

---

中华人民共和国粮食行业标准

**粮油检验 动植物油脂中饱和烃和芳香烃矿物油的测定**

**(征求意见稿)**

**编制说明**

标准起草组

2022年05月

# 《粮油检验 动植物油脂中饱和烃和芳香烃矿物油的测定》

## 编制说明

1. 工作简况（包括任务来源、协作单位、主要工作过程、标准主要起草人及其所做的工作等）

1.1 任务来源（包括标准下达计划、标准计划项目调整、标准制修订的背景、必要性和重要意义等）

1.1.1 标准下达计划（包括标准下达计划文件、标准名称、第一起草单位等）

本标准根据国家粮食和物资储备局办公室《关于下达 2017 年第二批粮油行业标准制修订计划的通知》（国粮办发〔2017〕177 号）立项。批准的标准名称是《粮油检验 动植物油脂中饱和烃矿物油的测定》。本标准的第一起草单位是北京市科学技术研究院分析测试研究所（北京市理化分析测试中心）。

1.1.2 标准计划项目调整（如有，请写明申请调整的具体内容、理由和依据等）

标准下达计划时的标准名称是《粮油检验 动植物油脂中饱和烃矿物油的测定》，然而，2017 年欧盟发布了 EN16995: 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》[EN16995: 2017 Foodstuff - 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]<sup>[1]</sup>。为了紧跟国际标准，本标准拟将分析目标物扩展为饱和烃（MOSH）与芳香烃矿物油（MOAH）两类，采用液相色谱-气相色谱联用法测定。因此，标准名称修改为《粮油检验 动植物油脂中饱和烃和芳香烃矿物油的测定》。

1.1.3 标准制修订的背景、必要性和重要意义

矿物油来源于石油和合成油，人类日常生产生活中接触的许多石化产品均普遍存在矿物油，如柴油、润滑油、溶剂油、白油等。根据 2012 年欧洲食品安全局（EFSA）出版的科学意见，食品中的矿物油污染物范围应涉及  $n\text{-C}_{10}\sim n\text{-C}_{50}$  沸程范围的所有碳氢化合物<sup>[3]</sup>。因此，矿物油涵盖的化合物数量巨大，结构类型繁多。根据矿物油的毒性可以分为饱和烃矿物油（mineral oil saturated hydrocarbons, MOSH）和芳香烃矿物油（mineral oil aromatic hydrocarbons, MOAH）两类，其中

---

MOSH 主要包括直链、支链烷烃和环烷烃，而 MOAH 是指 1~7 个环的芳烃。MOAH 与多环芳烃（PAH）的区别是，MOAH 的芳环是高度烷基化的，而 PAH 则没有取代基。一般情况下，工业级矿物油中含有 15%~35% 的 MOAH，而食品级则经过高度精炼，如白油（又名液体石蜡）中几乎全部是 MOSH<sup>[3]</sup>。MOSH 和 MOAH 毒性差异较大，其中 MOSH 容易蓄积在人体的脂肪组织、淋巴、脾脏和肝脏中，容易引发微型肉芽肿甚至炎症；MOAH 则具有潜在致癌和致畸毒性<sup>[3]</sup>。

矿物油污染食品的途径涉及原料采收、运输贮存、生产加工、包装销售等多个环节，污染来源主要有环境污染、润滑油以及包装材料的矿物油迁移<sup>[3]</sup>。因此，食品中普遍存在矿物油污染，即使生产规范也不能完全避免污染，普遍存在 mg/kg 级的 MOSH。2019 年和 2021 年，德国食品联合会分别给出了 3 类<sup>[4]</sup>和 8 类食品<sup>[5]</sup>中矿物油含量的基准值[Benchmark levels for mineral oil hydrocarbons (MOH) in foods]，其中针对食用油脂的基准值：MOSH 是 13 mg/kg，不得检出 MOAH<sup>[5]</sup>。该基准值对应的分析方法是欧洲联合研究中心（JRC）指南给出的方法定量限<sup>[2]</sup>。然而，国内外却没有与 JRC 指南相对应的标准分析方法。

目前，我国测定食用油脂中矿物油的标准方法只能用于定性，不能定量<sup>[6]</sup>。针对食用油中矿物油的分析，主要有离线<sup>[7~11]</sup>和液相色谱-气相色谱联用法（HPLC-GC）联用<sup>[1, 2, 12]</sup>两种方法。近年来，随着矿物油污染分析灵敏度的要求不断提高，离线方法的准确度和重现性均无法满足要求<sup>[13]</sup>，联用法已经成为矿物油分析的主要方法<sup>[1, 2]</sup>。因此，本标准采用 HPLC-GC 测定动植物油脂中 MOSH 和 MOAH。

## 1.2 协作单位（除第一起草单位外的其他起草单位）

本标准的协作单位有：北京林业大学、中机康元粮油装备（北京）有限公司、丰益（上海）生物技术研发中心有限公司、北京市粮油食品检验所、湖北福星生物科技有限公司。

## 1.3 主要工作过程（应包括标准起草阶段、征求意见阶段、审查阶段、报批阶段等）

（1）2017 年 1 月—2017 年 3 月，成立标准起草组，查询了国内外相关标准和文献，初步确定标准制定方案和工作计划；

（2）2017 年 4 月—2017 年 12 月，样品前处理方法研究；

（3）2018 年 1 月—2018 年 9 月，方法学考察；

---

(4) 2018年10月, 延期至2019年12月31日, 更改标准名称为《粮油检验 动植物油脂中饱和烃与芳香烃矿物油的测定》;

(5) 2018年11月—2019年6月, 重新制定与国际接轨的标准方法;

(6) 2019年7月—2019年9月, 实验室间验证与结果统计, 形成标准草案与编制说明;

(7) 2019年10月, 向全国食品分析相关的检测机构, 包括质监、卫生系统、高校与科研院所等多家单位的20位专家征集了148条意见, 其中采纳123条, 部分采纳5条, 不采纳18条, 并且, 对不予采纳给出了充分的理由, 对一些疑问进行了详细的解释。

(8) 2022年1月—2022年5月, 根据欧洲联合研究中心(JRC)对食品中的矿物油分析方法提出了指导意见(Guidance on sampling, analysis and data reporting for the monitoring of mineral oil hydrocarbons in food and food contact materials), 其要求食用油脂中矿物油的分析方法定量限要达到 $2\text{ mg/kg}^{[2]}$ , 对方法进行了改进并再次实施实验室间验证工作, 参加验证的单位有: 国家粮食和物资储备局科学研究院粮油质量检验测试中心、北京市粮油食品检验所、丰益(上海)生物技术研发中心有限公司、雀巢研发(中国)有限公司、天津雀巢有限公司。

#### 1.4 标准主要起草人及其所做的工作等

##### 1.4.1 主要起草人

本标准的主要起草人: 武彦文、李冰宁、刘玲玲、欧阳杰、相海、曹文明、任嘉嘉、张明明、胡淑珍、李辉、胡锐。

##### 1.4.2 工作内容

起草人负责标准制定工作的组织、协调、相关资料的查阅、收集、标准文本及编制说明的撰写, 起草人经讨论后, 确定标准研制方案包括确定样品前处理步骤、测定方法和积分计算以及方法学考察(包括线性范围、定量限、回收率和精密度等), 随后组织实验室间方法验证, 通过电子邮件等方式征求意见, 以及归纳整理相关意见和建议, 并且做出相应修改, 形成标准文本及编制说明。

**2. 标准编制原则和确定标准主要内容(如技术指标、参数、公式、性能要求、试验方法、检验规则等)的论据(包括试验、统计数据)。**修订标准时, 应列出与原标准的主要差异和水平对比

---

本标准参考国际标准 [EN16995:2017 Foodstuff - 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]<sup>[1]</sup>编制, 优化了前处理操作。标准文本根据 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分: 标准化文件的结构和编写规则》和 GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分: 试验方法标准》要求编写。

### 3. 主要试验(或验证)情况的分析、综述报告, 技术经济论证, 预期的经济效果

#### 3.1 情况分析

矿物油化学组成复杂、化合物数量数以万计, 并且不同来源矿物油的组成差异较大。因此, 目前测定食品中矿物油的检测器均采用氢火焰离子化检测器(FID), 原因是其对所有碳氢组分的响应信号几乎完全相同。FID与GC的优异分离功能结合, 可以将矿物油按照沸点分离。通常, 矿物油的GC谱图呈类似“驼峰”的无法分离(UCM)的鼓包峰, 其上方的尖峰是食用油脂中天然烷烃和烯烃, 定量计算时需要扣除, 即矿物油的含量通过计算UCM鼓包峰的面积得到。

然而, FID对鼓包峰的灵敏度有限, 需要通过加大进样量以提高灵敏度, 一般进入FID的矿物油质量需达到50~100 ng才能满足分析要求<sup>[7]</sup>。此外, FID是通用检测器, 需要事先通过样品前处理净化。食用油脂中矿物油分析干扰物主要是三类, 即甘油三酯、天然烷烃和烯烃, 其中甘油三酯限制了矿物油的分析灵敏度, 烷烃和烯烃分别干扰MOSH和MOAH的测定<sup>[7]</sup>。

去除甘油三酯有两种方法, 即皂化法和硅胶吸附法<sup>[2]</sup>, 由于硅胶的吸附能力有限, 本标准采用皂化法。去除天然烷烃用高温活化的碱性氧化铝, 其对长链正构烷烃的吸附能力要强于支链烷烃, 可用于MOSH的净化; 烯烃干扰物的去除方法用环氧化反应, 即将烯烃氧化为极性高于MOAH的环氧烯烃, 通过硅胶吸附, 达到净化MOAH的目的<sup>[1]</sup>。

