

高灵敏测定市售饮料酒中的矿物油污染物

GC-295

摘要：采用液液萃取和高效液相色谱-气相色谱联用（HPLC-GC）建立了白酒、啤酒和葡萄酒中微量饱和烃矿物油（MOSH）和芳香烃矿物油（MOAH）的高灵敏度测定方法，方法的定量限（LOQ）为 0.05 mg/L，加标回收率为 87% ~ 107%（RSD=1.9% ~ 4.9%）。应用该方法调查了市售 17 个饮料酒（其中白酒 9 个，啤酒和葡萄酒各 4 个）中的矿物油污染情况。结果表明：所有啤酒和葡萄酒样品均未检出矿物油，但有 5 个白酒被检出 MOSH，含量为 0.06 ~ 2.74 mg/L；其中 2 个检出 MOAH，分别为 0.11 mg/L 和 1.24 mg/L；这些阳性样品的矿物油含量与酒精度呈正相关，其部分污染可能来自包装金属罐。

关键词：白酒 矿物油 高效液相色谱-气相色谱联用 酒精度 金属罐

技术特色：

- ❖ HPLC-GC 将液相的分离与 GC-FID 相结合，解决了矿物油分析的选择性与灵敏度问题。
- ❖ 大幅度提高灵敏度的同时，实现了分离、制备与检测的自动化。

自从 2008 年发生欧洲进口的乌克兰葵花籽油被矿物油污染的事件之后^[1]，欧盟对各类食品中的矿物油污染情况一直非常重视，先后出台了“食品中矿物油的科学意见”^[2]、国际标准 ISO 17780—2015《动植物油脂 植物油中脂肪烃的测定》（Animal and vegetable fats and oils - Determination of aliphatic hydrocarbons in vegetable oils）和欧盟标准 EN 16995—2017《植物油和植物油基食品中饱和烃和芳香烃矿物油的测定》[Vegetable oils and foodstuff on basis of vegetable oils - Determination of mineral oil saturated hydrocarbons (MOSH) and mineral oil aromatic hydrocarbons (MOAH) with on-line HPLC-GC-FID analysis] 以及相关监管规范^[3]。根据欧洲食品安全局（European Food Safety Authority, EFSA）的规定，矿物油是石油和合成油及其精炼产品，包含 $n-C_{10} \sim n-C_{50}$ 碳氢化合物，可分为饱和烃矿物油（mineral oil saturated hydrocarbons, MOSH）和芳香烃矿物油（mineral oil aromatic hydrocarbons, MOAH）两类^[2]。矿物油可以通过原料、生产、包装、运输整个产业链迁移污染食品^[2,4-5]，因而欧盟呼吁世界各国广泛收集矿物油污染数据^[6]。然而，目前的调查尚不充分^[7-8]，我国的更少；并且现有数据主要集中于食用油、巧克力、奶粉、大米、饼干、面包等^[7,9-15]，对饮料酒的关注很少。仅有报道也在上世纪，CASTLE 等在 1991 年采用气相色谱法（gas chromatography,

GC）测定啤酒中的矿物油，目的是考察包装材料迁移情况，结果因方法的定量限过高（0.1 mg/kg）而未检出^[16]；JICKELLS 等则在 1994 年以 GC 分析了 105 个葡萄酒样品，目的是考察瓶塞涂抹的矿物油蜡的迁移情况，结果也因方法的定量限太高（0.2 mg/L）而未检出^[17]。

由于矿物油能溶于乙醇，因而高酒精度（乙醇体积分数）酒可能会有矿物油污染。我国的白酒酒精度（30%~70%）远高于文献报道的啤酒（1%~8%）和葡萄酒（7%~18%）^[18-19]，因此有必要了解白酒的矿物油污染情况。然而，酒中的矿物油含量很低，需要采用更为灵敏的分析手段。为此，本文应用高灵敏度的高效液相色谱-气相色谱联用（on-line high performance liquid chromatography coupled with gas chromatography, HPLC-GC）技术，该技术通过 GC 分离柱之前的保留间隙柱、三通和溶剂挥发出口，实现了大体积进样，将常规 GC 的分析灵敏度提高了 100 多倍^[20-21]。

