等. 云南9种特种木本油脂脂肪酸组成和角鲨烯含量比较研究[J]. *中国粮油学报*, 2021, 36(11): 94-101, 109.
- ZHANG J G, WU W F, YANG X F, et al. Comparative study on fatty acid composition and squalene content of nine kinds of special woody oils in Yunnan province[J]. *Journal of the Chinese Cereals and Oils Association*, 2021, 36(11): 94-101, 109.
- [10] 钟冬莲, 莫润宏, 王蕤, 等. 反相聚合物固相萃取-气相色谱-质谱法测定植物油中角鲨烯和四种植物甾醇[J]. *食品与发酵工业*, 2021, 47(4): 231-236.
- ZHONG D L, MO R H, WANG R, et al. Determination of squalene and four phytosterols in vegetable oil by polymeric reversed solid phase extraction coupled with GC-MS[J]. *Food and Fermentation Industries*, 2021, 47(4): 231-236
- [11] 黎斌, 刘小羽, 俞璐萍, 等. 气相色谱-串联质谱法测定植物油中角鲨烯的含量[J]. *食品安全质量检测学报*, 2020, 11(8): 2385-2392.
- LI B, LIU X Y, YU L P, et al. Determination of squalene in vegetable oil by gas chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Journal of Food Safety & Quality*, 2020, 11(8): 2385-2392.
- [12] 徐向华, 张欣, 于瑞祥, 等. 高效液相色谱法同时测定植物油中角鲨烯、生育酚和甾醇[J]. *食品科学*, 2015, 36(16): 141-147.
- XU X H, ZHANG X, YU R X, et al. Simultaneous Determination of Squalene, Tocopherols and Steradienes in Vegetable Oils by HPLC [J]. *Food Science*, 2015, 36(16): 141-147
- [13] 国家卫生和计划生育委员会, 国家食品药品监督管理总局. 食品安全国家标准 食品中脂肪酸的测定: GB 5009.168—2016[S]. 北京: 中国标准出版社, 2017.
- National Health and Family Planning Commission, National Food and Drug Administration. National Food Safety Standard - Determination of fatty acid in foods: GB 5009.168—2016[S]. Beijing: Standards Press of China, 2017.
- [14] 国家粮食局. 粮油检验 植物油中角鲨烯的测定 气相色谱法: LS/T 6120—2017[S]. 北京: 中国标准出版社, 2017.
- State Grain Administration of the People's Republic of China. Inspection of grain and oils-Determination of squalene in vegetable oil by gas chromatography: LS/T 6120—2017 [S]. Beijing: Standards Press of China, 2017.
- [15] 严俊安, 谭洪兴, 于微, 等. 3种色谱柱对多种脂肪酸甲酯分离效果比对[J]. *中国油脂*, 2021, 46(6): 130-136.
- YAN J N, TAN H X, YU W, et al. Comparison of three chromatographic columns separating various fatty acid methyl esters[J]. *China Oils and Fats*, 2021, 46(6): 130-136.
- [16] 中华人民共和国农业农村部. 植物油料中角鲨烯含量的测定: NY/T 3673—2020[S]. 北京: 中国农业出版社, 2020.
- Ministry of Agriculture and Rural Affairs of the People's Republic of China. Determination of squalene in oilseeds: NY/T 3673—2020[S]. Beijing: Chinese Agriculture Press, 2017.