

# 豆甾二烯用于特级初榨橄榄油 掺假检测的研究

张欣<sup>1</sup>, 杨瑞钰<sup>2</sup>, 陈迪<sup>3</sup>, 方晓明<sup>3,\*</sup>, 丁卓平<sup>1,\*</sup>

(1.上海海洋大学食品学院, 上海 201306;

2.上海市标准化研究院, 上海 200031;

3.上海出入境检验检疫局, 上海 200135)

**摘要:**研究了利用豆甾二烯进行特级初榨橄榄油的掺假检测, 考察了在特级初榨橄榄油中掺入不同比例油橄榄果渣油、榛子油、葵花籽油、大豆油、玉米油、花生油、米糠油、棕榈油和核桃油, 采用高效液相色谱法(HPLC)测定掺和油中的3,5-豆甾二烯含量。植物油样品用石油醚溶解, 过硅胶柱净化, C<sub>30</sub>柱分离, 乙腈/叔丁基甲醚(75:25, V/V)作流动相, 紫外检测波长235nm。结果表明, 本方法具有良好的回收率及精密度, 3,5-豆甾二烯是特级初榨橄榄油掺假鉴别的一个十分重要的特征性指标, 本方法能够鉴别出了特级初榨橄榄油中掺入0.3%油橄榄果渣油、0.5%榛子油、2.1%葵花籽油、0.5%大豆油、0.3%玉米油、1.5%花生油、0.2%米糠油、0.6%棕榈油和0.6%核桃油。

**关键词:**3,5-豆甾二烯, 特级初榨橄榄油, 高效液相色谱法, 掺假

## Study on stigmastadienes used for extra virgin olive oil adulteration detection

ZHANG Xin<sup>1</sup>, YANG Rui-yu<sup>2</sup>, CHEN Di<sup>3</sup>, FANG Xiao-ming<sup>3,\*</sup>, DING Zhuo-ping<sup>1,\*</sup>

(1.College of Food Science & Technology, Shanghai Ocean University, Shanghai 201306, China;

2.Shanghai Institute of Standardization, Shanghai 200031, China;

3.Shanghai Exit-Entry Inspection and Quarantine Bureau, Shanghai 200135, China)

**Abstract:** The stigmastadienes used for extra virgin olive oil adulteration detection was investigated. Stigma-3,5-diene content of the extra virgin olive oil blended with different proportion of olive pomace oil, hazelnut oil, sunflower oil, soybean oil, corn oil, peanut oil, rice bran oil, palm oil and walnut oil were detected by high-performance liquid chromatography (HPLC). Vegetable oil samples were dissolved with petroleum ether, cleaned up with a silica gel column, separated with C<sub>30</sub> column and determined by ultraviolet detection at 235nm. Acetonitrile/tert-butyl methyl ether (75:25, V/V) was served as mobile phase in isocratic elution. The results showed that the method had good recovery and precision, and stigma-3,5-diene was an important characteristic index which could be used for extra virgin olive oil adulteration detection. The proposed method could reliably identify extra virgin olive oil blended with 0.3% olive pomace oil, 0.5% hazelnut oil, 2.1% sunflower oil, 0.5% soybean oil, 0.3% corn oil, 1.5% peanut oil, 0.2% rice bran oil, 0.6% palm oil and 0.6% walnut oil, respectively.

**Key words:** stigma-3,5-diene; extra virgin olive oil; high performance liquid chromatography (HPLC); adulteration

中图分类号: TS207.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2014)18-0080-05

doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2014.18.008

橄榄油是橄榄树果实的汁液, 是唯一从新鲜果子中提取的食用油, 也是世界上唯一以自然状态的形式供人类食用的木本植物油<sup>[1-2]</sup>。其中具有最高营养品质的特级初榨橄榄油是市场上销售的主要橄榄

油品种。但随着橄榄油日益受到人们的青睐, 掺杂使假情景比比皆是。这些掺入的植物油脂不但便宜而且有些油脂用先进的检测手段也比较难发现。目前橄榄油的掺假鉴别以光谱法(如: 荧光光谱法<sup>[3]</sup>, 红外光谱法<sup>[4-6]</sup>、拉曼光谱法<sup>[7]</sup>等)和色谱法为主。一般而言, 光谱法需要化学计量学的方法(如: 主成分分析、聚类分析等)对谱图进行分析后才能得出结果。而色谱法通过分析橄榄油中特征性物质组成和含量, 来判断特级初榨橄榄油是否掺入其他植物油。这些特