基于上述分析，本文首先优化了不同酒精度饮料酒的提取方法，然后通过 HPLC-GC 建立了白酒、葡萄酒和啤酒中的 MOSH 和 MOAH 的高灵敏测定方法，最后应用该方法调查了部分市售饮料酒产品的矿物油含量，并且分析了矿物油与酒精度、包装材料的关联性，以探究其污染来源。

■ 材料和方法

1.1 样品

收集了北京市场上的 17 个饮料酒，其中白酒 9 个（A1~A9）、葡萄酒（B1~B4）和啤酒（C1~C4）各 4 个，样品的酒精度和包装信息见表 1。

表 1 样品信息
Table 1 Information of the analytical samples

编号	乙醇体积分数 /%	包装	编号	乙醇体积分数 /%	包装
A1	56	玻璃瓶	B1	11	玻璃瓶
A2	46	玻璃瓶	B2	12.5	玻璃瓶
A3	42	玻璃瓶	B3	13.5	玻璃瓶
A4	52	塑料瓶	B4	14.5	玻璃瓶
A5	43	玻璃瓶	C1	3.3	玻璃瓶
A6	40	玻璃瓶	C2	≥4.0	金属罐
A7	52	金属罐	C3	≥4.7	金属罐
A8	53	金属罐	C4	5.0	金属罐
A9	68	金属罐			

1.2 试剂与标准品

正己烷、二氯甲烷和无水乙醇均为色谱纯试剂，美国 Fisher Scientific 公司；无水硫酸钠（分析纯），国药集团化学试剂有限公司；两种混合标准溶液：含有 9 种化合物的 MOSH/MOAH 混合标准溶液，北京坛墨质检科技有限公司，其中正十一烷（*n*-undecane, *n*-C₁₁）、环己基环己烷（bicyclohexyl, Cycy）、戊基苯（amylbenzene, 5B）、1-甲基萘（1-methylnaphthalene, 1-MN）、2-甲基萘（2-methylnaphthalene, 2-MN）、1,3,5-三叔丁基苯（1,3,5-tri-tert-butylbenzene, TBB）的质量浓度均为 300 mg/L，正十三烷（*n*-tridecane, *n*-C₁₃）的质量浓度为 150 mg/L，胆甾烷（5- α -cholestane, Cho）和芘（perylene, Per）的质量浓度为 600 mg/L。自行配制碳数保留时间混合标准溶液，其中正构烷烃标准品购自美国 Restek 公司，溶液中含有 *n*-C₁₀、*n*-C₁₁、*n*-C₁₃、*n*-C₁₆、*n*-C₂₀、*n*-C₂₄、*n*-C₂₅、*n*-C₃₅、*n*-C₄₀、*n*-C₅₀ 各 100 mg/L，用于划分碳数范围。

1.3 仪器与设备

HPLC-GC 联用仪器由三部分组成：LC-20AD 液相色谱仪（配备紫外检测器）、GC-2010 Plus 气相色谱仪（配备 FID 检测器），日本岛津公司；HPLC-GC 接口，德国 Axel Semrau 公司。R-100 旋转蒸发器，瑞士步琦有限公司；HeraeusMegafuge 8 离心机，美国 Fisher Scientific 公司。

1.4 方法

1.4.1 提取与浓缩

取 20 mL 白酒置于玻璃离心管中，加入 10 μ L 的 MOSH/MOAH 混合标准溶液，加入 10 mL 正己烷振荡 1 h，然后加入 10 mL 去离子水，离心取上清液，以无水硫酸钠除去水分，旋转蒸发浓缩至约 1 mL，供 HPLC-GC 分析。

