

纸质食品包装制品中挥发性 MOSH 组分 SPME-HSGC-MS 追踪检测

薛美贵¹, 柴欣生², 李伟¹, 李小东¹, 陈润权³

(1. 东莞职业技术学院, 广东 东莞 523808; 2. 华南理工大学, 广州 510641;

3. 东莞质量监督检测中心, 广东 东莞 523808)

摘要: **目的** 对一次性纸质食品包装制品(盒、袋、桶、杯等)中挥发性饱和烃矿物油(MOSH)组分的含有情况进行检测分析,以确定纸质食品包装材料及制品中各挥发性 MOSH 组分向外挥发的性能以及对所包装食品(食品模拟物)的潜在危害性。**方法** 将样品裁切(5 mm×5 mm)后,取适量样品采用固相微萃取法进行萃取富集,然后使用顶空气相色谱-质谱进行检测,通过 NIST 质谱库检索、特征离子碎片检索以及标准样品比较相结合的方法进行定性。同时,为确定各样品中挥发性 MOSH 组分的迁移性能,在时隔6个月之后,对以上样品采用同样的方法进行取样、检测、分析。最后,根据2次检测的结果,判断市售一次性纸质食品包装材料及制品中挥发性 MOSH 组分的迁移性,以确定其对食品安全性的影响情况。**结果** 结果表明,所测的16种样品中均含有挥发性 MOSH 组分,并且其含量随着时间而降低;同时发现,没有印刷图文或印刷图文面积极小的纸质包装制品中挥发性 MOSH 组分向外迁移的速度较低。**结论** SPME-HSGC-MS 适用于纸质包装材料或制品中挥发性(半挥发性)MOSH 组分的检测与分析。为降低由纸质食品包装材料及制品中挥发性 MOSH 组分对人体产生的危害性,建议纸质包装材料或制品制作完成后,在不增加仓储压力的情况下,放置一段时间,并加大其存储空间的通风,再用于食品包装。

关键词: 纸质食品包装制品; 饱和烃矿物油; 固相微萃取-顶空气相色谱-质谱联用法; 食品安全

中图分类号: TS201.6; TS206.4 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3563(2023)17-0077-08

DOI: 10.19554/j.cnki.1001-3563.2023.17.010

Detection and Tracking Analysis of Volatile Mineral Oil Saturated Hydrocarbons Components in Paper Food Packaging Products by SPME-HSGC-MS

XUE Mei-gui¹, CHAI Xin-sheng², LI Wei¹, LI Xiao-dong¹, CHEN Run-quan³

(1. Dongguan Polytechnic, Guangdong Dongguan 523808, China; 2. South China University of Technology, Guangzhou 510641, China; 3. Dongguan Quality Supervision and Testing Center, Guangdong Dongguan 523808, China)

ABSTRACT: The work aims to detect and analyze the content of volatile mineral oil saturated hydrocarbons (MOSH) components in paper food packaging products (such as boxes, bags, buckets, cups, etc.), so as to determine the volatility of volatile MOSH components in paper food packaging materials and products and the potential harm to packaged food (simulants). Samples were cut to small pieces (5 mm×5 mm), then extracted by solid phase microextraction, and lastly

收稿日期: 2023-01-17

基金项目: 广东省基础与应用基础研究基金联合基金项目-青年基金项目(2019A1515110667); 东莞市社会发展科技重点项目(20221800906442); 广东省科技创新战略(培育)专项资金项目(pdjh2021b0905); 广东省数字印刷产教融合创新平台(2021CJPT005); 2022年东莞市科技特派员项目(20221800500871)

detected by headspace chromatography-mass spectrometry (HSGC-MS). The NIST mass spectral library, characteristic ion fragment and standard sample comparison were combined to conduct qualitative analysis. In order to determine the migration performance of the volatile MOSH components in each sample, the samples were taken, detected and analyzed by the method mentioned above after 6 months. Finally, the results of the two tests were compared, and the migration of the volatile MOSH components in the disposal paper food packaging materials and products on the market was judged to determine the impact on food safety. The results showed that all the 16 samples tested contained volatile MOSH components and their content decreased with time. The migration velocity of volatile MOSH components was lower in paper packaging products without printed graphic or with minimal graphic area. SPME-HSGC-MS is suitable for the detection and analysis of volatile (semi-volatile) MOSH components in paper packaging materials or products. In order to reduce the harm of volatile MOSH components to the human body in the paper food packaging materials and products, it is recommended to place paper packaging materials or products for a period of time without increasing storage pressure and increase the ventilation of storage space before using them for food packaging.