收稿日期: 2013-10-10 \* 通讯联系人

作者简介: 张欣(1988-), 女, 在读硕士研究生, 研究方向: 食品安全分析。

基金项目: 国家质检总局科研项目(2012IK184); 上海市技术性贸易措施应对专项项目(12TBT010)。

征性物质包括脂肪酸<sup>[8-9]</sup>、角鲨烯<sup>[10]</sup>、游离生育酚<sup>[11]</sup>、非蛋白质氨基酸(鸟氨酸, 异亮氨酸)<sup>[12]</sup>、蜡含量<sup>[13]</sup>、极性化合物<sup>[14]</sup>、挥发性物质<sup>[15]</sup>等。鲜有报道以甾醇烯作为特征性指标应用于橄榄油掺假鉴别研究。甾醇烯类物质是油在脱色、水蒸气洗涤以及除臭等精炼过程中, 油脂中的甾醇易发生脱水反应, 产生烯键, 形成的具有共轭双键的物质<sup>[16-18]</sup>。在植物油精练过程中, 以 $\beta$ -谷甾醇脱水产生的3,5-豆甾二烯含量最为丰富。本文研究了豆甾二烯用于特级初榨橄榄油掺假检测, 考察了特级初榨橄榄油中掺入不同比例其他植物油的掺合油后其3,5-豆甾二烯的含量。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与仪器

不同品牌植物油 均来自上海出入境检验检疫局, 具体见表1; 3,5-菜甾二烯和3,5-豆甾二烯混合溶液 挪威Chiron AS公司, 100mg/L (19:81, V/V), 纯度>99.0%; 石油醚、乙腈 色谱纯; 加拿大Caledon公司; 正己烷 色谱纯, 美国J. T. Baker公司; 叔丁基甲醚(色谱纯) 美国Sigma公司; 无水硫酸钠 分析纯, 国药集团化学试剂有限公司, 于500℃烘4h以上, 冷却后储存于干燥器中备用; 硅胶60 德国Merck公司(0.063~0.200mm), 于450℃烘5h以上, 冷却后加入2%水, 混匀, 转移至广口试剂瓶中, 盖塞备用; 水 超纯水。

2695型高效液相色谱仪、2487型紫外检测器 美国Waters公司; N-EVAP111型氮吹仪 美国Organomation公司; 硅胶柱 国药集团化学试剂有限公司, 为带活塞的砂芯玻璃层析柱( $\phi$ 10mm $\times$ 250mm), 加入30mL石油醚于柱中, 加7.5g硅胶, 静置片刻, 待

硅胶沉积后, 顶端再加0.5cm无水硫酸钠, 打开活塞, 石油醚缓慢淋洗下来至高出顶端无水硫酸钠约0.5mm, 关闭活塞。

### 1.2 实验方法

1.2.1 标准溶液的配制 用正己烷配制3,5-豆甾二烯标准溶液, 再用其稀释至所需浓度, 保存在-18℃条件下。

1.2.2 样品处理 称取植物油样品1.0g(精确至0.01g)于烧杯中, 加入5mL石油醚, 混匀, 倒入硅胶柱中, 用5mL石油醚润洗烧杯2次, 一并倒入柱中。当石油醚液面与上端无水硫酸钠层相切时, 加入30mL石油醚, 收集全部洗脱液至50mL收集管中, 于45℃水浴中以氮气吹至干, 用正己烷定容至1.0mL, 待测。若样液浓度超出线性范围, 则稀释一定倍数, 使之在线性范围内。

1.2.3 液相色谱条件  $C_{30}$ 色谱柱(250mm $\times$ 4.6mm i.d., 5 $\mu$ m, YMC公司), 柱温25℃; 乙腈/叔丁基甲醚(75:25, V/V)作流动相等度洗脱, 流速1.0mL/min; 紫外检测波长235nm; 进样量20 $\mu$ L。

## 2 结果与讨论

### 2.1 方法评价与有效性验证

为考察方法有效性, 进行加标回收实验。由于特级初榨橄榄油不含待测物或含量在本方法检出限之下, 故选择其作为添加回收实验的样品。样品的添加水平分别为0.05、0.10、0.50mg/kg, 每个水平重复8次, 样品回收率及精密度见表2。由表2可见, 加标样品的平均回收率在96.3%~102.3%之间; 相对标准偏差RSD<4.6%( $n=8$ )。结果表明, 本方法对3,5-豆甾二烯的测定具有良好的准确度和精密度。