取 20 mL 啤酒和葡萄酒样品（啤酒和起泡葡萄酒超声脱气 10 min）置于玻璃离心管中，加入 10 μ L 的 MOSH/MOAH 混合标准溶液，加入 20 mL 正己烷：乙醇（1:1, v/v）混合试剂振荡 1 h，离心取上清液，以无水硫酸钠除去水分，旋转蒸发浓缩至约 1 mL，供 HPLC-GC 分析。

1.4.2 HPLC-GC 分析

1.4.2.1 HPLC 条件

采用 Restek Allure Si (250 mm×2.1 mm, 5 μm) 色谱柱。流动相 A 为正己烷, 流动相 B 为二氯甲烷, 采用梯度洗脱程序: 0~0.1 min, 100% A (流速为 0.3 mL/min); 0.1~6.2 min, 70%A (流速为 0.3 mL/min); 6.2~15.2 min, 100% B (反冲, 流速为 0.5 mL/min); 15.2~25.2 min, 100% A (流速为 0.5 mL/min); 25.2~30 min, 100% A (流速为 0.3 mL/min)。进样量为 100 μL。采用紫外分光光度计 (230 nm) 监测 HPLC 的流动相与 MOAH 流出情况。

1.4.2.2 HPLC-GC 接口

经 HPLC 分离得到 MOSH (2.0~3.5 min) 和 MOAH (4.5~6.0 min) 两段流分, 通过阀切换导入 GC, 以保留间隙与溶剂挥发出口完成大体积进样。

1.4.2.3 GC 条件

GC 仪器配置两套完全相同的通道, 每个通道均采用 Restek MXT (10 m×0.53 mm) 无涂层毛细管预柱和 Restek MXT-1 (15 m×0.25 mm×0.25 μm) 分析柱, 保留间隙柱与分析柱之间通过三通与溶剂排出阀连接; 程序升温为初始温度 60°C, 保持 6 min, 以 15°C/min 升温至 120°C, 再以 25°C/min 升温至 370°C, 保持 6 min; FID 温度为 380°C; 载气为氢气 (纯度 ≥99.995%), MOSH 和 MOAH 通道的初始压力分别为 80 和 79 kPa; 辅助气、燃烧气和助燃气分别为氮气、氢气和空气, 流速分别为 30、40 和 400 mL/min。

1.4.3 数据分析

MOSH 和 MOAH 的 GC 谱图呈跨越一定沸程范围的驼峰, 定量计算时, MOSH/MOAH 的含量通过积分计算基线与驼峰之间的面积得到, 基线由空白实验获得; 驼峰上方的尖峰需要扣除^[20-21]。内标法定量: MOSH 的内标物为 Cicy, MOAH 的内标物为 2-MN。

■ 结果与分析

2.1 提取

2.1.1 提取溶剂

矿物油的提取基于相似相溶原理, 以弱极性溶剂提取。通常, 为了匹配 HPLC-GC 分析, 常用正己烷作提取溶剂^[20]。因此, 饮料酒中的矿物油提取是一个液液萃取过程。由表 1 可知, 白酒的酒精度最高, 含量范围为 40%~68%; 其次是葡萄酒, 酒精度为 11%~14.5%; 啤酒的乙醇含量仅为 3.3%~5%。因此, 饮料酒的提取方法实际上就是根据样品中的乙醇含量, 匹配出最优的正己烷-乙醇-水溶剂体系, 以达到最好的矿物油提取效果。

由于白酒的酒精度中位值为 52%, 因而可以粗略认为其乙醇和水的比例 (v/v) 为 1:1, 即 20 mL 白酒中乙醇和水均为 10 mL。通常, 为了达到最佳萃取效果, 水-乙醇-正己烷溶剂体系比例 (v/v) 应接近 2:1:1^[20]。因此, 提取白酒中的矿物油需要添加 10 mL 正己烷和 10 mL 水。同样地, 葡萄酒和啤酒中的乙醇含量较低, 可以粗略认为由水组成, 可在 20 mL 两种发酵酒中添加 10 mL 正己烷和 10 mL 乙醇进行提取。