随着分析技术的发展, HPLC-GC联用仪器成为分析矿物油的理想仪器, 其HPLC的硅胶柱用于吸附残留的甘油三酯和环氧烯烃等极性物质, 同时分离MOSH和MOAH(图1)。不过, 囿于HPLC-GC接口技术, 目前硅胶柱的规格被限定为250 mm×2.1 mm (*i.d.*), 其最多能够保留20 mg油脂。因此, 为了降低定

量限，必须增加去除油脂的步骤，以达到富集矿物油，降低定量限的目的。因此，本标准采用皂化法分解甘油三酯，然后通过正己烷萃取不发生皂化反应的矿物油。

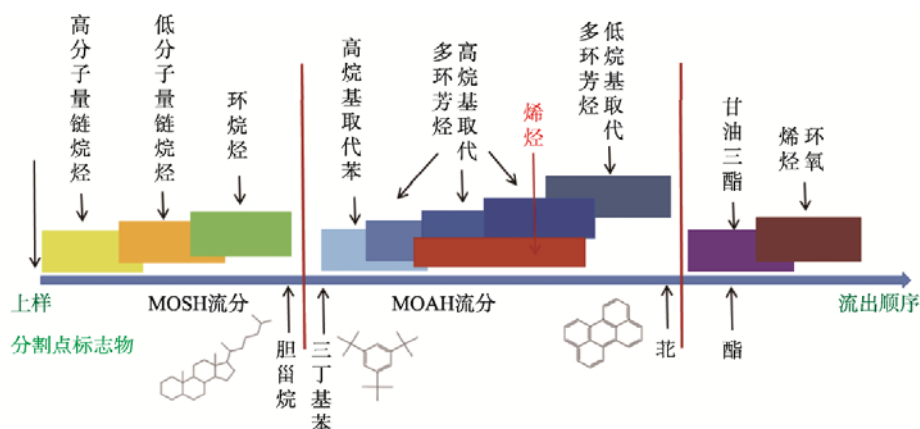


图 1 液相色谱硅胶柱的分离示意图

接口技术是 HPLC-GC 的关键。HPLC 分离的 MOSH 和 MOAH(均为 450  $\mu\text{L}$ )，依次通过阀切换进入 GC。通常，GC 配备两个相同通道，每个通道均包括 Y 型件 (Y-piece)、预柱 (Precolumn)、溶剂排空阀 (SVE)、GC 分析柱和 FID (图 2)。MOSH 和 MOAH 分别被导入各自的通道，同时进行 GC 分离与 FID 测定<sup>[14]</sup>。

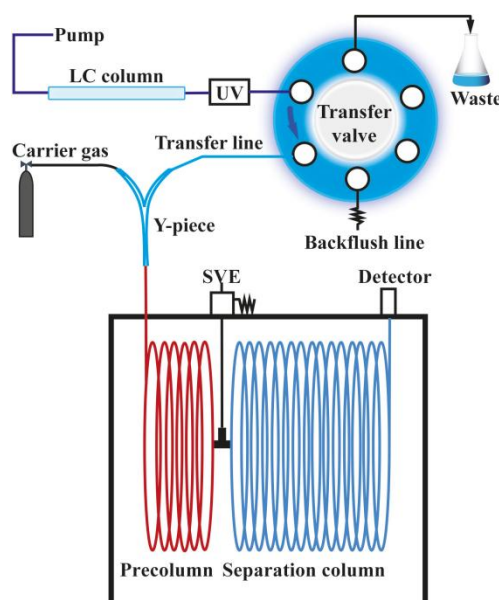


图 2 HPLC-GC 联用技术的接口 (Y 接口、预柱、溶剂排空阀) 示意图

为了监测矿物油的净化和分离，通常以 5 $\alpha$ -胆甾烷 (Cho) 标记 MOSH 馏分的末端、1,3,5-三叔丁基苯 (TBB) 和萘 (Per, 又称二萘嵌苯) 分别标记 MOAH 馏分前端和末端。此外，正十一烷 ( $n\text{-C}_{11}$ ) 和戊基苯 (5B) 分别考察 MOSH 和

---

MOAH 馏分是否存在挥发损失。MOSH 的定量内标通常采用环己基环己烷(Cycy), MOAH 的定量内标为 TBB。因此,矿物油的标准溶液由 9 个化合物组成,即  $n$ -C<sub>11</sub>、正十三烷 ( $n$ -C<sub>13</sub>, 用于监测定量内标 Cycy)、Cycy、Cho、5B、TBB、1-甲基萘(1-MN)、2-甲基萘(2-MN)、Per, 简称 MOSH/MOAH 混合标准溶液。

### 3.2 实验步骤

#### 3.2.1 样品制备

按照 GB/T 5524 对动植物油样品进行扦样、分样。按照 GB/T 15687 对动植物油试样进行制备。

称取 2 g (精确至 1 mg) 油脂试样至玻璃离心管中(固体脂肪应事先于 50℃ 熔化并均质), 加入 10  $\mu$ L 的 MOSH/MOAH 混合标准工作溶液 I (9 种化合物的浓度为 150~600 mg/L)。

#### 3.2.2 皂化反应与液-液萃取

皂化反应是通过强碱(如氢氧化钾)将食用油脂的主要成分——甘油三酯分解为甘三醇和羧酸盐, 这两类物质可溶于强极性溶剂, 如乙醇和水; 而矿物油是溶于弱极性溶剂(如正己烷)的非皂化物。因此, 通过对皂化产物进行液-液萃取, 可以将矿物油与甘油三酯分离, 从而达到富集矿物油, 降低定量限的目的。

通常, 皂化反应需要考虑底物(甘油三酯)与氢氧化钾碱液的浓度、溶剂体系、反应温度和时间等条件。由于矿物油的碳数范围(C<sub>10</sub>~C<sub>50</sub>)较宽, 为了避免低沸点目标物的损失, 一般要求皂化反应条件以温度不超过 60 °C、时间不超过 30 min 为宜<sup>[15]</sup>。因此, 本标准只需要考察此皂化条件下的样品量、碱液浓度与反应体系的溶剂组成这几个条件。

样品的取样量与分析灵敏度直接相关。根据 2019 年欧洲联合研究中心(JRC)的指导意见, 油脂食品中矿物油的分析方法定量限不得高于 2 mg/kg<sup>[2]</sup>, 再结合经验要求进入 FID 的矿物油质量需达到 50~100 ng<sup>[12]</sup>, 确定油脂的取样量为 1~2 g。

取样量确定之后, 就要考虑碱液的浓度。理论上, 皂化反应中甘油三酯与碱液的摩尔浓度比应为 1:3。不过, 一般为了使反应充分, 碱液通常是过量的。本标准中皂化反应的碱液添加量通过实验得出, 即通过观察皂化液是否存在油脂层, 或者考察蒸干的皂化萃取液中是否有油脂残留, 从而确定皂化是否完全。实验结果表明, 当反应体系中氢氧化钾溶液的浓度达到 2.5~4 mol/L 时, 油脂皂化完全。

此外, 由于水-油两相分离明显, 为了让油脂与碱液充分接触, 本标准采用水

和乙醇混合溶剂配制的氢氧化钾溶液进行皂化反应。具体操作是：称取 16.8 g 氢氧化钾，用 30 mL 去离子水溶解，待冷却至室温后，转移至 100 mL 容量瓶，用乙醇定容至刻度。对于 2 g 油脂，当碱液添加量 15 mL，油脂皂化完全。

皂化反应后，皂化液中矿物油（非皂化物）的提取根据相似相溶原理。矿物油为弱极性混合物，溶于弱极性的正己烷。然而，乙醇与正己烷互溶，想要分离正己烷与乙醇，则必须添加足够量的水才能将乙醇从正己烷中萃取出来。通常，当溶液中水的体积超过乙醇时，乙醇与水互溶形成下层，正己烷为上层<sup>[15]</sup>。Barp 等研究表明，水的添加量会影响矿物油尤其是 MOAH 的回收率<sup>[16]</sup>。实验表明：皂化液（其中水的体积为 4.5 mL，乙醇为 10.5 mL）中水的添加量为 10 mL，然而分别以 15 mL 和 10 mL 正己烷提取 2 次，能够充分提取皂化液中的矿物油（表 1）。

表 1 皂化反应条件与液-液萃取条件的优化

碱液体积 (mL) <sup>a</sup>	水添加量 (mL)	正己烷添加量 (mL) <sup>b</sup>	定量内标回收率 (%)		含量 (mg/kg)	
			Cycy	TBB	MOSH	MOAH
15	5	10+10	73	71	6.53	1.68
15	10	15+10	98	100	9.77	2.39
15	20	20+10	97	100	9.71	2.37

注：<sup>a</sup> 氢氧化钾溶液中水：乙醇=3:7，因此，15 mL 碱液中水和乙醇的体积分别为 4.5 mL 和 10.5 mL；

<sup>b</sup> 分 2 次添加正己烷以便充分萃取皂化液中的矿物油。

由于矿物油的沸程范围涵盖 C<sub>10</sub>~C<sub>50</sub>，为了避免浓缩过程产生挥发损失，建议采用旋转蒸发仪在不高于 40 °C 的条件下减压浓缩（≥260 mbar）至约 2~3 mL。以备后续净化。

综上，油脂的皂化反应以及皂化液的萃取方法如下：称取 2.0 g(精确至 1 mg) 油脂试样至玻璃离心管中（固体脂肪应事先于 50°C 熔化并均质），加入 10 μL 的 MOSH/MOAH 混合标准溶液 I（浓度为 150~600 mg/L），然后加入 15 mL 氢氧化钾溶液，在 60 °C 下皂化反应 30 min（震荡），直至溶液澄清；冷却至室温，向皂化液中加入 15 mL 正己烷，充分振摇 5 min；再加入 10 mL 去离子水，振摇、离心，取出上清液；随后再向残留的皂化液中加入 10 mL 正己烷，重复提取 1 次，合并上清液，在不高于 40 °C 的条件下减压浓缩（≥260 mbar）至约 2~3 mL。