表1 各种植物油品牌及产地

Table 1 Brand and origin of different kinds of vegetable oils

植物油	品牌及产地
特级初榨橄榄油	戴蒙蒂诺特级初榨橄榄油(希腊), 欧利维特级初榨橄榄油(西班牙), 圣吉洛特级初榨橄榄油(意大利), 澳侏雅特级初榨橄榄油(澳大利亚), 德丽莎特级初榨橄榄油(突尼斯)
油橄榄果渣油	斯佩罗尼油橄榄果渣油(意大利), 欧萨混合油橄榄果渣油(意大利), AKA混合油橄榄果渣油(西班牙), 恺萨混合油橄榄果渣油(西班牙), 阿格诺提卡油橄榄果渣油(希腊)
榛子油	薄福牌榛子油(法国), 拉杜蓝乔榛子油(法国), Royal Mail榛子油(荷兰)
葵花籽油	福临门压榨葵花籽油, 鲁花压榨葵花仁油, 海狮葵花籽油, 托米牌葵花籽油, 金城堡葵花籽油
大豆油	金龙鱼大豆油, 福临门一级大豆油, 中鼎一级大豆油
玉米油	金龙鱼玉米油, 福临门玉米油, 海狮玉米油
花生油	福临门一级花生油, 金龙鱼一级压榨花生油, 鲁花5S压榨一级花生油
米糠油	奥尼米糠油(意大利), 阿尔法米糠油(泰国), 得乐康米糠油
棕榈油	棕榈油(马来西亚), 棕榈油(菲律宾), 棕榈油(印尼)
核桃油	卡文核桃油(法国), 波驼核桃油(德国), 欧尚核桃油(法国)

表2 添加样品回收率及精密度( $n=8$ )

Table 2 The recovery and precision of spiked samples ( $n=8$ )

加入量 (mg/kg)	测得值(mg/kg)								平均测得值 (mg/kg)	平均回收率 (%)	相对标准偏差 RSD(%)
	0.0449	0.0498	0.0487	0.0479	0.0478	0.0522	0.0464	0.0475			
0.05	0.0449	0.0498	0.0487	0.0479	0.0478	0.0522	0.0464	0.0475	0.04815	96.3	4.55
0.10	0.0988	0.0991	0.1028	0.1041	0.0976	0.0994	0.0985	0.1019	0.1003	100.3	2.33
0.50	0.4963	0.4989	0.5326	0.5268	0.5148	0.5150	0.5211	0.4863	0.5115	102.3	3.15

根据3倍和10倍信噪比(S/N)确定检出限和测定低限,3,5-豆甾二烯的检出限为0.015mg/kg,测定低限为0.05mg/kg。

3,5-豆甾二烯标准品色谱图见图1。

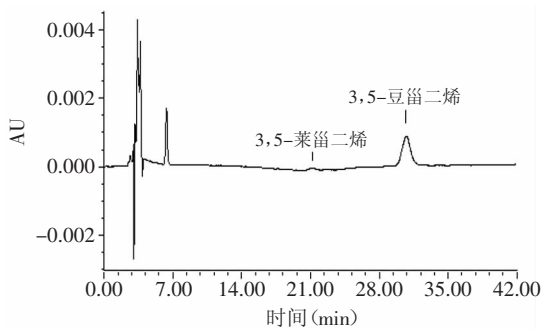


图1 3,5-豆甾二烯标准品色谱图

Fig.1 Chromatogram of stigmasta-3,5-diene

## 2.2 各种植物油3,5-豆甾二烯本底值的测定

取不同产地不同品牌植物油。其中,特级初榨橄榄油5个品种,油橄榄果渣油5个品种,榛子油3个品种,葵花籽油5个品种,大豆油3个品种,玉米油3个品种,花生油3个品种,米糠油3个品种,棕榈油3个品种,核桃油3个品种,分别测定其3,5-豆甾二烯含量,每个实验均重复3次,所得结果见表3。由表3可见,不同种类植物油3,5-豆甾二烯含量相差较大,特级初榨橄榄油与其他种类植物油中3,5-豆甾二烯存在巨大差异。虽然我国GB23347-2009《橄榄油、油橄榄果渣油》中规定初榨橄榄油中3,5-豆甾二烯限量标准为 $\leq 0.15\text{mg/kg}$ ,但其在特级初榨橄榄油中几乎检测不到。除特级初榨橄榄油,冷榨的葵花籽油和花生油以外,其他经过热处理生产的植物油3,5-豆甾二烯含量较高。油橄榄果渣油中虽然含有一定比例的特级初榨橄榄油,但其3,5-豆甾二烯含量较高。玉米油含有较高3,5-豆甾二烯,除了与加工方式相关外,其本身含有的大量植物甾醇也是其3,5-豆甾二烯含量高的原因。图2为代表性样品(特级初榨橄榄油、油橄榄果渣油、榛子油和葵花籽油)的3,5-豆甾二烯色谱图。