2.1.2 提取级数

矿物油提取是否完全可以通过提取级数考察。以样品 A1 为例, 分别比较了提取一次和两次的分析结果 (表 2)。结果表明: 两次提取的 MOSH 含量仅比一次提取的增加了 2.7%, 说明一次即可将绝大部分矿物油提取出来。考虑到提取两次消耗的时间和溶剂均增加一倍, 因此确定提取级数为一次。

表 2 提取次数对同一样品中 MOSH ($n-C_{10}\sim C_{50}$) 测定的影响 ($n=3$)Table 1 Influence of extraction time on the determination of MOSH($n-C_{10}\sim C_{50}$) in the same sample

提取次数	MOSH/(mg/L)	RSD/%
1	0.37	1.6
2	0.38	1.5

2.2 方法学考察

2.2.1 定量限

HPLC-GC 将液相的分离、制备功能与 GC-FID 的检测功能相结合, 同时解决了矿物油分析的选择性与灵敏度问题, 其中对分析灵敏度的提高最为显著。该联用仪器的核心是通过 Y 接口、保留间隙、三通、溶剂蒸气排出阀组成的 HPLC-GC 接口, 将 HPLC 分离出来的 MOSH 和 MOAH 流全部在线转移至 GC 进行分析, 实现了全样品分析, 从而将矿物油的分析灵敏度提高了 2~3 个数量级。该技术在大幅度提高灵敏度的同时, 实现了分离、制备与检测的自动化, 并且避免了实验操作过程的污染引入, 保证了分析结果的准确度和重现性。

HPLC-GC 的检测器为氢火焰离子化检测器 (FID), 利用 FID 对不同碳氢化合物的等碳响应原理, 即同样质量烃类物质的 FID 响应值近似相同, 因而可以通过内标法对不同来源的矿物油进行准确定量, 也就解决了矿物油缺乏标准参考物质的难题^[20]。不过, 矿物油涉及的碳数范围较广 ($n-C_{10}\sim C_{50}$), 化合物众多, 无法分离, 其 GC-FID 谱图是数以万计化合物组成的驼峰。该驼峰必须距离基线一定高度才能准确积分计算, 从而满足分析检测的不确定度要求。因此, 一般仪器噪音计算检出限的方法 GB 5009.1—2003《食品卫生检验方法理化部分总则》不适用于本方法。通常, 矿物油的分析方法定量限 (LOQ) 通过经验值计算^[20]。

根据欧洲联合研究中心 (JRC) 2019 年出台的指导意见《食品和食品接触材料中矿物油测试的取样、分析和数据报告指南》: 矿物油的 LOQ 值除了受基线影响, 驼峰宽度 (碳数范围) 的影响也较大^[3]。因此, 至少需要有 50~100 ng 矿物油进入 FID 才能准确定量。饮料酒的 LOQ 值计算方法是: 取样量为 20 mL, 经提取、浓缩后得到体积为 1 mL, 注入 HPLC-GC 的体积为 100 μ L, 相当于 2 mL 样品中的矿物油进入 FID 检测, 因而对应的 LOQ 值为 0.05 mg/L (以进入检测器的矿物油质量为 100 ng 计算)。如果需要更低的 LOQ 值, 则需要增加取样量或浓缩倍数, 例如, 如果增加取样量至 100 mL, 提取液的浓缩体积仍为 1 mL 时, 方法定量限为 0.01 mg/L。需要注意的是, 提取溶剂的体积也相应增加, 而浓缩倍数的增加对溶剂的纯度和操作提出了更高要求。

2.2.2 回收率和精密度

本实验选取白酒样品进行基质加标回收率实验, MOSH 的添加量为两个水平, 分别为 0.05 mg/L 和 0.50 mg/L; 考虑到 MOAH 的含量较低, 添加量为一个水平, 含量为 0.05 mg/L, 平行测定 6 次后计算加标回收率和相对标准偏差 (RSD)。结果显示: 加标回收率为 87%~107%, RSD 为 1.9%~4.9% (表 3), 说明该方法的准确度满足分析检测要求。

表 3 加标回收率考察 ($n=6$)Table 3 Recoveries of spiked samples ($n=6$)