### 3.2.3 净化

由于不同种类动植物油脂中天然烷烃与烯烃的含量不同，需要根据油脂类型采取相应的净化步骤。通常，几乎所有的动植物油脂均含有干扰 MOAH 的烯烃，



如角鲨烯、甾烯和胡萝卜素及其异构体等，需要通过环氧化反应去除。然而，并非所有油脂中的天然烷烃均会干扰MOSH的积分，需要根据具体情况选择。

### (1) 环氧化反应

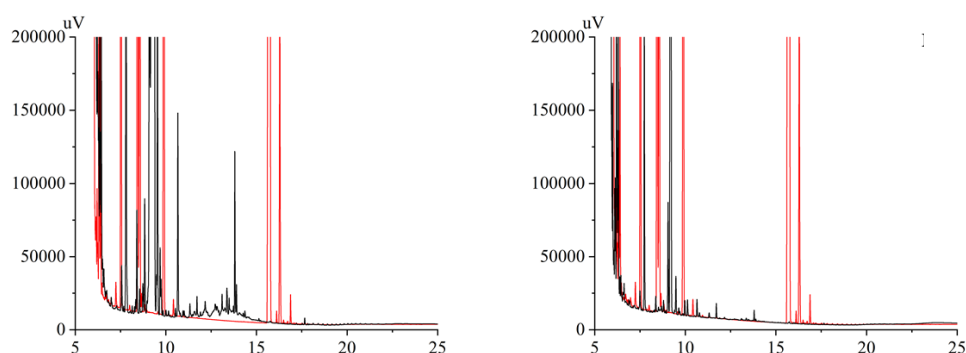
目前，最可行方法的去除油脂中烯烃的方法是环氧化反应，其原理是采用间氯过氧化苯甲酸 (*m*-CPBA) 将烯烃环氧化，生成极性高于 MOAH 的环氧烯烃，从而被硅胶吸附，达到净化 MOAH 的目的。

#### ① 样品试液净化

油脂样品经过皂化反应、正己烷提取、减压浓缩之后，样品试液中残留的碱液会影响到 *m*-CPBA 的反应效果，因此，注意环氧化反应前要对 3.2.2 制备的样品试液进行净化，以便去除影响反应的杂质。方法如下：将 3.2.2 制备的试液全部转移到 3 g 硅胶净化柱，然后用 15 mL 二氯甲烷-正己烷混合溶剂洗脱，收集流出液，加入 2 滴马来酸双(2-乙基己基)酯，在不高于 40 °C 的条件下减压浓缩 ( $\geq 260$  mbar) 至约 1 mL。

#### ② 环氧化试剂净化

不同厂家的 *m*-CPBA 试剂的质量参差不齐，实验前要先进行空白试验，考察杂质干扰情况，如果干扰严重，需要先对试剂进行净化（图 3）。建议净化方法：称取 *m*-CPBA（约 5 g）置于烧杯中，加入 200 mL 正己烷，超声震荡 30 min，过滤，弃去正己烷，将 *m*-CPBA 置于通风橱内挥去残余溶剂；也可采用 20 mL 二氯甲烷与 200 mL 正己烷混合溶剂进行净化，只是 *m*-CPBA 的损失较大。注意：*m*-CPBA 的纯品容易爆炸，一定要小心操作！



红线：添加了 MOSH/MOAH 混合标准品的正己烷；黑线：*m*-CPBA 试剂空白

图 3 市售 *m*-CPBA 试剂及其净化效果的 HPLC-GC 谱图（左图：净化前；右图：净化后）

#### ③ 环氧化步骤

本标准参考了 Biedermann<sup>[17]</sup>和 Nestola 等<sup>[18]</sup>的研究，确定了环氧化净化步骤如下：将上述浓缩液转移至玻璃离心管中，准确加入 0.5 mL 的 200 g/L 的 *m*-CPBA 溶液、混匀，在 40 °C 下震荡（500 r/min）反应 20 min，立即加入 0.5 mL 乙醇和 2 mL 的 100 g/L 硫代硫酸钠溶液终止反应，以 750 r/min 震荡 1 min，静置（必要时离心），吸取上层溶液转移至进样瓶（必要时，事先在样品瓶中加入无水硫酸钠以除去多余水分），注入 HPLC-GC 测定。通常，经过环氧化净化的 MOAH 谱图，鼓包峰清晰呈现（图 4）。

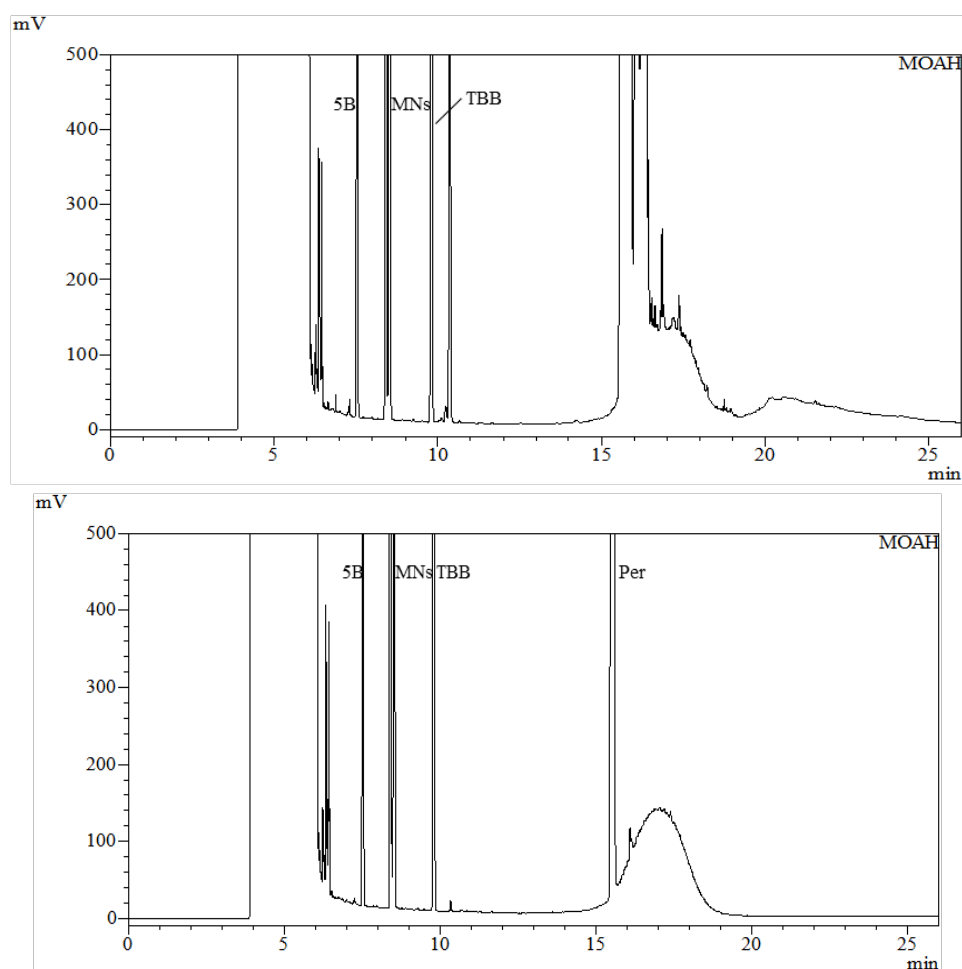


图 4 橄榄油中 MOAH 的 HPLC-GC 谱图（上图：环氧化反应前；下图：反应后）

## （2）氧化铝净化（依据样品的具体干扰情况选择）

一些植物油脂，如葵花籽油、油茶籽油中含有大量天然的长链奇数碳正构烷烃，会影响 MOSH 的测定，需要净化除去。氧化铝经过活化，具有吸附长链正构烷烃的作用<sup>[19]</sup>，因而可以用于 MOSH 的净化。然而，氧化铝对 MOAH 有吸附作用，净化后的试液不能用于 MOAH 测定。因此，对于含过量烷烃的油脂，需要分别测定 MOSH 和 MOAH。实际操作如下：分别称取两份样品，一份采用 3.2.2

操作之后进行 3.2.3 (1) 环氧化反应, 用于测定样品中的 MOAH; 另一份按照 3.2.2 操作后实施 3.2.3 (2) 氧化铝净化步骤, 用于测定样品中的 MOSH。而对于烷烃含量较低的油脂, 则可以通过 3.2.2 和 3.2.3 (1) 操作, 同时测定样品中的 MOSH 和 MOAH。

按照 Fiselier 等的研究结论<sup>[20, 21]</sup>、国际标准和应用实例<sup>[22]</sup>, 本标准确定氧化铝的净化步骤如下: 活化氧化铝、自制净化柱、样品试液净化与流出液浓缩几步。

首先, 将碱性氧化铝置于马弗炉, 以  $(500 \pm 25)^\circ\text{C}$  灼烧 16 h, 冷却后取出。注意, 活化后的氧化铝需要在 1 周内使用。因此, 氧化铝柱填料最好由实验室自制, 以保证其吸附活性。

由于氧化铝容易受极性物质影响而产生不可逆的坍塌, 因此自制净化柱时, 要在氧化铝的上面, 填装无水硫酸钠和硅胶, 用于吸附样品试液中水和极性物质。具体方法是: 取底部有烧结筛板或垫有圆形滤纸或玻璃棉 (滤纸或玻璃棉需事先以正己烷清洗至无矿物油残留) 的玻璃层析柱, 依次装入 10 g 氧化铝、3 g 硅胶和 1 g 无水硫酸钠, 敲击压实。