KEY WORDS: paper food packaging products; mineral oil saturated hydrocarbon; solid-phase microextraction-headspace gas chromatography-mass spectrometry; food safety

矿物油 (Mineral Oil Hydrocarbons, MOH) 是源自石油的烃类混合物, 具有非常广泛的用途, 其成分构成非常复杂, 主要包含饱和烃矿物油 (Mineral Oil Saturated Hydrocarbons, MOSH) 及芳香烃矿物油 (Mineral Oil Aromatic Hydrocarbons, MOAH), 常见于工业矿物油^[1-2]。由于印刷用胶印油墨中含有矿物油组分, 以及再生食品包装用纸和纸板中会含有未彻底脱除的油墨, 所以印刷纸质食品包装材料及制品会增加人群遭受矿物油危害的程度^[3]。

针对矿物油的动物毒性评估显示, MOAH 具有潜在的基因毒性和致癌性, 其导致的食物安全风险已引起了广泛重视^[4-5]。近年来, 关于 MOSH 的毒理学数据显示, MOSH 具有生物蓄积性, 长期摄入受到 MOSH 污染的食品, 将会在体内大量累积, 对人体健康造成严重的危害^[6-7], 目前已引起各国的关注。欧洲食品安全局 (European Food Safety Authority, EFSA)、德国联邦风险评估研究所 (BfR)、瑞士、法国等相关机构相继对食品包装用纸与纸板中 MOSH 的含量及向食品的迁移量进行了限制规定。有研究表明, 在国内市场, 食品以及食品包装纸和纸板中矿物油含量和迁移水平不容忽视。国家食品接触材料检测重点实验室对食品包装纸的一项抽调结果显示, 有 37.6% 的样品中 MOSH 含量超标 ($>2 \text{ mg/kg}$), 最高迁移量为 364 mg/kg , 需要引起政府和相关行业的关注。因此, 进一步加强食品以及食品包装材料及制品中 MOSH 含量数据监测和膳食暴露评价工作, 并采取措施降低食品中矿物油含量和安全风险, 是亟待解决的问题。

国内外关于纸质材料中矿物油组分检测与分析的方法主要有液相色谱-气相色谱-质谱检测 (LC-GC-MS) 法^[8-9]、高效液相色谱-气相色谱-火焰离子化检测器 (HPLC-GC-FID) 法^[4,10-13]、固相

萃取-气相色谱法和全二维气相色谱法^[14]、固相萃取-GC-FID 法^[15-16]、离线固相萃取-GC-FID 法^[17]。然而, 没有完整的体系, 也没有对实验条件和环境要求较低且准确可靠、操作简单的方法可循。目前, 关于纸质包装材料及制品中 MOSH 的研究主要集中于分析检测方法的选择及优化、直接接触情况下向食品的迁移研究、溯源以及迁移模型的研究等^[9-18]。

本文采用固相微萃取-顶空气相色谱-质谱 (SPME-HSGC-MS) 联用的方法^[19]检测一次性纸质食品包装制品中 C9-C18 MOSH 向外界的挥发、扩散性, 并进一步跟踪其组分的变化情况, 以探究非直接接触情形下纸质食品包装制品中挥发性 MOSH 向所包装食品的迁移性能, 以期一次性纸质食品包装材料及制品的安全使用提供一定的理论及数据参考。

1 实验

1.1 材料与试剂

主要材料: 纸样为 2021 年 10 月底从广东、广西、海南等地的印刷包装企业收集刚制作完成的 16 种一次性纸质食品包装制品, 具体信息见表 1。

主要试剂: C8-C40 正构烷烃混合标准溶液, 质量浓度为 $500 \text{ } \mu\text{g/mL}$, 默克 SUPELCO; 二氯甲烷, 色谱纯, 天津市科密欧化学试剂有限公司。

1.2 仪器与设备

TQ8040 顶空气相色谱-质谱联用仪 (HSGC-MS), 日本岛津; $50/30 \text{ } \mu\text{m}$ DVB/CAR on PDMS 固相微萃取头, 默克 supelco; FA2004B 电子天平, 北京印联; FT3 精密测厚仪, 英国 HANATEK。

表 1 实验用纸样情况
Tab.1 Paper samples in the test

序号	纸(纸板)类型	定量/(g·m ⁻²)	厚度/μm	用途	备注
S1	白纸	120	223	油炸食品直接接触包装	部分印刷
S2	白纸板	256	294	航空餐外包装	部分印刷
S3	白纸板	250	301	汉堡包直接接触包装	满版印刷
S4	白纸板	235	265	油炸食品直接接触包装	部分印刷
S5	白纸板	230	274	油炸食品直接接触包装	无印刷
S6	白纸板	201	256	干性食品直接接触包装	部分印刷
S7	白纸板	225	270	饮料直接接触包装	部分印刷
S8	原色牛皮卡纸	347	510	干性食品直接接触包装	少部分印刷
S9	白纸板	215	258	热饮直接接触包装	大部分印刷
S10	白色牛皮卡纸	260	443	干性食品直接接触包装	满版印刷
S11	原色牛皮纸板	280	450	干性食品直接接触包装	部分印刷
S12	白纸板	230	284	汉堡包外包装	满版印刷
S13	白纸板	228	280	汉堡包直接接触包装	满版印刷
S14	白纸板	239	286	薯条直接接触包装	满版印刷
S15	原色牛皮纸板	335	519	干性食品直接接触包装	无印刷
S16	白纸	156	230	炸鸡直接接触包装	部分印刷