矿物油	本底值/(mg/L)	添加量/(mg/L)	测定值/(mg/L)	回收率/%	RSD/%
MOSH	MOSH	0.05	0.31	87	4.9
		0.50	0.80	107	1.9
MOAH	MOAH	0.05	0.16	103	3.5

2.3 样品分析

应用建立的分析方法分别测定了 17 个市售白酒、葡萄酒和啤酒中的中 MOSH 和 MOAH 的含量，并且根据 JRC 指南要求划分了碳数范围（碳段），其中 MOSH 划分为 6 个碳段，MOAH 划分为 4 个碳段。结果表明（表 4）：尽管本文的方法定量限比文献值低^[16-17]，仍然没有在啤酒和葡萄酒中检出矿物油，却在白酒中发现阳性样品，有 5 个检出含有 MOSH，其中 2 个含有 MOAH。矿物油的检出率超过了 50%，说明白酒的矿物油污染严重，应当予以重视。

由于白酒比葡萄酒和啤酒更容易受到矿物油污染，结合三种饮料酒的酒精度，很容易得出乙醇含量与矿物油相关的结论。原因可能与矿物油在乙醇和水中的溶解性相关，通常，矿物油更容易溶解于乙醇中。这一点和矿物油与脂肪的相关性类似，通常脂肪含量越高，受矿物油污染的风险越大，因此，食用油一直是矿物油污染的“重灾区”^[12,15]。

表 4 中的 A1 和 A2 来自同一厂家的两个包装相同的产品，它们的 MOSH 含量分别为 0.37 mg/L 和 0.17 mg/L；比较 HPLC-GC 谱图发现：两个样品的驼峰形状相似，碳数范围均为 $n-C_{12}\sim C_{22}$ ，且均以 $n-C_{16}$ 为中心（图 1），说明同一厂家的污染来源相同。由于 A1 和 A2 的酒精度分别为 56% 和 46%，对应 MOSH 含量为 0.37 mg/L 和 0.17 mg/L，进一步说明酒精度与矿物油呈正相关。

然而，其他白酒样品的矿物油与乙醇并非完全相关，如酒精度为 52% 的样品 A4 和 A7 并没有检出矿物油，反而酒精度只有 43% 的 A5 检出含有 MOSH（0.06 mg/L）。说明矿物油污染来源主要与生产厂家相关，规范的生产工艺可以有效避免矿物油污染。

本次调查发现两个白酒样品（A8 和 A9）含有 MOAH，它们的 HPLC-GC 谱图中 MOSH 和 MOAH 的峰形和碳数范围高度对应（图 2），这是矿物油污染的典型特征^[20]。但是，A8 和 A9 之间的峰形和碳数范围有差异，说明污染来源不同。A8 和 A9 来自不同生产厂家，A8 为米香型白酒，其 MOSH 由两个驼峰组成，第一个峰的碳数以 $n-C_{16}$ 为中心，范围 $n-C_{12}\sim C_{20}$ ，含量为 0.10 mg/L；第二个峰以 $n-C_{28}$ 为中心，碳数范围为 $n-C_{20}\sim C_{38}$ ，含量为 0.17 mg/L；与 MOSH 对应的 MOAH 也有两个驼峰，碳数范围也集中在 $n-C_{16}\sim C_{35}$ （0.1 mg/L）。A9 是清香型白酒，其 MOSH 和 MOAH 均只有一个驼峰，碳数范围从 $n-C_{12}$ 到 $n-C_{40}$ 以上（以 $n-C_{28}$ 为中心），MOSH 的含量为 2.74 mg/L，MOAH 的含量为 1.24 mg/L。A8 和 A9 的共同点在于均为金属罐包装。因此，其污染来源很可能来自金属罐，金属罐加工过程会接触到润滑剂，润滑剂通过金属包装迁移进入白酒，引起污染^[22]。