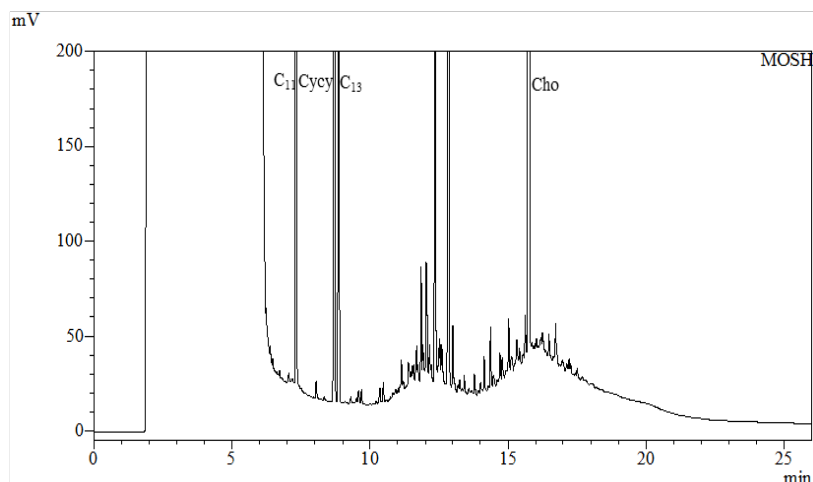
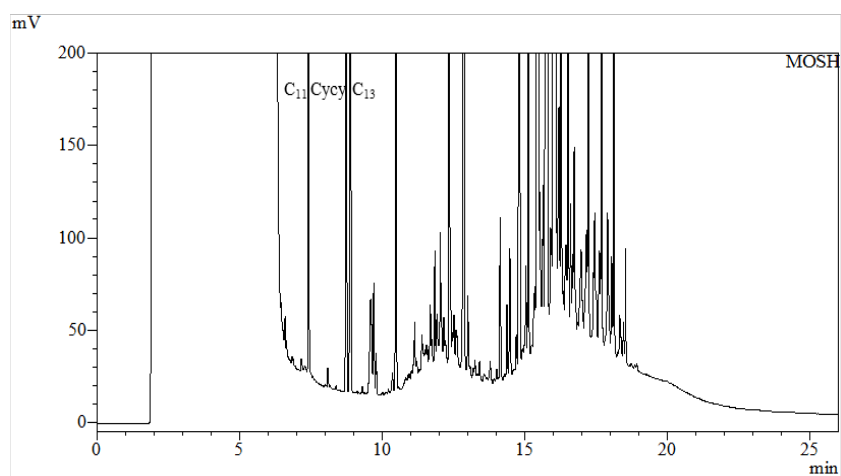


图 5 葵花籽油中 MOSH 的 HPLC-GC 谱图（上图：氧化铝净化前；下图：净化后）

样品试液净化时，将 3.2.2 制备的试液全部转移至氧化铝净化柱（事先用 20 mL 正己烷平衡），用 25 mL 正己烷淋洗，收集流出液并加入 2 滴马来酸双（2-乙基己基）酯，减压浓缩至约 1 mL，用于测定样品中的 MOSH。

由于氧化铝不仅可以吸附食用油脂中的天然烷烃，也会吸附少量异构烷烃，而 MOSH 中含有异构烷烃，因此，是否需要进行氧化铝净化或是否达到净化效果，要通过观察谱图进行判断，即判断 MOSH 鼓包峰的上沿的轮廓清晰与否，如果鼓包峰的轮廓清晰，不影响其面积的积分计算，则可以不实施氧化铝净化步骤或净化效果已满足定量积分需求（图 5）。

### 3.3 测定

动植物油脂经过 3.2 的前处理步骤后，即可注入 HPLC-GC 进行 MOSH 和 MOAH 的测定。

#### 3.3.1 液相色谱条件（参考）

液相色谱柱：250 mm×2.1 mm (i.d.)，粒径 5 μm 的硅胶柱或性能相当者；

进样量：50~100 μL；

流动相：正己烷、二氯甲烷；

液相色谱流动相的工作条件见表 2。

表 2 液相色谱流动相的工作条件

时间 (min)	正己烷 (%)	二氯甲烷 (%)	流速 (μL/min)
初始	100	0	300
0.02	100	0	300
1.50	70	30	300
6.20	70	30	300
6.30	0	100	500
15.20	0	100	500
15.30	100	0	500
25.00	100	0	500
25.10	100	0	300
30.00	100	0	300

通常，HPLC 部分配备紫外检测器以监视流动相的工作情况（图 6），当 Per 的保留时间漂移至 MOAH 切割时间窗口（4.4~5.9 min）之外时，表明 HPLC 分离异常，需要及时调整。

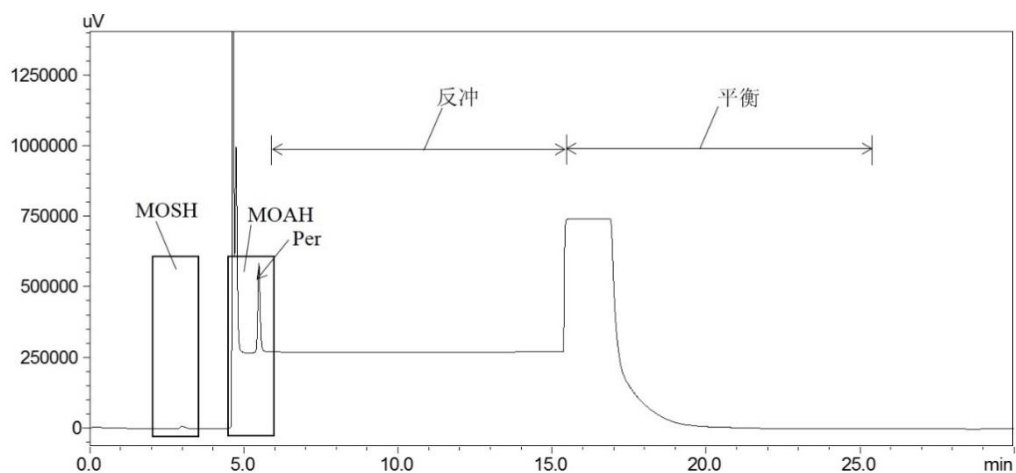


图 6 矿物油分析的液相色谱图

### 3.3.2 馏分切换（参考）

液相色谱分离的 MOSH 和 MOAH 馏分，经过阀切换至 GC，其中 HPLC 的保留时间为 2.0~3.5 min 为 MOSH 部分，4.4~5.9 min 为 MOAH 部分，即 MOSH 和 MOAH 部分均为 450  $\mu\text{L}$ 。MOSH 和 MOAH 分别通过阀切换进入 GC 的预柱，通过控制载气的流速、压力，将大部分溶剂从预柱和分析柱之间的溶剂放空阀挥发除去。

### 3.3.3 气相色谱分析条件（参考）

色谱柱：100% 聚二甲基硅氧烷，15 m $\times$ 0.25 mm (*i.d.*)  $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$

升温程序：起始柱温 60  $^{\circ}\text{C}$ ，保持 6 min，然后以 15  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  的速率升至 120  $^{\circ}\text{C}$ ，随后以 25  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  的速率升至 370  $^{\circ}\text{C}$ ，保持 6 min；

FID 温度：380  $^{\circ}\text{C}$ ；

载气：氢气（纯度 $\geq$ 99.999%）初始压力 80 kPa，关闭溶剂放空阀后压力升至 150 kPa；

燃烧气：氢气（纯度 $\geq$ 99.99%），流速 40 mL/min；助燃气为空气（须去除水分和有机物），流速 400 mL/min。

### 3.3.4 测定

#### （1）峰面积积分

矿物油的鼓包峰面积可以采用手动积分计算，也可采用仪器自带的积分计算软件。具体方法是：首先对矿物油 UCM 鼓包峰及其上的尖峰总面积进行积分，得到  $A_1$ ；然后，对 UCM 鼓包峰上面的尖峰总面积积分，得到  $A_2$ （图 7）。二者面积相减（ $A_1 - A_2$ ）即可得到矿物油的峰面积  $A_i$ 。

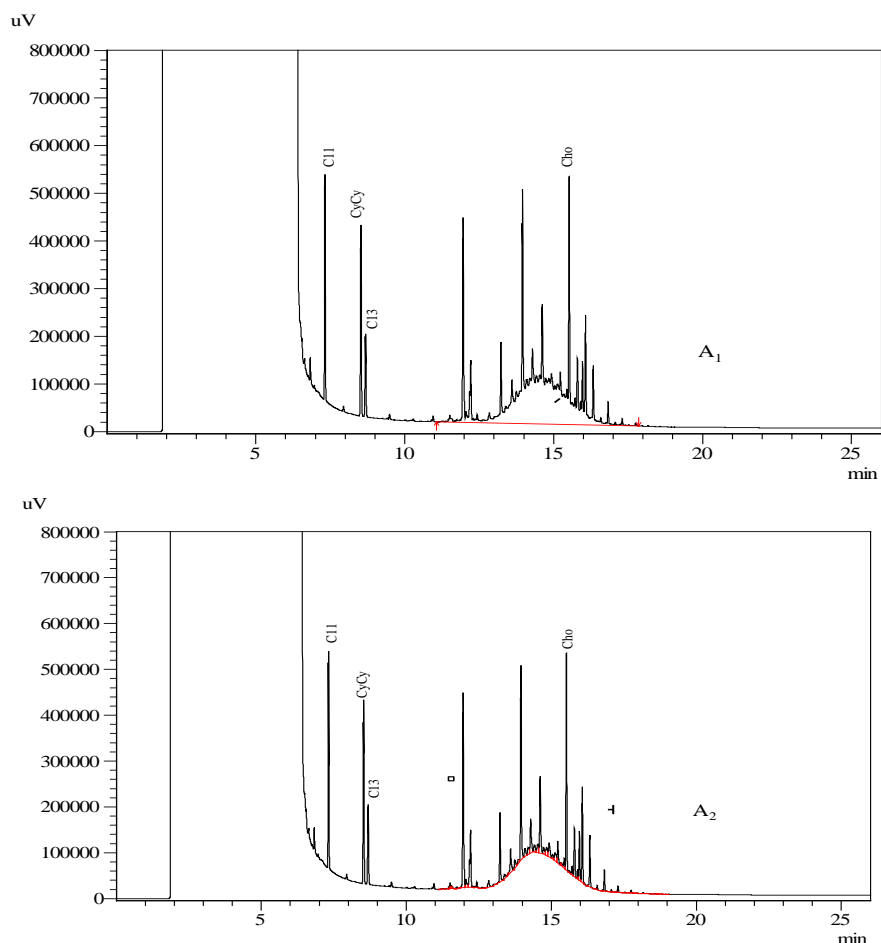


图7 矿物油 UCM 鼓包峰（上）及其上端尖峰（下）总面积的积分示意图

如果需要计算  $C_{10}\sim C_{16}$ 、 $C_{16}\sim C_{20}$ 、 $C_{20}\sim C_{25}$ 、 $C_{25}\sim C_{35}$ 、 $C_{35}\sim C_{40}$ 、 $C_{35}\sim C_{50}$  范围（或自定义碳数范围）的矿物油含量，需要在同样测试条件下分析  $n-C_{10}\sim n-C_{50}$  标准物质并记录其色谱图，根据对应碳数保留时间划定范围。然后按照上述计算方法计算该范围矿物油的积分面积。