1.3 HSGC-MS 条件

HSGC 条件:进样口为 SPL1,进样口温度为 250 °C, 色谱柱为 DB-5 ms (30 m×0.25 mm, ID*0.25 μm, 美国安捷伦公司)毛细管柱, 离子源温度为 230 °C, 手动、不分流进样, 进样时间 5 min; 载气(氦气)流速为 1 mL/min; 柱子升温程序为以初始温度 50 °C 保持 1 min, 按照 10 °C/min 的速度升温到 250 °C, 并保持 2 min。

GC-MS 连接端口温度为 250 °C。

MS 条件: MS 为三重四极杆型, 电子轰击电离源(EI), 电离能量为 70 eV, 扫描方式为全扫描, 质荷比(m/z)为 30~500, 溶剂延迟时间为 1 min。

1.4 MOSH 各组分保留指数计算

取 100 μL C8-C40 正构烷烃混合标准溶液, 用二氯甲烷稀释至 10 mL 后, 取 1 μL, 采用液体进样方式至 GC-MS, 得到 C8-C40 正构烷烃标准样品色谱, 确定 C9-C18 MOSH 各组分的保留时间。采用线性升温公式计算样品中各组分的保留指数, 用于准确定性^[20], 保留指数的计算公式见式(1)。

$$R_n = 100n + \frac{100(t_x - t_n)}{t_{n+1} - t_n} \tag{1}$$

式中: R_n 为碳数为 n 的正构烷烃的保留指数; n 为正构烷烃的碳数; t_x 为被测组分的保留时间, min; t_n 为碳数为 n 的正构烷烃的保留时间, min; t_{n+1} 为碳数为 $n+1$ 的正构烷烃的保留时间, min。

1.5 方法

由于在广东地区前一年的 11 月到第 2 年的 4 月

这个时间段内, 平均温度为 20 °C, 所以, 本研究分别在前一年的 11 月和第 2 年的 4 月进行。

实验前, 将从印刷包装企业收集的 16 种刚制作完成的一次性纸质食品包装制品裁切成 0.5 cm×0.5 cm 的小片, 混合均匀, 备用。第 1 次实验时, 称取 1 g 纸样, 置于 20 mL 顶空瓶中, 用固相微萃取头在 98 °C 恒温条件下, 萃取富集 30 min, 然后在 250 °C 条件下解吸 3 min 后置于顶空气相色谱-质谱仪进行检测。每个样品取 3 个平行样进行检测。第 2 次实验时, 采取以上相同的方法对 16 种纸样进行检测、分析。

1.6 数据处理

对以上实验所测得的结果采用 NIST 检索库(14、14s、20、20 s)联合特征离子碎片检索(质荷比为 43、57、71)^[21], 以及标准样品保留时间比较的方法, 对其中 C9-C18 MOSH 的组分进行定性分析。

2 结果与分析

2.1 C8-C40 正构烷烃标准样品色谱

使用 GC-MS 对 C8-C40 正构烷烃混合标准溶液进行检测, 得到 C8-C40 正构烷烃混合标准溶液的色谱图如图 1 所示。对图 1 进行分析, 确定 C9-C18 MOSH 各组分的保留时间, 并根据式(1)计算保留指数。

2.2 萃取纤维的选择

100 μm PDMS 与 50/30 μm DVB/CAR on PDMS 萃取纤维均可用于挥发性物质的萃取。比较 2 种萃取

纤维对样品 S1 的萃取效果,结果表明,100 μm PDMS 共萃取出 3 种 MOSH,而 50/30 μm DVB/CAR on PDMS 共萃取出 5 种 MOSH。因此,本实验选择 DVB/CAR on PDMS 萃取纤维对样品进行萃取。

2.3 纸样中挥发性 MOSH 组分分析

2.3.1 第 1 次检测结果分析

对 16 种纸样进行检测,采用 NIST 检索库联合特征离子碎片检索以及标准样品保留时间比较的方法进行分析、定性。典型样品 S1 与 S2 第 1 次检测的

总离子流色谱图如图 2 所示,MOSH 某组分的质谱图如图 3 所示,所有样品中 C9-C18 MOSH 检出情况如表 2 所示。

对表 2 进行分析,发现所有样品中均含有一定量的 C9-C18 MOSH 组分,说明大多数一次性纸质食品包装制品均对人体 MOSH 的暴露有一定的贡献度。同时发现,大多数 MOSH 组分集中于 C13-C18,这可能是由于 C 原子数较低 (<13) 的 MOSH 具有较强的挥发性,在纸张储存以及印刷制作过程中发生了挥发。

