

## 食品中矿物油的快速测定方法探讨

吴国华 方燕京 赵 婕 涂晓明  
(北京市疾病预防控制中心,北京 100013)

矿物油系石油烃类产品,如柴油、润滑油、石蜡等。目前市场上一些不法商贩用矿物油加工生产饼干或将矿物油掺入食用油脂和米中,严重危害公众健康。矿物油中加入的一些添加剂,如阻燃剂磷酸三甲苯酯类化合物,对人体具有相当大的毒性,严重的可引起神经性麻痹。为了加强食品卫生监督,查处食品中掺假违法行为,保护消费者利益,本文对掺入食品中的矿物油检测方法进行了探讨,现报告如下。

### 皂化法

**1 原理** 食品中存在的脂类物质为高级脂肪酸甘油酯,在一定条件下能被氢氧化钾皂化,生成甘油和脂肪酸盐,二者均溶于水,是透明溶液,掺入食品中的矿物油类由于不能被皂化,不溶于水,使溶液混浊或呈现油珠样物质,由此可鉴别试样中是否含有矿物油。

### 2 试剂

氢氧化钾溶液(600 g/L);石油醚(30 ~ 60 )  
分析纯;无水乙醇 分析纯;机油;液体石蜡。

**阴性对照试样** 不含矿物油的饼干、大米、食用油等。

**阳性对照试样** 在不含矿物油的试样中按照1%的比例加入矿物油。

### 3 方法

**3.1 脂类提取** 取大约100 g磨碎、混匀的被测饼干等(视含油量而定)置于500 mL具塞三角瓶,加入石油醚浸没试样,振摇提取15 min,静置过夜,过滤;收集滤液放于蒸发皿中,水浴上挥去石油醚,油脂供鉴定矿物油用。采用相同的方法提取阴性试样、阳性试样中的脂类。

**3.2 鉴定** 分别取3.1的被测试样、阴性对照试样、阳性对照试样的脂类提取物各1.0 g,食用油直接取样1.0 g置于250 mL的磨口三角瓶中,加入

600 g/L 氢氧化钾溶液1.0 mL,无水乙醇25 mL,接上冷凝管在沸水浴中冷凝回流5 min,取下趁热加入沸水25 mL,摇匀,观察结果。

### 3.3 结果判定

**阴性对照** 溶液应为透明。

**阳性对照** 溶液应为混浊或有小油珠存在。

**被检试样** 如果溶液透明,则可认为试样中不含矿物油;如果试样溶液混浊或有小油珠存在,则可认为试样中含有矿物油。

### 荧光法

**1 原理** 大多数矿物油在紫外光下具有荧光,试样中的脂类物质用石油醚提取,挥去石油醚,将所得的脂类物质点在滤纸上,在紫外光下观察其发光情况来判定试样中是否含有矿物油。

### 2 试剂 同皂化法。

### 3 实验方法

**3.1 脂类物质的提取** 同皂化法。

**3.2 鉴定** 分别将3.1所得到的被测试样、阴性试样、阳性试样的脂类提取物各1滴,食用油直接取1滴点于滤纸上,在紫外灯下365 nm波长观察其发光情况。

### 3.3 结果判定

**阴性对照试样** 无荧光。

**阳性对照试样** 呈现天蓝色荧光。

**被测试样** 若试样点无荧光,则可认为试样中不含矿物油;若试样点有天蓝色荧光,则可认为试样中含有矿物油。

### 4 结果与讨论

**脂类物质的提取** 由于试样中脂类物质的含量一般比较少,特别是大米和苏打类饼干,因此提取时应尽可能多取试样,并且饼干类试样由于其脂类物质的分布不均匀,取样前应尽最大可能将试样混匀。

为了快速挥去提取后的石油醚,宜采用 30 ~ 60 沸程的石油醚。

皂化法的最低检出浓度为 0.5% (以脂肪计)。在实际使用时,必须作阴性对照和阳性对照。严格控制碱的浓度和皂化时间,皂化时为了溶液温度均衡,可以适时摇动三角瓶。皂化完毕后,趁热加入沸腾的蒸馏水后,应尽快观察结果。特别是饼干试样,含有动物油脂,温度降低后易发生凝固现象。我们采用该法对北京市场上销售的饼干、大米和食用油进行了监测,结果见另文。