## 2.3 3,5-豆甾二烯用于特级初榨橄榄油掺假的鉴别

本文分别考察了特级初榨橄榄油掺入油橄榄果渣油、榛子油、葵花籽油、大豆油、玉米油、花生油、米糠油、棕榈油和核桃油的混合油中3,5-豆甾二烯含量。根据GB23347-2009中对初榨橄榄油3,5-豆甾二烯的限量标准,结合表3测得的各植物油中的3,5-豆甾二烯含量,对特级初榨橄榄油掺入各种植物油的质量分数进行估算,设定特级初榨橄榄油中掺入油

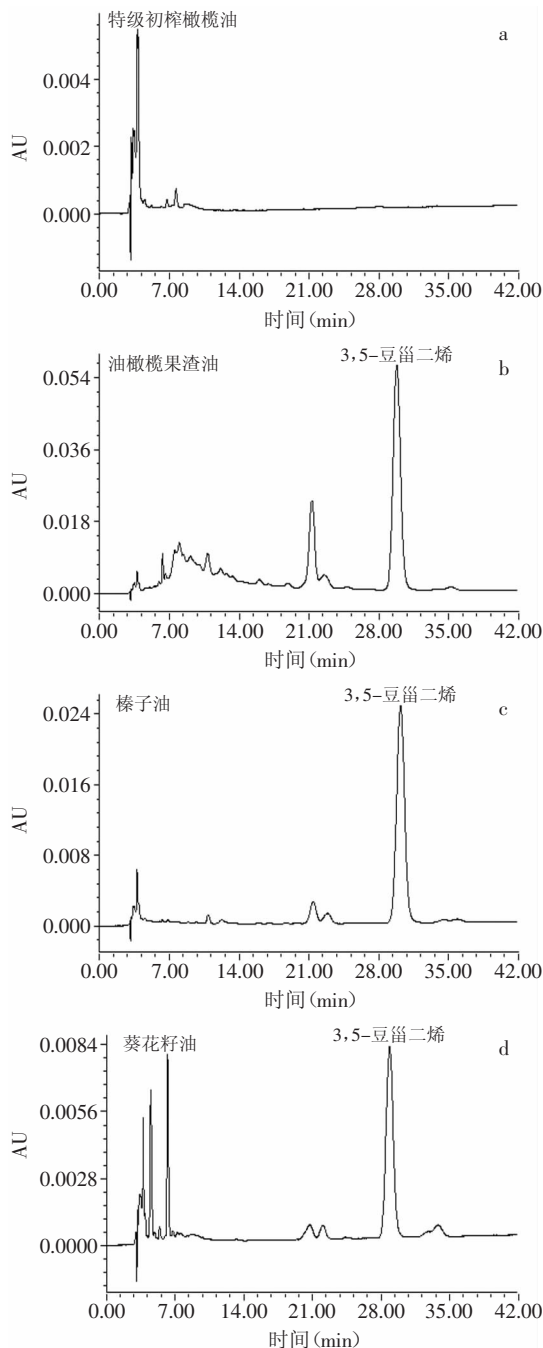


图2 代表性样品3,5-豆甾二烯色谱图

Fig.2 Stigmasta-3,5-diene chromatograms of representative samples

橄榄果渣油、榛子油、大豆油、玉米油、棕榈油和核桃油的质量分数为0.2%、0.25%、0.3%、0.5%和1%;掺入葵花籽油和花生油的质量分数为1%、2%、3%、5%和10%;掺入米糠油的质量分数为0.1%、0.2%、0.3%、