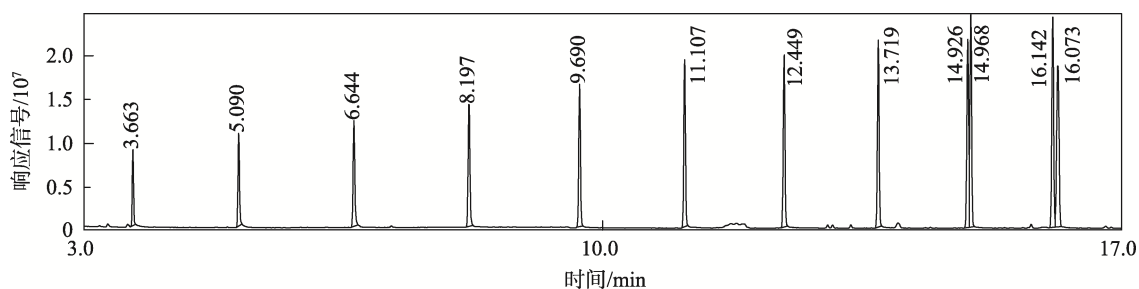


图 1 C8-C40 正构烷烃标准样品色谱图

Fig.1 Gas chromatogram of *n*-alkane mixed standard (C₈-C₄₀)

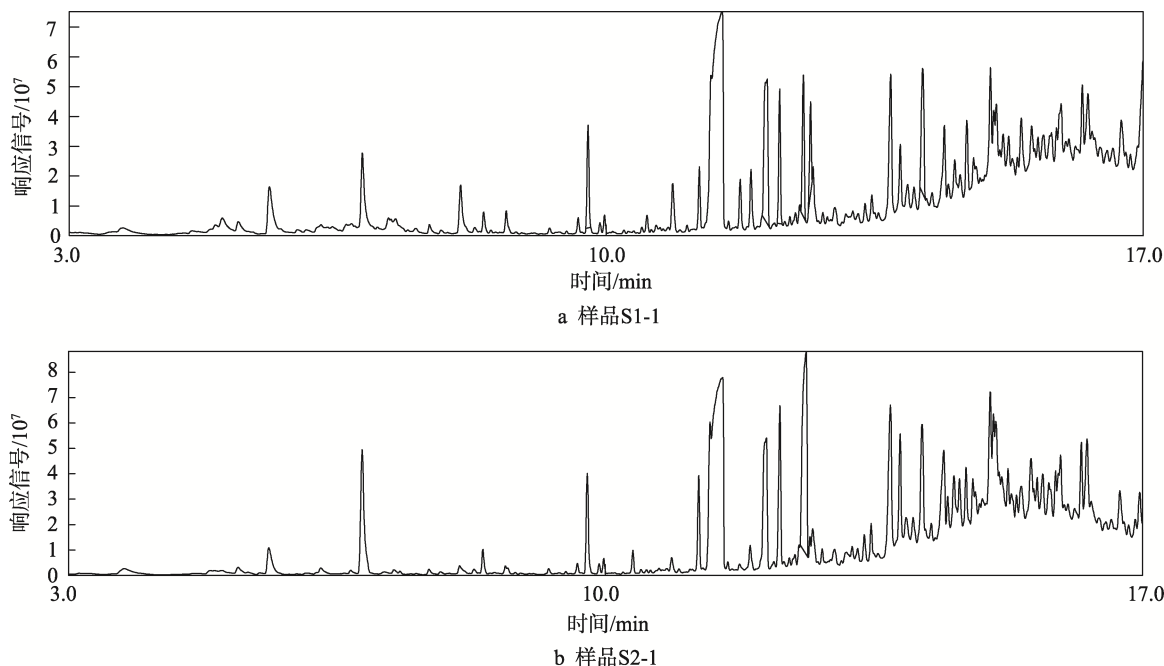


图 2 样品 S1-1、S2-1 中 MOSH 检测总离子流色谱图

Fig.2 Gas chromatogram of total ion flow of MOSH in S1 and S2 in the first test

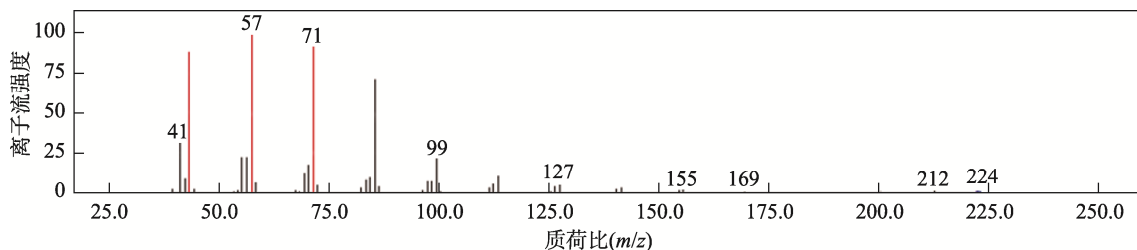


图 3 样品中 MOSH 某组分的质谱图

Fig.3 Mass spectrogram of certain MOSH component in sample

对不同纸样的检测结果进行分析,发现样品 S4、S5、S6、S7 中 MOSH 的组分类别达 7~8 种;样品 S1、S2、S3、S8、S9、S11、S15、S16 中的种类为 5~6 种;S10、S12、S13、S14 中的种类有 3~4 种。说明不同纸样中挥发性 MOSH 的含有情况差别较大,这与各纸样造纸原料种类、制作过程以及印刷所用油