不过，同样是金属罐包装的白酒 A7 并未检出矿物油，说明规范的工艺完全可以避免矿物油污染。此外，塑料瓶包装的 A4 也未检出矿物油，其分析谱图也没有显示出塑料迁移的聚烯烃寡聚饱和烃（polyolefin oligomeric saturated hydrocarbons, POSH）的特征峰^[23]（谱图未显示）。

表 4 白酒中的矿物油含量 (mg/L)

Table 4 Contents of MOSH and MOAH in Baijiu samples

编号 **	MOSH/ (mg/L)							MOAH/ (mg/L)				
	$C_{10}\sim C_{50}$	$C_{10}\sim C_{16}$	$C_{16}\sim C_{20}$	$C_{20}\sim C_{25}$	$C_{25}\sim C_{35}$	$C_{35}\sim C_{40}$	$C_{40}\sim C_{50}$	$C_{10}\sim C_{50}$	$C_{10}\sim C_{16}$	$C_{16}\sim C_{25}$	$C_{25}\sim C_{35}$	$C_{35}\sim C_{50}$
A1	0.37	0.15	0.21	0.01	0	0	0	ND	ND	ND	ND	ND
A2	0.17	0.10	0.07	0	0	0	0	ND	ND	ND	ND	ND
A3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
A4	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
A5	0.06	0.03	0.03	0	0	0	0	ND	ND	ND	ND	ND

A6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
A7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
A8	0.27	0.04	0.05	0.05	0.13	0	0	0.11	0.01	0.05	0.05	0
A9	2.74	0.09	0.53	0.85	1.20	0.06	0.01	1.24	0.36	0.47	0.39	0.02

注：* 定量限 (LOQ) 为 0.05 mg/L，表示 C₁₀~C₅₀ 范围 MOSH 或 MOAH 驼峰积分面积与内标物尖峰面积的比对结果需要满足的最低值；该结果如果低于 0.05 mg/L，则为未检出 (ND)，那么其所有碳段的含量均为 ND；如果结果高于 0.05 mg/L，则为可检出，其结果是各碳段的含量加和，即部分碳段的数值可能低于 0.05 mg/L 或甚至为 0，但总量高于 0.05 mg/L。** 样品 A1 和 A2 来自同一生产厂家。

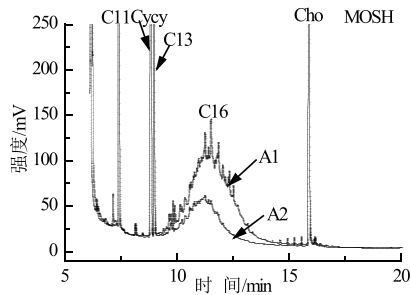


图 1 白酒样品 A1 和 A2 的 HPLC-GC 谱图

Fig. 1 HPLC-GC chromatograms of MOSH in Baijiu samples (Sample A1 and Sample A2 in Table 4)