表3 各种植物油样品中3,5-豆甾二烯测定结果

Table 3 Stigmasta-3,5-diene content in vegetable oils

植物油样品	特级初榨橄榄油	油橄榄果渣油	榛子油	葵花籽油(冷榨)	大豆油	玉米油	花生油(冷榨)	米糠油	棕榈油	核桃油
3,5-豆甾二烯(mg/kg)	nd	59.4±21.6	34.6±3.8	4.9±2.1	43.2±17.9	75.9±22.5	13.6±3.5	98.4±20.3	19.4±10.7	19.8±5.8

注:nd:未检出。

表4 掺入量回归方程

Table 4 Regression equation of admixture amount

特级初榨橄榄油中掺入的植物油样品	线性回归方程	$r^2$	检测到掺入的最低质量分数(%)
油橄榄果渣油	$Y=0.4674x+0.0217$	0.9987	0.3
榛子油	$Y=0.3407x+0.0127$	0.9959	0.5
葵花籽油(冷榨)	$Y=0.0767x-0.0081$	0.9996	2.1
大豆油	$Y=0.45x-0.0685$	0.9995	0.5
玉米油	$Y=0.5244x+0.018$	0.9944	0.3
花生油(冷榨)	$Y=0.1309x-0.0376$	0.9990	1.5
米糠油	$Y=1.23x-0.035$	0.9945	0.2
棕榈油	$Y=0.214x+0.0277$	0.9982	0.6
核桃油	$Y=0.264x-0.0008$	0.9960	0.6

0.4%和0.5%。以特级初榨橄榄油中掺入植物油的质量分数为横坐标,3,5-豆甾二烯含量为纵坐标,进行回归分析,所得各回归方程见表4。由表可见, $r^2$ 均大于0.99,说明该测定方法十分可靠,随不同质量分数添加,3,5-豆甾二烯含量均呈良好线性,被测物质无其他杂质干扰。将限量标准0.15mg/kg代入回归方程得出各油脂掺入特级初榨橄榄油的最低质量分数,结果见表4。本方法能够鉴别出特级初榨橄榄油中掺入了0.3%油橄榄果渣油、0.5%榛子油、2.1%葵花籽油、0.5%大豆油、0.3%玉米油、1.5%花生油、0.2%米糠油、0.6%棕榈油和0.6%核桃油。相比其他用于特级初榨橄榄油掺假鉴别指标<sup>[8,11-12,14-15]</sup>,利用3,5-豆甾二烯含量进行检测更为灵敏,掺入植物油的质量分数检出限更低。

#### 2.4 实际应用

图3为某执法部门查获的掺假的特级初榨橄榄油豆甾二烯色谱图,检出其3,5-豆甾二烯含量为16.38mg/kg,远高于初榨橄榄油3,5-豆甾二烯 $\leq$ 0.15mg/kg的标准,再一次印证了这一指标的特征性和有效性,可以用于日常特级初榨橄榄油掺假鉴别中。

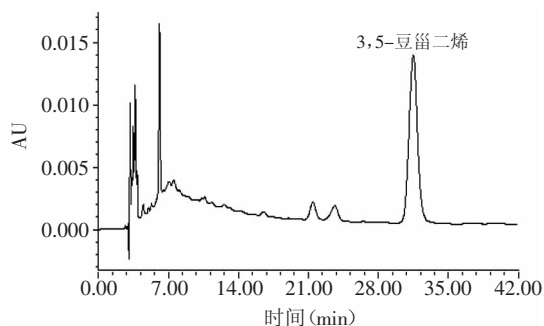


图3 掺假特级初榨橄榄油色谱图

Fig.3 Chromatogram of adulterated extra virgin olive oil

### 3 结论

本文利用高效液相色谱技术对植物油中3,5-豆甾二烯含量分析方法的准确性和精确度进行了研究,实验证明该方法回收率高,重复性好。3,5-豆甾二烯是特级初榨橄榄油掺假鉴别的重要指标,该指标准确、灵敏、可靠,能够鉴别出特级初榨橄榄油中掺入了0.3%油橄榄果渣油、0.5%榛子油、2.1%葵花籽