墨类型有关^[3,17]。

2.3.2 追踪检测结果分析

6 个月之后对 16 种纸样进行再次取样,采用相同方法进行检测、分析与定性。典型样品 S1 与 S2 第 2 次检测的总离子流色谱图如图 4 所示,所有样品中 C9-C18 MOSH 检出情况如表 3 所示。

表 2 第 1 次检测各纸样中挥发性 C9-C18 MOSH 的检出情况
Tab.2 Content of volatile C9-C18 MOSH in paper samples in the first test

样品	C9	C10	C11	C12	C13	C14	C15	C16	C17	C18
S1-1	×	×	×	×	×	√	√	√	√	√
S2-1	×	×	×	×	√	√	√	√	√	√
S3-1	×	×	×	×	√	√	√	√	×	√
S4-1	×	×	√	√	√	√	√	√	√	√
S5-1	×	×	√	√	√	√	√	√	√	√
S6-1	√	×	×	×	√	√	√	√	√	√
S7-1	×	×	×	√	√	√	√	√	√	√
S8-1	×	×	×	×	√	√	√	√	√	√
S9-1	×	×	×	×	√	√	√	√	√	√
S10-1	×	×	×	×	√	√	√	√	×	×
S11-1	×	×	×	×	×	√	√	√	√	√
S12-1	×	×	×	×	×	√	√	√	√	×
S13-1	×	×	×	×	×	√	√	√	×	×
S14-1	×	×	×	×	×	√	√	√	√	×
S15-1	×	×	×	×	√	√	√	√	√	√
S16-1	×	×	×	×	×	√	√	√	√	√

注: S1-1 表示样品 S1 初次检测;“×”表示未检出,“√”表示有检出。

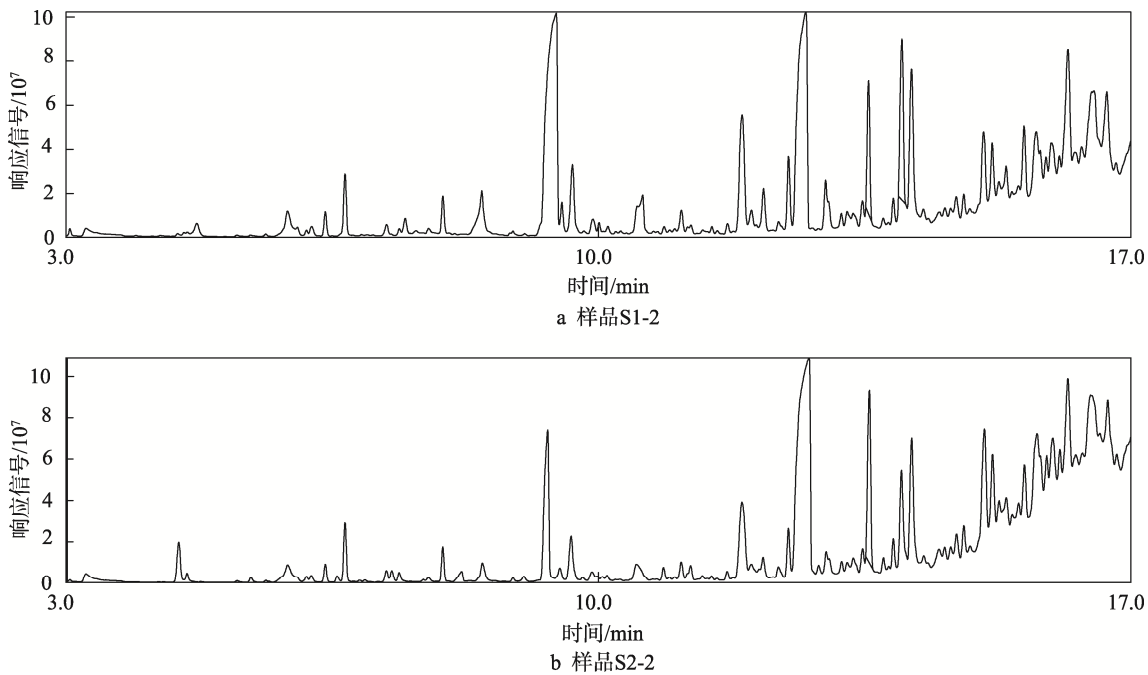


图 4 样品 S1-2、S2-2 中 MOSH 检测总离子流色谱图
Fig.4 Gas chromatogram of total ion flow of MOSH in S1 and S2