BB 内标物对 MOSH 和 MOAH 的 UCM 鼓包峰进行定量计  
MOAH 的含量以  $X_i$  计，单位以毫克每千克 (mg/kg) 表示，  
章：

$$X_i = \frac{A_i \times m_{IS} \times 1000}{A_{IS} \times m_i}$$

式中：

$X_i$ ——试样中 MOSH 或 MOAH 的含量，单位为毫克每千克 (mg/kg)；

$A_i$ ——对应试样中 MOSH 或 MOAH 的峰面积；

$A_{IS}$ ——内标物的峰面积;

$m_{IS}$ ——内标物的质量, 单位为毫克 (mg);

$m_i$ ——样品的质量, 单位为克 (g);

计算结果以重复性条件下获得两次独立测定结果的算术平均值表示, 保留小数点后两位。

### (3) 实例

以橄榄油为例, 准确称取 2.0 g (精确至 1 mg) 的橄榄油, 按照 3.2~3.3 进行样品前处理和仪器分析, 得到橄榄油的 MOSH 和 MOAH 谱图。首先分别对 MOSH 和 MOAH 的 UCM 鼓包峰及其上的尖峰进行积分, 得到 MOSH 和 MOAH 的 UCM 鼓包峰及其上端尖峰的总峰面积  $A_1$  (图 8); 然后分别对 UCM 鼓包峰上端尖峰进行峰谷-峰谷的积分, 得到 MOSH 和 MOAH 尖峰的总面积  $A_2$  (图 9)。以公式计算, 橄榄油中 MOSH 含量为 30.55 mg/kg, MOAH 含量为 5.99 mg/kg (表 3)。

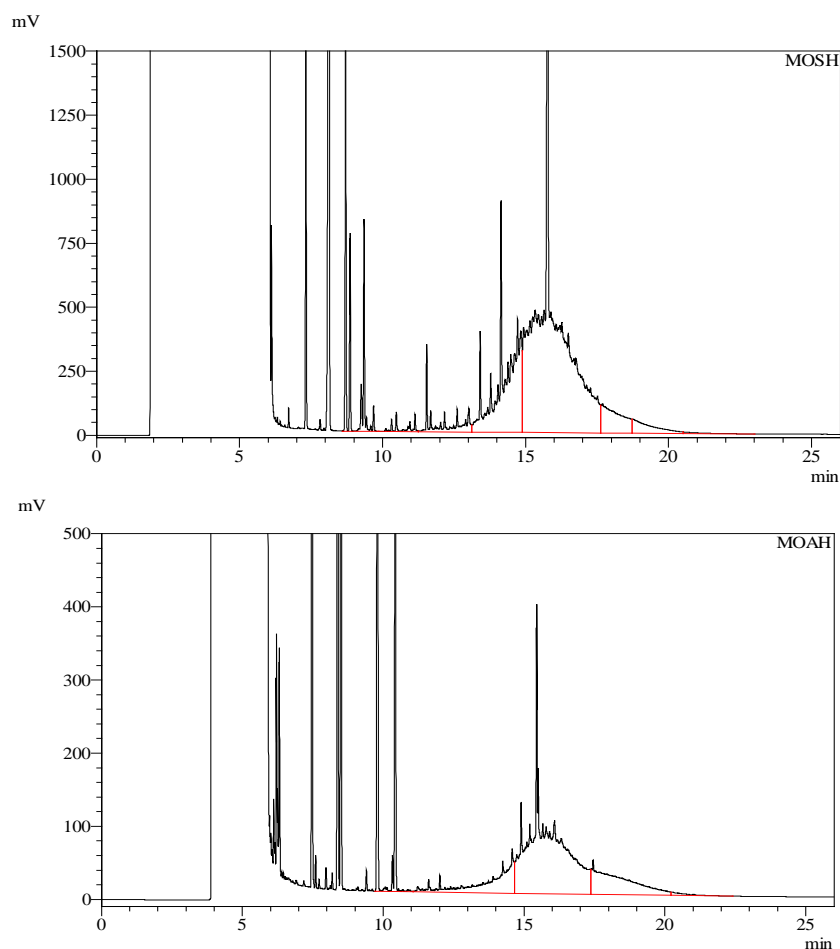


图 8 橄榄油中 MOSH (上) 和 MOAH (下) 鼓包峰及其上端尖峰的 HPLC-GC 谱图

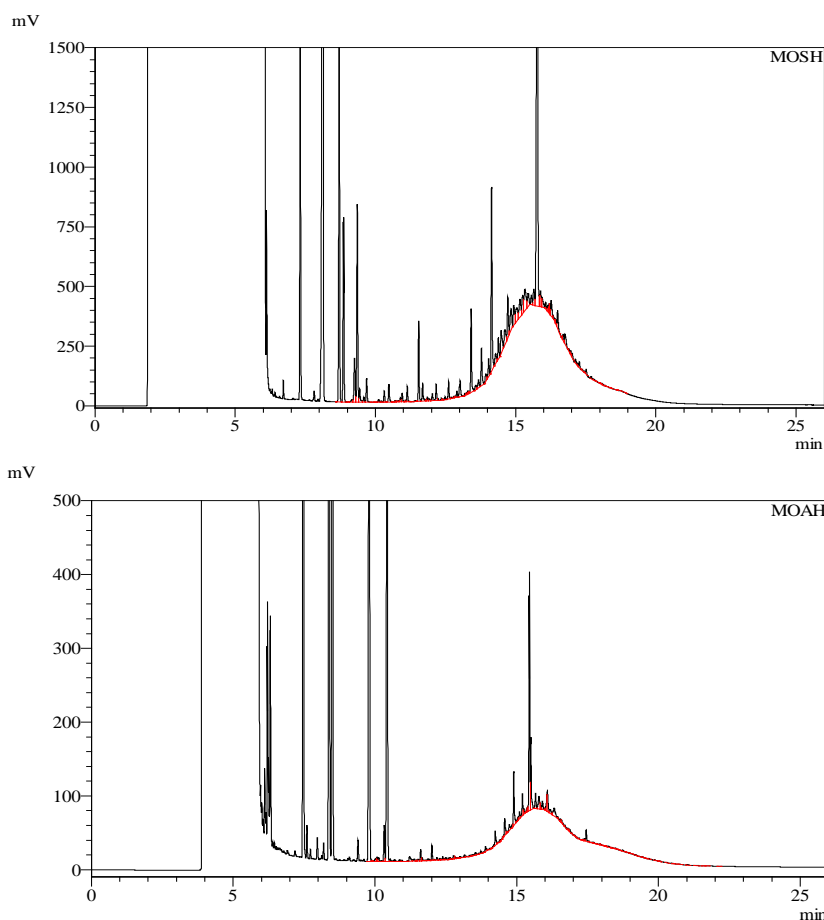


图9 橄榄油中 MOSH (上) 和 MOAH (下) 上端尖峰的 HPLC-GC 谱图

表3 橄榄油中 MOSH 和 MOAH 的含量计算

组分名称	取样量 (g)	定量内标	内标质量 (mg)	内标峰面积 ( $\mu\text{V}\cdot\text{s}$ )	UCM 鼓包峰及尖峰总峰面积 ( $\mu\text{V}\cdot\text{s}$ )	尖峰峰面积 ( $\mu\text{V}\cdot\text{s}$ )	含量 (mg/kg)
MOSH $\text{C}_{10}\sim\text{C}_{50}$	2.005	Cycy	0.003	3562049	101467105	28741087	30.55
MOAH $\text{C}_{10}\sim\text{C}_{50}$	2.005	TBB	0.003	2830842	17569483	6217767	5.99

### 3.4 仪器性能与方法学考察

#### 3.4.1 HPLC-GC 仪器性能考察

##### (1) 分离与分析性能考察

以3.3的HPLC-GC条件分析MOSH/MOAH混合标准溶液(图10)。要求 $n\text{-C}_{11}$ 、 $n\text{-C}_{13}$ 、Cycy、Cho必须出现在MOSH谱图中；5B、1-MN、2-MN、TBB和Per必须出现在MOAH谱图中。并且 $n\text{-C}_{11}$ 、5B没有损失(回收率不能低于90%)；Cycy和 $n\text{-C}_{13}$ 的峰面积比例为2:1；1-MN和2-MN的峰面积比例为1:1。