油、0.5%大豆油、0.3%玉米油、1.5%花生油、0.2%米糠油、0.6%棕榈油和0.6%核桃油。

#### 参考文献

- [1] 段军义. 橄榄油的价值与利用[J]. 农产品加工, 2009(4): 30-31.
- [2] 李勇. 橄榄油——食用油中的多面手[J]. 中国食品, 2011(20): 74-75.
- [3] Poulli K I, Mousdis G A, Georgiou C A. Rapid synchronous fluorescence method for virgin olive oil adulteration assessment[J]. Food Chemistry, 2007, 105(1): 369-375.
- [4] Maggio R M, Cerretani L, Chiavaro E, et al. A novel chemometric strategy for the estimation of extra virgin olive oil adulteration with edible oils[J]. Food Control, 2010, 21(6): 890-895.
- [5] Lerma-garci M J, Ramis-ramos G, Herrero-martinez J M, et al. Authentication of extra virgin olive oils by Fourier-transform infrared spectroscopy[J]. Food Chemistry, 2010, 118(1): 78-83.
- [6] 王传现, 褚庆华, 倪昕路. 近红外光谱法用于橄榄油的快速无损鉴别[J]. 食品科学, 2010, 31(24): 402-404.
- [7] Baeten V, Meurens M, Morales M T, et al. Detection of virgin olive oil adulteration by fourier transform raman spectroscopy[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 1996, 44(8): 2225-2230.
- [8] Dourtoglou V G, Dourtoglou T, Antonopoulos A, et al. Detection of olive oil adulteration using principal component analysis applied on total and regio FA content[J]. Journal of the American Oil Chemists' Society, 2003, 80(3): 203-208.
- [9] Hajmahmoodi M, Vander H Y, Sadeghi N, et al. Gas-chromatographic fatty-acid fingerprints and partial least squares modeling as a basis for the simultaneous determination of edible oil mixtures[J]. Talanta, 2005, 66: 1108-1116.
- [10] 张青龄. 橄榄油中角鲨烯含量的气相色谱/质谱法分析[J]. 福建分析测试, 2011, 20(3): 1-4.
- [11] Chen H L, Angiuli M, Ferrari C, et al. Tocopherol speciation as first screening for the assessment of extra virgin olive oil quality by reversed-phase high-performance liquid chromatography/fluorescence detector[J]. Food Chemistry, 2011, 125(4): 1423-1429.
- [12] Laura S H, Marina M L, Crego A L. A capillary

(下转第92页)



式对白煮鸡腿在一星期贮藏内pH的变化情况的影响见图2。

由图2可以看出,不同冷却方式的白煮鸡腿pH在贮藏期内波动幅度不大,最后一天与第一天相比各组均呈上升趋势。大部分处理组的pH在第2、3d升高,这是由于肉中氨基酸分解产生游离氨基,而贮藏前期微生物还处于生长迟滞期,微生物数量总体较少;随后pH有所降低,这是鸡肉贮藏过程中的优势菌种是乳酸菌,在贮藏过程中大量生长繁殖产生乳酸影响pH<sup>[9]</sup>。董晓光的研究表明不同的冷却方法对白煮猪肉的pH没有显著性的影响( $p>0.05$ ),该结果也适用于白煮鸡腿<sup>[2]</sup>。

### 3 结论

本实验研究的五种冷却方式VC-IVC、VC、IVC、AB和WI对白煮鸡腿的冷却效率和品质的影响,其中VC-IVC耗时31min从72℃降到10℃,冷却速率最快,质量损失小于VC和AB,大于IVC和WC;其 $a^*$ 值与传统冷却方式无显著性差异( $p>0.05$ );VC-IVC的弹性显著性大于( $p<0.05$ )其他四种冷却方式处理的白煮鸡腿;VC的硬度、胶着性和咀嚼性都显著性大于( $p<0.05$ )其他冷却方式处理的数值,这是由不同处理鸡肉中的水分含量不同导致的;各冷却方式pH在一星期中变化无显著性影响( $p>0.05$ )。本实验表明VC-IVC可以有效的缩短冷却时间,迅速通过微生物容易繁殖的温度带,而且很好的改善了产品的品质,提高了产品的品质。

### 参考文献

- [1] Drummond L, Sun D W, Vila C T, *et al.* Application of immersion vacuum cooling to water-cooked beef joints—Quality and safety assessment[J]. *LWT—Food Science and Technology*, 2009, 42(1): 332–337.
- [2] Dong X, Chen H, Liu Y, *et al.* Feasibility assessment of vacuum cooling followed by immersion vacuum cooling on water-cooked pork[J]. *Meat Science*, 2012, 90(1): 199–203.
- [3] 李静, 李兴民, 穆国锋, 等. 不同冷却方式对酱牛肉冷却效果的影响[J]. *食品科技*, 2008, 33(8): 73–77.
- [4] 李素云, 纵伟, 李昌文. 真空预冷技术及其在肉类产品中的应用[J]. *肉类研究*, 2009(6): 85–88.