表 3 第 2 次检测各纸样中挥发性 C9-C18 MOSH 的检出情况
Tab.3 Content of volatile C9-C18 MOSH in paper samples in the second test

样品	C9	C10	C11	C12	C13	C14	C15	C16	C17	C18
S1-2	×	×	×	×	×	√	×	√	√	√
S2-2	×	×	×	×	×	√	×	√	√	√
S3-2	×	×	×	×	×	×	×	√	×	√
S4-2	×	×	√	√	×	×	√	√	√	√
S5-2	×	×	×	√	√	√	√	√	√	√
S6-2	×	×	×	×	×	√	√	√	√	√
S7-2	×	×	×	×	×	×	√	√	√	√
S8-2	×	×	×	×	×	√	√	√	√	√
S9-2	×	×	×	×	×	×	√	√	√	√
S10-2	×	×	×	×	×	×	√	√	√	×
S11-2	×	×	×	×	×	×	√	√	√	×
S12-2	×	×	×	×	×	×	×	√	√	×
S13-2	×	×	×	×	×	×	√	√	×	×
S14-2	×	×	×	×	×	×	√	√	√	×
S15-2	×	×	×	×	√	√	√	√	√	√
S16-2	×	×	×	×	×	×	√	√	√	×

注：S1-2 表示样品 S1 第 2 次检测；“×”表示未检出；“√”表示有检出。

对表 2 和表 3 中相同样品在不同时间的检测结果进行对比,发现时隔 6 个月之后纸样中的 C9-C18 MOSH 组分的种类明显减少,且减少的种类主要为 C 原子数较低的 MOSH。说明样品在 6 个月的储存期内,其中 C 原子数低的 MOSH 组分发生了向外界的扩散。然而, S5、S8、S15 这 3 个没有或有极少部分印刷图案的样品中 MOSH 种类的减少却不明显,这可能是因为其中的 MOSH 组分主要来自造纸工艺过程^[22-24],大部分吸附于纸张内部纤维上,从而阻碍了其向外界的扩散;除此之外,样品 S8、S15 的厚度较大,也会使其中挥发性 MOSH 组分向外迁移受到影响,这与已有的研究结果相符^[25]。

以上实验结果表明,碳数低的 MOSH 组分在室温或更高温下易挥发,不易在纸质包装材料或制品中残留,几乎不会对包装食品造成较大的污染;然而 C 原子数较大(>C13)的挥发性 MOSH 组分在室温条件下,会在纸质食品包装材料或制品中有部分残留。因此,当纸质包装制品用于高温食品包装时,仍然存在其中 MOSH 组分向食品迁移的潜在风险。

由于 MOSH 具有生物蓄积性,所以即使包装材料或制品中的 MOSH 含量较低,经常食用这种材料包装的食品,也会对身体产生危害。由于再生纤维的应用已成为造纸行业节能减排的重要举措,在造纸过程中减少或不使用再生纤维将会大幅提高纸张的成本,同时也不利于纸张的回收再利用。所以,如何降低因印刷油墨以及再生纤维对包装食品造成的污染风险,已经成为矿物油检测的主要目的。

有研究表明,无阻隔层的再生纸制品存在加大矿物油迁移污染的可能性^[26-28]。因此,目前解决纸质食品包装材料中矿物油组分迁移的问题,最常用的方法是使用功能阻隔层(铝箔、PET)有效阻挡或降低食品包装材料,特别是再生纸制品中矿物油向食品的迁移。然而,阻隔层的使用又会引入新的问题,比如膜层中小分子物质向食品的迁移。

对比本文的 2 次实验结果发现,即使经过 6 个月之后,纸制品中仍含有一定量的 MOSH 组分,因此,建议在纸制品包装装潢设计过程中,尽量减小印刷图案面积,使用环保型水性油墨进行印刷,以减少 MOSH 组分材料的使用。同时发现,在室温条件下,纸质包装材料中挥发性 MOSH 矿物油组分的种类会随着时间而降低,因此,建议纸质食品包装材料或制品,尤其是有较大印刷图文面积的制品,在制作完成后,不增加仓储压力的情况下,于室温条件下静置一段时间,并加大其存储空间的通风,待其中挥发性 MOSH 组分的含量降低后,再用于食品的包装。这样可以有效降低其中矿物油组分对所包装食品的危害。另外,对于储存环境温度较低的情况,可以基于时温等效性原理,适当提高纸质包装制品的储存环境温度,以加快其中挥发性 MOSH 组分向外迁移的速度。