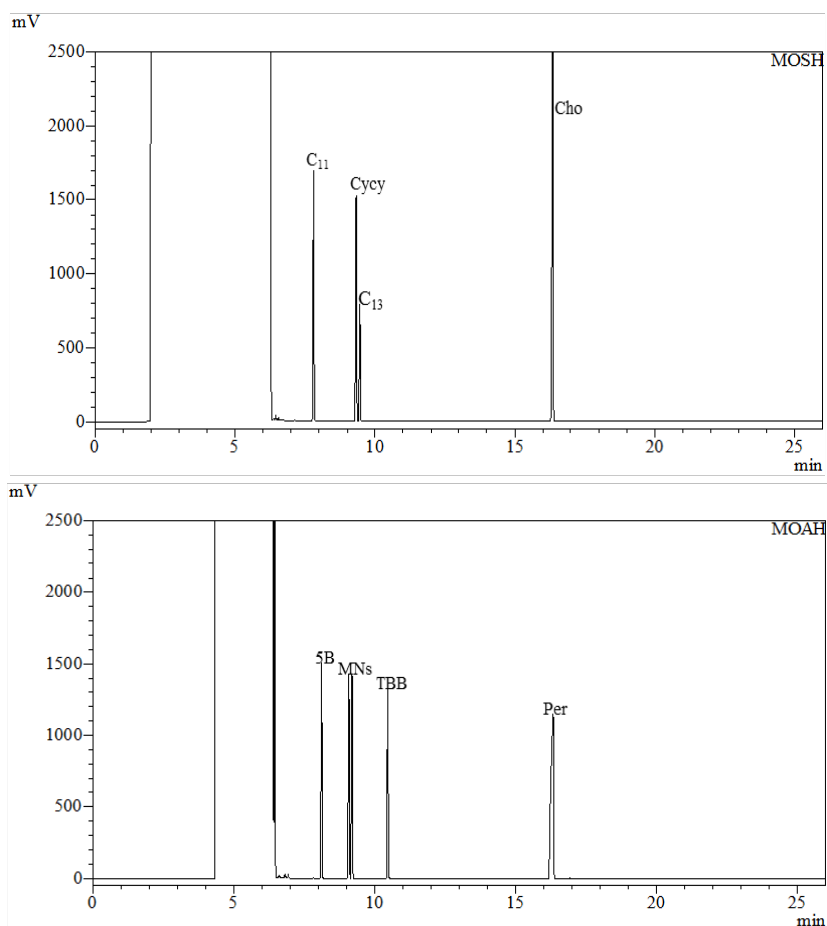


图 10 MOSH/MOAH 混合标准溶液的 HPLC-GC 图（上：MOSH 通道；下：MOAH 通道）

## (2) 分析性能考察

以 3.3 的 HPLC-GC 条件分析  $n\text{-C}_{10}\sim n\text{-C}_{50}$  正构烷烃混合溶液（图 11）， $n\text{-C}_{10}$ 、 $n\text{-C}_{50}$  相对于  $n\text{-C}_{20}$  的响应因子在 0.92~1.05 之间，满足响应因子在 0.80~1.20 的要求。说明仪器对低沸点目标物没有挥发损失，对高沸点目标物没有歧视，满足分析要求。

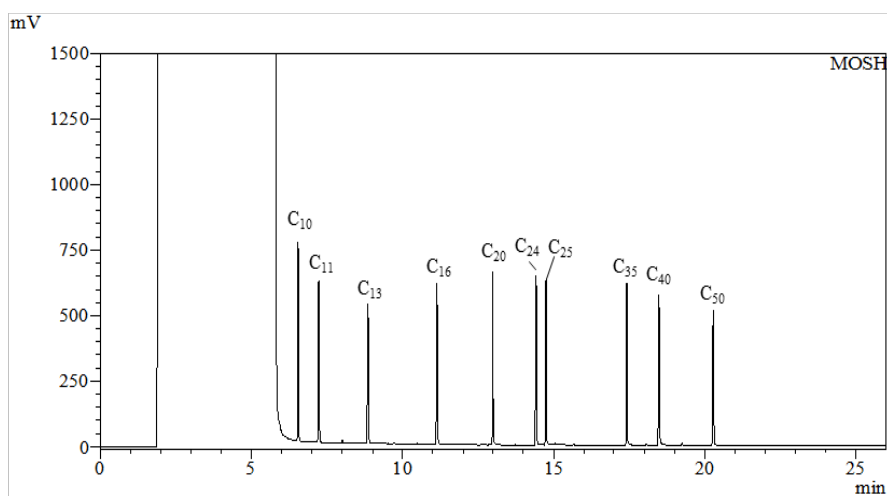


图 11  $n\text{-C}_{10}\sim n\text{-C}_{50}$  正构烷烃混合溶液的 GC 图

### (3) 稳定性考察

以 3.3 的 HPLC-GC 条件分析 MOSH/MOAH 混合标准溶液的稀释液和 1 mg/L 的  $n\text{-C}_{10}\sim n\text{-C}_{50}$  正构烷烃混合溶液 ( $n=6$ ), 用于考察仪器的稳定性。结果表明 (表 4): MOSH/MOAH 混合标准溶液的  $n\text{-C}_{11}$  回收率 $\geq 92.4\%$ , 5B 的回收率 $\geq 96.9\%$ , 均满足回收率 $\geq 90\%$ ; Cicy 和  $n\text{-C}_{13}$  峰面积之比为 1.94~2.03, 1-MN 和 2-MN 峰面积之比为 1.02~1.04;  $n\text{-C}_{10}\sim n\text{-C}_{50}/n\text{-C}_{20}$  的比值均在 0.82~1.05 之间范围, 表明 HPLC-GC 仪器稳定性良好, 能够满足分析需求。

表 4 液相色谱-气相色谱联用仪器的稳定性考察结果

考察频次	1	2	3	4	5	6
$n\text{-C}_{11}$ 回收率 (%)	96.6	95.6	95.7	95.7	92.4	97.7
5B 回收率 (%)	96.9	97.7	99.1	98.8	100.6	99.8
Cicy/ $n\text{-C}_{13}$ 峰面积之比	1.94	2.03	2.03	2.03	1.96	2.01
1-MN/2-MN 峰面积之比	1.04	1.04	1.02	1.04	1.03	1.03
$n\text{-C}_{10}\sim n\text{-C}_{50}$ 正构烷烃峰面积与 $n\text{-C}_{20}$ 峰面积之比	0.84~1.05	0.82~1.04	0.90~1.05	0.85~1.03	0.85~1.02	0.92~1.04

### 3.4.2 方法学考察

#### (1) 线性范围

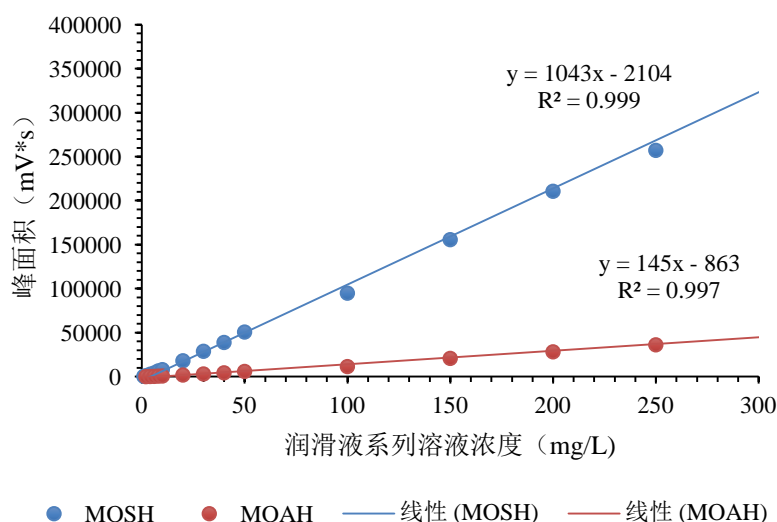


图 12 不同浓度的 (润滑油) MOSH 和 MOAH 的线性曲线

以正己烷为溶剂, 分别配制 2、4、6、8、10、20、30、40、50、100、150、200、250 mg/L 的润滑油 (MOSH:MOAH=87:13,  $m/m$ ) 系列浓度溶液。取 50  $\mu\text{L}$  注入 HPLC-GC 测定, 得到 MOSH 和 MOAH 鼓包峰。以润滑油溶液的浓度为横坐标, MOSH 和 MOAH 鼓包峰的峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线 (图 12)。结果表明: 方法在 2~250 mg/L 浓度范围内线性良好。由于 MOSH 和 MOAH 在 GC-FID

的响应情况几乎完全相同。因此，本方法在 2~250 mg/L 供试液范围内具有良好线性，对应地，应用该方法测定动植物油脂中 1.0~125 mg/kg 浓度的矿物油，线性良好。

## (2) 定量限

通常，矿物油的 UCM 鼓包峰的灵敏度仅为尖峰的百分之一<sup>[12]</sup>，因而采用仪器噪音计算检出限的方法 GB 5009.1-2003 不适用于本方法。本方法定量限采用国际通行方法计算，即进入 FID 的矿物油总量至少达到 100 ng 才能被准确测定<sup>[1, 2, 12]</sup>。本标准方法中，动植物油脂样品的称样量为 2 g，经皂化反应、液-液萃取，氧化铝或环氧化净化，最终的供试液体积为 1 mL，取其中 50~100  $\mu$ L 注入 HPLC-GC 测定，相当于有 100~200 mg 样品进入 FID 检测，因此，进入 FID 的 100 ng 矿物油对应的 LOQ 值为 1.0 mg/kg。即只有动植物油脂中矿物油的含量高于 1.0 mg/kg，才能准确定量。

然而，实验室间的验证数据表明：当油脂中 MOSH < 3.00 mg/kg、MOAH < 2.00 mg/kg 时，实验室间数据的再现性变异系数高达 25% 以上，已超过 EN 16995:2017 的再现性变异系数的上限。因此，根据实验室间验证结果 (3.6)，方法定量限分别定为 MOSH (C<sub>10</sub>~C<sub>50</sub>) 是 3.0 mg/kg、MOAH (C<sub>10</sub>~C<sub>50</sub>) 是 2.0 mg/kg。