荧光法的适用范围有限,因为液体石蜡类矿物油无荧光。但其灵敏度较皂化法高。制备阳性试样所加矿物油应为有荧光的机油类,而不能用液体石

蜡类矿物油。

为保证检测结果的准确可靠,对同一试样应采用两种方法进行比对实验。

#### 参考文献:

- [1] 王叔淳主编. 食品卫生检验技术手册[M]. 北京:化学工业出版社,1994.
- [2] 王肇慈编著. 粮油食品卫生检测[M]. 北京:中国食品出版社,1989.
- [3] GB/T 5009 - 1996. 食品卫生检验方法(理化部分)[S].
- [4] 唐文理,等编著. 常见食品中有害物质和掺假的快速检验[M]. 哈尔滨:黑龙江科学技术出版社,1991.

中图分类号:R15;TE626 文献标识码:B 文章编号:1004 - 8456(2001)02 - 0022 - 02

## 西瓜子中矿物油定性测定及结果分析

沈向红 吴平谷 俞莎 于村 陆德胜 刘翠英  
(浙江省疾病预防控制中心,浙江 杭州 310009)

矿物油系石油提炼过程中的烃类混合物,具有润滑、抛光、消泡、抑菌等作用,它不被肠道吸收。1998年浙江省曾发生因食用含有矿物油的饼干引起的数百人食物中毒事件。<sup>[1]</sup>2000年12月,我们首次从金华市卫生防疫站查封的西瓜子中检出矿物油,为了解瓜子中使用矿物油的情况,我中心对杭州等地采集的瓜子及送检的瓜子提取物进行了矿物油检测,并对 GB/T 5009.37 - 1996 中 4.10.2<sup>[2]</sup>方法作了部分改动,降低了假阳性,同时进行气质联用仪的测定,提高了准确率。

### 1 材料与方 法

#### 1.1 材 料

试样 市售瓜子 45 份;瓜子抛光膏、食品包装石蜡、瓜子抛光伴侣各 1 份,甘油 2 份,均由各级卫生监督部门采集。

试剂 石油醚(30 ~ 60 沸程)、95%乙醇、氢氧化钾、正己烷、液体石蜡均为分析纯。

1.2 仪器 惠普 HP6890GC/5973MS 气质联用仪、HP-5MS 交联弹性毛细管石英柱 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm。

#### 1.3 方 法

化学法定性 取试样 1 000 g 左右用石油醚浸提油脂,水浴挥干石油醚后,吸取 1 mL 试样于 50 mL 比色管中,加 3:2 氢氧化钾 2 mL,加 15 ~ 20 mL 95%乙醇,上加小漏斗,水浴回流 5 ~ 7 min,立即加入热水,观察判断。(A)加入热水后发生浑浊且表面有油花判为阳性。(B)加入热水后发生浑浊,但未见油花,将试管剧烈振摇观察泡沫消失速度;1)若消失很快,再将其加热数分钟看有无油花,若为阳性,若无则判为可疑,用质谱进一步定性。2)若泡沫消失缓慢且无油花,可判为阴性。(C)透明清亮者判为阴性。

#### 气质分析定性

色谱条件 载气 He,流速 0.9 mL/min,柱温 100 (保持 3 min),10 /min 升温到 280 (保持 10 min),进样口温度:290,分流进样,进样量 1.0 μL,分流比 50:1。

质谱条件 离子流温度 230, EI 电子能量 70 eV,扫描方式 5 can,质量范围 50 ~ 600 cmu。

方法 吸取油样 0.1 μL,加正己烷溶解,取 1.0 mL 进样分析。判定:按照总离子图,以棒图图库检索,似碳氢化合物(直链烷烃、支链烷烃、环状烷烃)形式存在为阳性,同时以白油作阳性对照。