3 结语

采用固相微萃取-顶空气相色谱-质谱联用法检测一次性纸质食品包装制品中的挥发性 MOSH 组分,

与已有的检测方法, 如液相色谱-气相色谱-质谱检测法、高效液相色谱-气相色谱-火焰离子化检测器法等相比较, 实验步骤少、操作简单、溶剂用量少, 可以在很大程度上降低实验成本以及由于实验造成的环境污染。

所检测的纸质包装制品中均含有一定量的挥发性 MOSH, 但是, C 原子数低的 MOSH 组分在室温或更高温下易挥发, 不易在纸质包装材料或制品中残留, 几乎不会对包装食品造成较大的污染; 然而, C 原子数较高 ($>C_{13}$) 的挥发性 MOSH 组分在室温条件下, 仅有部分发生了向外的挥发。当纸质包装制品用于高温食品包装时, 其中 MOSH 组分仍然有向所包装食品迁移的风险。纸质食品包装材料及制品中挥发性 MOSH 在常温下即可向外迁移, 因此, 为降低由纸质食品包装材料及制品对人体造成的 MOSH 暴露风险, 建议纸质包装材料或制品制作完成后, 在不增加仓储压力的情况下, 静置一段时间, 并加大其存储空间的通风, 再用于食品包装。

参考文献:

- [1] European Food Safety Authority (EFSA). Scientific Opinion on Mineral Oil Hydrocarbons in Food[R]. Parma: EF SA, 2012.
- [2] 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]. Journal of Chromatography A, 2012, 1255: 76-99.
- [3] 杨春艳, 郑涛, 柯润辉, 等. 固相萃取柱净化-气相色谱法定量测定食用植物油中饱和烃类矿物油[J]. 食品安全质量检测学报, 2017, 8(3): 1041-1046.
YANG Chun-yan, ZHENG Tao, KE Run-hui, et al. Quantitative Determination of Mineral Oil Saturated Hydrocarbons in Edible Vegetable Oils by Solid Phase Extraction Column-Gas Chromatography[J]. Journal of Food Safety & Quality, 2017, 8(3): 1041-1046.
- [4] DIEHL H, WELLE F. How to Determine Functional Barrier Performance towards Mineral Oil Contaminants from Recycled Cardboard[J]. Food Packaging & Shelf Life, 2015, 5: 41-49.
- [5] 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(8): 1155-1160.
- [6] GURDENIZ G, OZEN B. Detection of Adulteration of Extra-Virgin Olive Oil by Chemometric Analysis of Mid-Infrared Spectral Data[J]. Food Chemistry, 2009, 116(2): 519-525.
- [7] 武彦文, 王颖, 李冰宁, 等. 定量分析食品中的矿物油污染物[J]. 食品安全质量检测学报, 2015, 6(6): 2145-2150.
WU Yan-wen, WANG Ying, LI Bing-ning, et al. Quantitative Analysis of Mineral Oil Hydrocarbons in Food[J]. Journal of Food Safety & Quality, 2015, 6(6): 2145-2150.
- [8] 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]. European Food Research and Technology, 2009, 229(4): 679-688.
- [9] 朱丽娴, 林勤保, 陈胜, 等. 再生纸与原纸中矿物油成分的 LC-GC-MS 检测及鉴别[J]. 分析测试学报, 2020, 39(5): 569-576.
ZHU Li-xian, LIN Qin-bao, CHEN Sheng, et al. Detection of Mineral Oils in Recycled and Virgin Papers by LC-GC-MS and Their Discrimination[J]. Journal of Instrumental Analysis, 2020, 39(5): 569-576.
- [10] BIEDERMANN M, UEMATSU Y, GROB K. Mineral Oil Contents in Paper and Board Recycled to Paperboard for Food Packaging[J]. Packaging Technology and Science, 2011, 24(2): 61-73.
- [11] 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]. Journal of Chromatography A, 2012, 1255: 76-99.
- [12] WAGNER M, OELLIG C. Screening for Mineral Oil Saturated and Aromatic Hydrocarbons in Paper and Cardboard Directly by Planar Solid Phase Extraction and by Its Coupling to Gas Chromatography[J]. Journal of Chromatography A, 2019, 1588: 48-57.
- [13] 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.
- [14] 钱沙沙, 杨洋, 张玉萍, 等. 固相萃取-气相色谱法和全二维气相色谱法定量测定食品接触用纸制品中饱和烃矿物油的迁移量[J]. 食品科学, 2019, 40(20): 305-310.
QIAN Sha-sha, YANG Yang, ZHANG Yu-ping, et al. Comparative Determination of Migration of Mineral Oil Saturated Hydrocarbons from Food Contact Paper-Based Products by Solid Phase Extraction-Gas Chromatography and Comprehensive Two Dimensional Gas Chromatography[J]. Food Science, 2019, 40(20): 305-310.