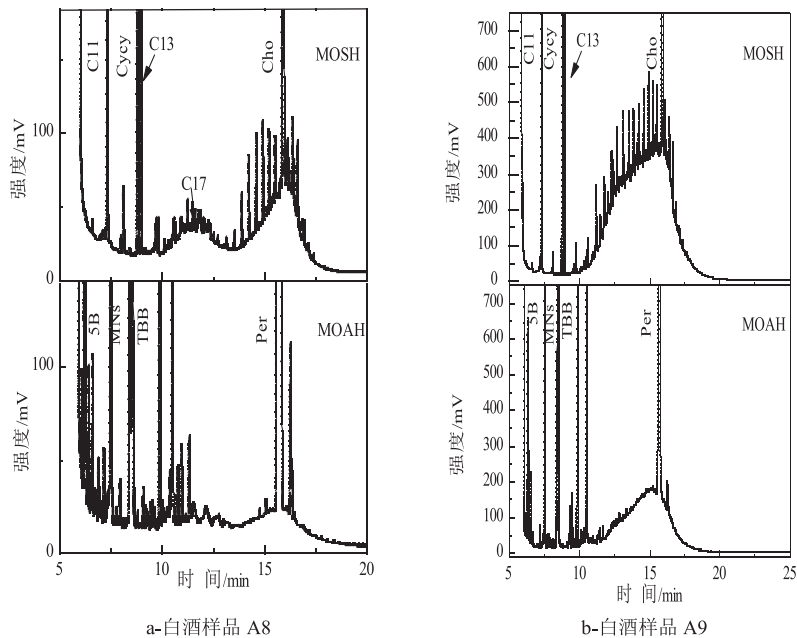


图 2 白酒样品 A8 (a) 和 A9 (b) 中 MOSH 和 MOAH 的 HPLC-GC 谱图

Fig. 2 HPLC-GC chromatograms of MOSH and MOAH in Baijiu samples (a. Sample A8; b. Sample A9 in Table 4)

■ 结论

本文通过优化液液萃取中正己烷 - 乙醇 - 水三相溶剂体系的比例, 结合最新的 HPLC-GC 联用技术建立了白酒、葡萄酒和啤酒中 MOSH 和 MOAH 的高灵敏度测定方法, 方法定量限达到 0.05 mg/L。应用该方法调查了市售 17 个饮料酒产品中的矿物油含量。结果发现, 酒精度低的啤酒和葡萄酒中均未检出污染, 但白酒中有一半以上检出污染, 其中两个产品含有 MOAH。数据分析表明: 矿物油污染与生产厂家和包装材料密切相关。

参考文献

- [1] BIEDERMANN M, GROB K. How "white" was the mineral oil in the contaminated Ukrainian sunflower oils? [J]. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 2009, 111, 313-319.
- [2] European Food Safety Authority (EFSA). Scientific opinion on mineral oil hydrocarbons in food [J]. *EFSA Journal*, 2012, 10(6): 2704.
- [3] BRATINOVA S, HOEKSTRA E. Guidance on sampling, analysis and data reporting for the monitoring of mineral oil hydrocarbons in food and food contact materials [J]. Luxembourg: Publications Office of the European Union, 2019, ISBN 978-92-76-00172-0, doi: 10.2760/208879, JRC115694.
- [4] GRUNDBÖCK F, FISELIER K, SCHMID F, et al. Mineral oil in sunflower seeds: the sources [J]. *European Food Research Technology*, 2010, 231:209-213.
- [5] BIEDERMANN M, INGENHOFF J E, BARBANERA M, et al. Migration of mineral oil into noodles from recycled fibres in the paperboard box and the corrugated board transport box as well as from printing inks: a case study [J]. *Packaging Technology Science*, 2011, 24(5): 281-290.
- [6] Commission of the European Union. Commission Recommendation (EU) 2017/84 of 16 January 2017 on the monitoring of mineral oil hydrocarbons in food and in materials and articles intended to come into contact with food [J]. *Official Journal of the European Union*, 2017, L12: 95-96.
- [7] VAN HEYST A, VANLANCKER M, VERCAMMEN J, et al. Analysis of mineral oil in food: results of a Belgian market survey [J]. *Food Additives & Contaminants: Part A*, 2018, 35(10): 2062-2075.
- [8] HOCHEGGER A, MORET S, GEURTS L, et al. Mineral oil risk assessment: Knowledge gaps and roadmap. Outcome of a multi-stakeholders workshop [J]. *Trends in Food Science & Technology*, 2021, 113: 151-166.
- [9] BRÜHL L. Occurrence, determination, and assessment of mineral oils in oilseeds and vegetable oils [J]. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 2016, 118(3):361-372.
- [10] LIU L L, HUANG H, WU Y W, et al. Offline solid-phase extraction large-volume injection-gas chromatography for the analysis of mineral oil-saturated hydrocarbons in commercial vegetable oils [J]. *Journal of Oleo Science*, 2017, 66(9): 981-990.
- [11] 刘玲玲, 李冰宁, 欧阳杰, 等. 高效液相色谱 - 气相色谱联用法测定稻谷和大米中的饱和烃矿物油 [J]. *食品科学*, 2019, 40(16): 302-307.
LIU L L, LI B N, OUYANG J, et al. Determination of saturated hydrocarbon mineral oil in paddy and rice by on-line high performance liquid chromatography-gas chromatography [J]. *Food Science*, 2019, 40(16): 302-307.
- [12] LIU L L, LI B N, OUYANG J, et al. Mild mixed-solvent extraction for determination of total mineral oil hydrocarbon contaminants in milk powder products [J]. *Food Chemistry*, 2020, 333: 127488.
- [13] 谢尧卿, 刘玲玲, 李冰宁, 等. 基于液相色谱 - 气相色谱联用测定巧克力中的饱和烃和芳香烃矿物油 [J]. *食品科学*, 2021, 42(12): 288-294.