## (3) 回收率和精密度考察

针对市售 2 种动植物油脂样品添加了 3 个水平以考察方法的回收率。由于缺乏矿物油标准品，本方法采用 MOSH: MOAH=74:11 (*m/m*) 的矿物油工业产品作为添加物，其添加量分别为 1.50 mg/kg、10.00 mg/kg 和 18.00 mg/kg，对应的 MOSH 的添加量为 1.11 mg/kg、7.40 mg/kg、13.32 mg/kg，MOAH 为 1.10 mg/kg 和 1.98 mg/kg。实验得到的回收率和精密度结果见表 5 和 6。

表 5 中植物油的 MOSH 添加水平分别为 1.11 mg/kg、7.40 mg/kg 和 13.32 mg/kg 时，结果的相对标准偏差 (RSD)  $\leq$  2.5%，回收率为 82.0%~113.5%；MOAH 的添加水平分别为 1.10 和 1.98 mg/kg，结果的 RSD  $\leq$  5.9%，回收率为 91.7%~108.6%。

表 6 中动物脂肪的 MOSH 添加水平分别为 1.11 mg/kg、7.40 mg/kg 和 13.32 mg/kg 时，结果的相对标准偏差 (RSD)  $\leq$  2.9%，回收率为 74.8%~107.2%；MOAH 的添加水平分别为 1.10 和 1.98 mg/kg，结果的 RSD  $\leq$  4.3%，回收率为 105.5%~117.3%。

表 5 液相色谱-气相色谱联用法测定植物油中矿物油的回收率实验结果 ( $n=6$ )

样品	分析目标物	本底值 (mg/kg)	添加水平 1		添加水平 2		添加水平 3	
			测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)
植物油	MOSH	4.33	5.29	86.5	11.70	99.6	16.68	92.7
			5.44	100.0	11.63	98.6	16.43	90.8
			5.24	82.0	11.56	97.7	16.32	90.0
			5.42	98.2	11.21	93.0	16.58	92.0
			5.54	109.0	11.48	96.6	16.23	89.3
			5.59	113.5	11.53	90.5	16.78	93.5
	平均值		5.42	98.2	11.52	96.0	16.50	91.4
	相对标准偏差 RSD (%)		2.5	—	1.5	—	1.3	—
	MOAH	—	—	—	1.05	94.6	2.04	103.0
			—	—	1.18	106.3	2.01	101.5
			—	—	1.16	104.5	2.05	103.5
			—	—	1.04	93.7	2.15	108.6
			—	—	1.17	105.4	1.87	94.4
—			—	1.18	106.3	1.85	93.4	
平均值		—	—	1.13	91.7	2.00	100.8	
相对标准偏差 RSD (%)		—	—	5.9	—	5.8	—	

表 6 液相色谱-气相色谱联用法测定动物脂肪中矿物油的回收率实验结果 (n=6)

样品	分析目标物	本底值 (mg/kg)	添加水平 1		添加水平 2		添加水平 3	
			测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)
动物脂肪	MOSH	3.14	4.12	88.3	10.26	96.2	16.48	100.2
			4.23	98.2	10.32	97.0	16.27	98.6
			3.97	74.8	10.43	98.5	16.23	98.3
			4.33	107.2	10.28	96.5	16.13	97.5
			4.19	94.6	10.68	101.9	15.95	96.2
			4.20	95.5	10.58	100.5	15.98	96.4
	平均值		4.17	88.7	10.42	98.4	16.17	97.8
	相对标准偏差 RSD (%)		2.9	—	1.7	—	1.2	—
	MOAH	—	—	—	1.29	117.3	2.21	111.6
			—	—	1.26	114.5	2.16	109.1
			—	—	1.17	106.4	2.14	108.1
			—	—	1.16	105.5	2.16	109.1
			—	—	1.19	108.2	2.15	108.6
—			—	1.23	111.8	2.14	108.1	
平均值		—	—	1.22	110.6	2.16	109.1	
相对标准偏差 RSD (%)		—	—	4.3	—	1.2	—	

综上，本方法的回收率范围在 70%~120%之间，方法准确、可靠；实验相对

标准偏差（RSD 值） $\leq 20\%$ ，说明方法的重现性较好，满足 JRC 指南要求<sup>[2]</sup>。

### 3.6 实验室间验证

标准起草组采用 4 个真实的食用油脂作为本方法的实验室间验证样品，它们分别是橄榄油（验证样品 1）、葵花籽油（验证样品 2）、核桃油（验证样品 3）和牛油（验证样品 4），充分混匀后，分发给国家粮食和物资储备局科学研究院粮油质量检验测试中心、北京市粮油食品检验所、丰益（上海）生物技术研发中心有限公司、雀巢研发（中国）有限公司、天津雀巢有限公司和北京市科学技术研究院分析测试研究所（北京市理化分析测试中心）6 家实验室进行验证并收集了实验结果（表 7 和表 8）。

表 7 液相色谱-气相色谱联用法的室内重复性验证结果[MOSH (C<sub>10</sub>~C<sub>50</sub>) ]

单位 mg/kg

实验室	验证样品 1		验证样品 2		验证样品 3		验证样品 4	
	平行 1	平行 2	平行 1	平行 2	平行 1	平行 2	平行 1	平行 2
1	30.55	30.25	3.97	4.33	10.53	10.62	11.74	11.81
2	30.34	29.87	4.12	4.40	10.23	10.11	11.71	11.46
3	24.88	25.85	3.08	3.23	8.88	9.00	10.41	10.11
4	33.7	32.31	3.67	3.8	12.34	12.41	12.95	12.81
5	23.82	24.31	3.83	4.21	7.27	8.07	9.45	9.58
6	30.95	31.33	3.71	3.81	9.76	9.75	12.17	12.20

表 8 液相色谱-气相色谱联用法的室内验证数据[MOAH (C<sub>10</sub>~C<sub>50</sub>) ]

单位 mg/kg

实验室	验证样品 1		验证样品 2		验证样品 3		验证样品 4	
	平行 1	平行 2	平行 1	平行 2	平行 1	平行 2	平行 1	平行 2
1	5.99	6.10	0.55	0.50	2.50	2.50	1.17	1.14
2	6.11	5.95	0.52	0.54	2.48	2.51	1.10	1.17
3	5.00	5.02	0.72	0.76	1.81	1.52	1.95	2.07
4	5.64	5.88	0.61	0.69	2.82	2.87	1.18	1.20
5	4.92	5.15	0.18	0.15	2.61	2.77	1.15	1.15
6	6.08	6.46	0.73	0.74	2.69	2.83	1.46	1.47

上述实验间验证数据经曼德尔统计量的  $h$ 、 $k$  值分析(图 13)，MOSH(C<sub>10</sub>~C<sub>50</sub>) 数据不存在离群值，MOAH (C<sub>10</sub>~C<sub>50</sub>) 的实验室 3 的数值  $h$  图比其他实验室相应水平测试结果偏离度高但并未对实验室间验证数据的精密度造成太大影响，故予以保留。

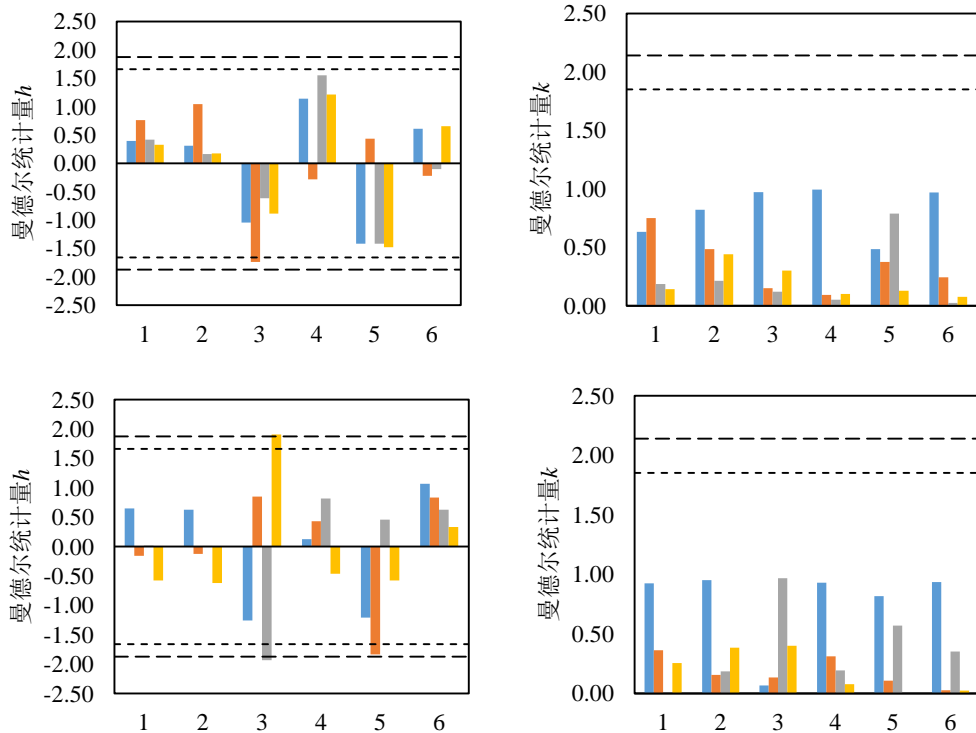


图 13 采用曼德尔统计量  $h, k$  分析实验室间验证数据的一致性(上: MOSH; 下: MOAH)

实验室间的验证结果见表 9~表 10, 其中 MOSH ( $C_{10}\sim C_{50}$ ) 分析结果的重复性变异系数 $\leq 4.7\%$ , 再现性变异系数 $\leq 16.1\%$ , 满足 JRC 指南要求。根据实验室间验证结果, 本标准将 MOSH ( $C_{10}\sim C_{50}$ ) 的定量限定为 3.0 mg/kg。