- 305-310.
- [15] 李克亚, 钟怀宁, 胡长鹰, 等. SPE-GC-FID 法检测食品包装纸中的矿物油[J]. 食品工业科技, 2015, 36(19): 280-285.
- LI Ke-ya, ZHONG Huai-ning, HU Chang-ying, et al. Determination of Mineral Oil in Food Packaging Paper by Solid Phase Extraction- Gas Chromatography-flame Ionization Detector[J]. Science and Technology of Food Industry, 2015, 36(19): 280-285.
- [16] 李克亚, 胡长鹰, 钟怀宁, 等. 食品包装纸中的饱和烃矿物油向食品模拟物 Tenax 的迁移和安全评估[J]. 现代食品科技, 2016, 32(2): 302-308.
- LI Ke-ya, HU Chang-ying, ZHONG Huai-ning, et al. Migration and Safety Assessment of Mineral Oil Saturated Hydrocarbons from Food Packaging Paper into Tenax[J]. Modern Food Science and Technology, 2016, 32(2): 302-308.
- [17] 张宜彩, 林勤保, 陈胜, 等. 餐盘纸中矿物油的检测及溯源分析[J]. 食品科学, 2021, 42(12): 261-267.
- ZHANG Yi-cai, LIN Qin-bao, CHEN Sheng, et al. Quantitation and Source Analysis of Mineral Oil Hydrocarbons in Traymates[J]. Food Science, 2021, 42(12): 261-267.
- [18] 闻诚, 诸葛海涛, 毛凯, 等. 食品接触用纸中饱和烃矿物油迁移模型研究[J]. 现代食品, 2019, 12(23): 133-137.
- WEN Cheng, ZHUGE Hai-tao, MAO Kai, et al. Research on the Migration Mathematical Model of Mineral Oil Saturated Hydrocarbons in Food Contact Paper[J]. Modern Food, 2019, 12(23): 133-137.
- [19] 赵子青, 杨青华, 林勤保, 等. 固相微萃取-气相色谱-质谱联用法分析石蜡中的挥发性成分[J]. 包装与食品机械, 2022, 40(4): 39-43.
- ZHAO Zi-qing, YANG Qing-hua, LIN Qin-bao, et al. Determination of Volatile Compounds in Paraffin by SPME-GC-MS[J]. Packaging and Food Machinery, 2022, 40(4): 39-43.
- [20] 景波, 杨青华, 林勤保. 顶空/气相色谱-质谱联用结合化学计量学分析金属油墨印刷纸制品中气味物质[J]. 分析测试学报, 2022, 41(6): 873-881.
- JING Bo, YANG Qing-hua, LIN Qin-bao. Determination of Odour Substances in Metallic Ink-Printed Paper-boards by Headspace Gas Chromatography-Mass Spectrometry with Chemometrics Approach[J]. Journal of Instrumental Analysis, 2022, 41(6): 873-881.
- [21] SPACK L W, LESZCZYK G, VARELA J, et al. Understanding the Contamination of Food with Mineral Oil: The Need for a Confirmatory Analytical and Procedural Approach[J]. Food Additives & Contaminants: Part A, 2017, 34(6): 1052-1071.
- [22] BIEDERMANN M, INGENHOFF J E, DIMA G, et al. Migration of Mineral Oil from Printed Paperboard into Dry Foods: Survey of the German Market. Part II: Advancement of Migration during Storage[J]. European Food Research and Technology, 2013, 236(3): 175-182.
- [23] BIEDERMANN M, INGENHOFF J, 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 and Science, 2011, 24(5): 281-290.
- [24] BIEDERMANN M, GROB K. Is Recycled Newspaper Suitable for Food Contact Materials? Technical Grade Mineral Oils from Printing Inks[J]. European Food Research and Technology, 2010, 230(5): 785-796.
- [25] BIEDERMANN M, GROB K. Advantages of Comprehensive Two-Dimensional Gas Chromatography for Comprehensive Analysis of Potential Migrants from Food Contact Materials[J]. Analytica Chimica Acta, 2019, 1057: 11-17.
- [26] GUAZZOTTI V, LIMBO S, PIERGIOVANNI L, et al. A Study into the Potential Barrier Properties Against Mineral Oils of Starch-based Coatings on Paperboard for Food Packaging[J]. Food Packaging and Shelf Life, 2015, 3: 9-18.
- [27] DIMA G, VERZERA A, GROB K. Migration of Mineral Oil from Party Plates of Recycled Paperboard into Foods: 1. is Recycled Paperboard Fit for the Purpose? 2. Adequate Testing Procedure[J]. Food Additives & Contaminants Part A, Chemistry, Analysis, Control, Exposure & Risk Assessment, 2011, 28(11): 1619-1628.
- [28] RICHTER L, BIEDERMANN-BREM S, SIMAT T J, et al. Internal Bags with Barrier Layers for Foods Packed in Recycled Paperboard: Recent Progress[J]. European Food Research and Technology, 2014, 239(2): 215-225.

责任编辑: 曾钰婵