- XIE Y Q, LIU L L, LI B N, et al. Determination of mineral oil saturated hydrocarbons and aromatic hydrocarbons in chocolate by on-line liquid chromatography-gas chromatography [J]. Food Science, 2021, 42(12): 288-294.
- [14] WAN J J, ZHANG S C, LIU L L, et al. Contribution of packaging materials to MOSH and POSH contamination of milk powder products during storage[J]. Food Additives & Contaminants: Part A, 2021, 38(6): 1034-1043.
- [15] LIU L L, LI B N, YANG D Y, et al. Survey of mineral oil hydrocarbons in Chinese commercial complementary foods for infants and young children[J]. Food Additives & Contaminants: Part A, 2021, 38(9): 1441-1455.
- [16] CASTLE L, KELLY M, GILBERT J. Migration of mineral hydrocarbons into foods. 1. Polystyrene containers for hot and cold beverages[J]. Food Additives & Contaminants: Part A, 1991, 8(6): 693-699.
- [17] JICKELLS S M, NICHOL J, CASTLE L. Migration of mineral hydrocarbons into foods. 5. Miscellaneous applications of mineral hydrocarbons in food contact materials[J]. Food Additives & Contaminants: Part A, 1994, 11(3): 333-341.
- [18] VOSS H G J, MENDES JÚNIOR J J A, FARINELLI M E, et al. A Prototype to detect the alcohol content of beers based on an electronic nose[J]. Sensors, 2019, 19(11): 2646.
- [19] 李国辉, 高洪波, 吕志远, 等. 酒精度快速测定仪测定饮料酒酒精度 [J]. 食品与发酵工业, 2019, 45(1): 197-201.
- LI G H, GAO H B, LV Z Y, et al. A rapid alcohol tester for determination alcohol strengths of alcoholic beverages[J]. Food and Fermentation Industries, 2019, 45(1): 197-201.
- [20] BIEDERMANN M, GROB K. On-line coupled high performance liquid chromatography-gas chromatography for the analysis of contamination by mineral oil. Part 1: method of analysis[J]. Journal of Chromatography A, 2012, 1255: 56-75.
- [21] 武彦文, 李冰宁, 刘玲玲, 等. 基于高效液相-气相色谱联用技术的矿物油分析研究进展 [J]. 分析化学, 2021, 3(49): 341-349.
- WU Y W, LI B N, LIU L L, et al. Research progress of analysis of mineral oil hydrocarbons using on-line high performance liquid chromatography coupled with gas chromatography[J]. Chinese Journal of Analytical Chemistry, 2021, 49(3): 341-349.
- [22] European Food Safety Authority (EFSA), ARCELLA D, BAERT K, et al. Rapid risk assessment on the possible risk for public health due to the contamination of infant formula and follow-on formula by mineral oil aromatic hydrocarbons (MOAH)[R]. EFSA, 2019.
- [23] BIEDERMANN-BREM S, KASPRICK N, SIMAT T, et al. Migration of polyolefin oligomeric saturated hydrocarbons (POSH) into food[J]. Food Additives & Contaminants: Part A, 2012, 29: 449-460.

文章来源

刘玲玲, 李冰宁, 杨梦奇, 等. 高灵敏测定市售饮料酒中的矿物油污染物 [J]. 食品与发酵工业, 2022, 48(7): 258 - 263.

岛津应用云