[5] 胡文娟, 姚中锋, 赵晶晶, 等. 白煮整鸡浸泡真空冷却改进技术的研究[J]. *食品科技*, 2012, 37(9): 121–125.

- [6] McDonald K, Sun D W, Kenny T. Comparison of the quality of cooked beef products cooled by vacuum cooling and by conventional cooling[J]. *LWT—Food Science and Technology*, 2000, 33(1): 21–29.
- [7] Schmidt F C, Aragão G M F, Laurindo J B. Integrated cooking and vacuum cooling of chicken breast cuts in a single vessel[J]. *Journal of Food Engineering*, 2010, 100(2): 219–224.
- [8] Wang L, Sun D W. Effect of operating conditions of a vacuum cooler on cooling performance for large cooked meat joints[J]. *Journal of Food Engineering*, 2004, 61(2): 231–240.
- [9] McDonald K, Sun D W. The formation of pores and their effects in a cooked beef product on the efficiency of vacuum cooling[J]. *Journal of Food Engineering*, 2001, 47(3): 175–183.
- [10] James S J. Cooling systems for ready meals and cooked products[J]. *Process Engineering in the Food Industry*, 1990(2): 88–97.
- [11] 南庆贤. 肉类工业手册[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 2003.
- [12] 熊燕子. 真空冷却技术在熟肉制品加工中的应用[J]. *肉类研究*, 2008(6): 70–73.
- [13] 金听祥, 张海川, 李改莲, 等. 熟肉真空冷却过程中水分迁移理论分析和实验[J]. *农业工程学报*, 2008, 24(8): 309–312.
- [14] 刘奕忍, 李兴民, 刘毅, 等. 白煮整鸡的真空冷却工艺研究[J]. *农产品加工·学刊*, 2010(7): 26–28.
- [15] Drummond L, Sun D W. Immersion vacuum cooling of cooked beef—safety and process considerations regarding beef joint size[J]. *Meat Science*, 2008, 80(3): 738–743.
- [16] 金听祥, 张海川, 李改莲, 等. 熟肉真空冷却过程中水分迁移理论分析和实验[J]. *农业工程学报*, 2008, 24(8): 309–312.
- [17] Houska M, Sun D W, Landfeld A, *et al.* Experimental study of vacuum cooling of cooked beef in soup[J]. *Journal of Food Engineering*, 2003, 59(2): 105–110.
- [18] McDonald K, Sun D W, Kenny T. The effect of injection level on the quality of a rapid vacuum cooled cooked beef product[J]. *Journal of Food Engineering*, 2001, 47(2): 139–147.
- [19] 孙彦雨, 周光宏, 徐幸莲. 冰鲜鸡肉贮藏过程中微生物菌相变化分析[J]. *食品科学*, 2011, 32(11): 146–151.

(上接第83页)

electrophoresis-tandem mass spectrometry methodology for the determination of non-protein amino acids in vegetable oils as novel markers for the detection of adulterations in olive oils[J]. *Journal of Chromatography A*, 2011, 1218(30): 4944–4951.

- [13] 张蕊, 薛雅琳, 赵会义. 蜡含量法鉴别初榨橄榄油的方法研究[J]. *中国粮油学报*, 2011, 26(8): 119–122.
- [14] Caponio F, Summo C, Bilancia M T, *et al.* High performance size-exclusion chromatography analysis of polar compounds applied to refined, mild deodorized, extra virgin olive oils and their blends: An approach to their differentiation[J]. *LWT—Food Science and Technology*, 2011, 44(8): 1726–1730.
- [15] Sylwia M S, Jelen H H. The potential of different techniques

for volatile compounds analysis coupled with PCA for the detection of the adulteration of olive oil with hazelnut oil[J]. *Food Chemistry*, 2008, 110(3): 751–761.

- [16] Crews C, Calvet-Sarrett R, Breerton P. The analysis of sterol degradation products to detect vegetable fats in chocolate[J]. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 1997, 74(10): 1273–1280.
- [17] Kochhar S P. Influence of processing on sterols of edible vegetable oils[J]. *Progress in Lipid Research*, 1983, 22: 161–188.
- [18] Dobarganes M C, Cert A, Dieffenbacher A. The determination of stigmastadienes in vegetable oils[J]. *Pure and Applied Chemistry*, 1999, 71(2): 349–359.