实验室间验证数据表明(表 10): 当 MOAH ( $C_{10}\sim C_{50}$ ) 的含量低于 2.00 mg/kg 时, 再现性变异系数均 $> 25\%$ , 当含量高于 2.00 mg/kg 时, 再现性的变异系数为 17.5%。因此, 根据实验结果, 将方法对 MOAH( $C_{10}\sim C_{50}$ ) 的定量限定为 2.0 mg/kg。

表 9 油脂中 MOSH ( $C_{10}\sim C_{50}$ ) 的测定方法的实验室间验证结果

参数 MOSH ( $C_{10}\sim C_{50}$ )	验证样品 1	验证样品 2	验证样品 3	验证样品 4
参加实验室的数量	6	6	6	6
可接受结果的数量	6	6	6	6
平均值/ (mg/kg)	29.01	3.85	9.91	11.37
重复性标准差 $S_r$ / (mg/kg)	0.55	0.18	0.24	0.13
重复性变异系数/ (%)	1.9	4.7	2.4	1.1
再现性标准差 $S_R$ / (mg/kg)	3.52	0.42	1.59	1.25
再现性变异系数/ (%)	12.1	10.9	16.1	11.0

表 10 油脂中 MOAH ( $C_{10}\sim C_{50}$ ) 的测定方法的实验室间验证结果

参数 MOAH ( $C_{10}\sim C_{50}$ )	验证样品 1	验证样品 2	验证样品 3	验证样品 4
参加实验室的数量	6	6	6	6
可接受结果的数量	6	6	6	6
平均值/ (mg/kg)	5.69	0.56	2.49	1.35

重复性标准差 $S_r$ / (mg/kg)	0.16	0.03	0.11	0.04
重复性变异系数/ (%)	2.7	5.6	4.2	3.0
再现性标准差 $S_R$ / (mg/kg)	0.55	0.22	0.44	0.35
再现性变异系数/ (%)	9.7	38.7	17.5	25.8

4. 与国际、国外对比情况（采用国际标准和国外先进标准的程度，以及与国际、国外同类标准水平的对比情况，或与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况等）

关于食用油脂中矿物油的分析标准，我国标准 GB/T 37514-2019《动植物油脂 矿物油的检测》仅可用于定性，并且无法区分 MOSH 和 MOAH<sup>[6]</sup>。国际标准 ISO 17780:2015 仅可测定 MOSH，定量限为 50 mg/kg<sup>[7]</sup>，欧盟标准 EN16995:2017 可同时测定 MOSH 和 MOAH，定量限为 10 mg/kg<sup>[1]</sup>。2019 年，JRC 指南要求食用油中 MOSH 和 MOAH 方法的定量限达到 2 mg/kg<sup>[2]</sup>。

本方法借鉴和参考了国外最新的文献和标准，建立了食用油脂中 MOSH 和 MOAH 的测定方法，并且成功通过德国 DRRR（2018 年、2019 年）的国际能力验证实验；本标准的主持制定单位参与了欧洲组织的 EN16995:2017 修订方法的实验室间比对且实验结果良好。

5. 与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系（简要说明标准与法律、法规、标准的协调性）

GB 2760-2014《食品添加剂使用标准》中规定矿物油和白油（液体石蜡，white mineral oil）为加工助剂，并对其的使用范围和限量做出规定，其中在糖果和鲜蛋中的最大使用量为 5.0 g/kg。但是目前国内外还没有明确食用油中矿物油的强制性限量要求。

表 11 GB 2760-2014 中关于矿物油的使用规定

中文名称（英文）	加工工艺或食品名称	添加剂功能描述	限量标准 (g/kg)
矿物油 (mineral oil)	发酵工艺、糖果、薯片和豆制品的加工工艺	消泡剂、脱模剂、防粘剂、润滑剂	—
白油，又名液体石蜡 (mineral oil, white, liquid paraffin) CNS 号 14.003, INS 号 905a	除胶基糖果以外的其他糖果；鲜蛋	被膜剂	5.0
白油（液体石蜡） white mineral oil	薯片的加工过工艺、油脂加工工艺、糖果的加工工艺、胶原蛋白肠衣的加工工艺、膨化食品加工工艺、粮食加工工艺（用于防尘）	消泡剂、脱模剂、被膜剂	—
石蜡 (paraffin)	糖果、焙烤食品加工工艺	脱模剂	—

---

目前，国内外食用油中的矿物油污染没有监管法规。2019 年和 2021 年，德国食品联合会根据生产规范和市场调研数据，给出食用油脂中 MOSH 的基准值为 13 mg/kg，MOAH 则要求不得检出<sup>[5]</sup>，该基准值对应的分析方法是 JRC 指南<sup>[2]</sup>。

**6. 重大分歧意见的处理经过和依据**（主要适用于矛盾、分歧较大的意见，处理结果与处理依据的说明。如没有，写“无”）

无。

**7. 标准作为推荐性标准的建议**

本标准可以作为推荐性行业标准。

**8. 贯彻标准的要求和措施建议**（包括组织措施、技术措施、过渡办法等）

本标准发布后，将采用国家粮食和物资储备局网站、标准宣贯会、培训班等渠道进行宣传，从而使得广大检验检测机构和生产企业准确理解标准的操作方法，应用到生产和市场监管环节，保障食用油质量。

**9. 废止现行有关标准的建议**（修订时，应说明新旧标准的替代关系；如制定，写“无”；）

无。

**10. 其他应予说明的事项**（陈述是否涉及专利及有关说明、本标准编制阶段与原计划有差异情况说明及原因等）

无。

**11. 附录**（如没有，写“无”）

附录 1：参考文献

《粮油检验 动植物油脂中饱和烃矿物油和芳香烃矿物油的测定》

粮油行业标准起草组

2022 年 5 月



## 附录 1 参考文献

- [1] EN 16995-2017, Foodstuffs - 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.
- [2] 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, JRC 115694.
- [3] European Food Safety Authority (EFSA), scientific opinion on mineral oil hydrocarbons in food, EFSA Journal, 2012 10(6): 704-185. <http://www.efsa.europa.eu/en/efsajournal/pub/2704.htm>.
- [4] Stähle S, Helling R. Update benchmark levels for mineral oil hydrocarbons (MOH) in foods, Food Federation Germany, 2019.4
- [5] Stähle S, Helling R. Update benchmark levels for mineral oil hydrocarbons (MOH) in foods, Food Federation Germany, 2021.8
- [6] GB/T 37514-2019 动植物油脂 矿物油的检测
- [7] ISO/DIS 17780:2015 Animal and vegetable fats and oils—Determination of aliphatic hydrocarbons in vegetable oils[S].
- [8] Fiorini D, Paciaroni A, Gigli F, *et al.* A versatile splitless injection GC-FID method for the determination of mineral oil paraffins in vegetable oils and dried fruit [J]. Food Control, 2010, 21: 1155-1160.
- [9] Moret S, Barp L, Grob K, *et al.* Optimised off-line SPE-GC-FID method for the determination of mineral oil saturated hydrocarbons (MOSH) in vegetable oils [J]. Food Chem, 2011, 129: 1898-1903.
- [10] Li BN, Wu YW, Liu LL, *et al.* Determination of mineral oil-saturated hydrocarbons (MOSH) in vegetable oils by large scale off-line SPE combined with GC-FID [J]. J Am oil Chem Soc, 2017, 94: 215-223.
- [11] Liu LL, Huang H, Wu YW, *et al.* Offline solid-phase extraction large-volume injection-gas chromatography for the analysis of mineral oil-saturated hydrocarbons in commercial vegetable oil[J]. J Oleo Sci, 2017, 66(9): 981-990.
- [12] Biedermann M, Grob K. On-line coupled high performance liquid chromatography-gas chromatography for the analysis of contamination by mineral oil. Part 2: Migration from paperboard into dry foods: interpretation of chromatograms [J]. J Chromat A, 2012, 1255: 56-75.
- [13] Lacoste F. International validation of the determination of saturated hydrocarbon mineral oil in vegetable oils, Eur. J. Lipid Sci. Technol. 2016, 118: 373-381.
- [14] 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, 分析化学, 2021, 3(49): 341~349.
- [15] Ares. Summary of the roundtable workshop on the determination of MOAH in infant formula. European Commission Joint Research Centre, 2019, 7564336.
- [16] Barp L, Kornauth C, Wuerger T, *et al.* Mineral oil in human tissues, Part I: Concentrations and molecular mass distributions[J]. Food Chem Toxicol, 2014, 72: 312-321.
- [17] Biedermann M, Munoz C, Grob K. Update of on-line coupled liquid chromatography - gas chromatography for the analysis of mineral oil hydrocarbons in foods and cosmetics[J]. Journal of Chromatography A, 2017, 1521: 140-149.
- [18] Nestola M, Schimidt TC. Determination of mineral oil aromatic hydrocarbons in edible oils and fats by online liquid chromatography-gas chromatography-flame ionization detection-evaluation of automated removal strategies for biogenic olefins[S]. J Chromat A, 2017, 1505: 69-76.
- [19] Fiselier K, Fiorini D, Grob K. Activated aluminum oxide selectively retaining long chain n-alkanes. Part I, description of the retention properties [J]. Anal Chim Acta, 2009. 634: 96-101.
- [20] Fiselier K, Fiorini D, Grob K. Activated aluminum oxide selectively retaining long chain nalkanes: Part II. Integration into an on-line high performance liquid chromatography-liquid chromatography-gas chromatography-flame ionization detection method to remove plant paraffins for the determination of mineral paraffins in foods and environmental samples [J]. Anal Chim Acta, 2009. 634: 102-109.
- [21] Fiselier K, Grob K. Determination of mineral oil paraffins in foods by on-line HPLC-GC-FID: lowered detection limit; contamination of sunflower seeds and oils [J]. Eur Food Res Technol, 2009, 229: 679-688.
- [22] 刘玲玲, 武彦文, 李冰宁等. 固相萃取-大体积进样-气相色谱法定量分析油茶籽油中的矿物油, 分析化学, 2016, 44(9): 1419-1424.