

7种食用植物油中棉籽油掺假鉴别技术研究

赵丽萍, 高鑫

(新疆维吾尔自治区产品质量监督检验研究院, 乌鲁木齐 830011)

摘要:为选择更适宜的食用植物油中棉籽油掺假鉴别方法,分别采用3种方法(基于理化性质分析的哈尔芬试验、基于脂肪酸成分分析、基于特异性标志物苜蓿酸测定)对新疆7种食用植物油中棉籽油掺假进行鉴别。结果表明:哈尔芬试验判断食用植物油中是否掺假棉籽油时,可能会存在假阴性情况,该试验仅能对棉籽油作简单的定性判定,不能通过显色的深浅判断棉籽油的掺假比例;基于脂肪酸成分分析法掺假鉴别,不同食用植物油存在区别,其中葵花籽油、菜籽油、红花籽油可通过棕榈酸含量变化,亚麻籽油可通过亚油酸含量变化,判定棉籽油掺假量在10%及以上油样,而大豆油、花生油通过特征脂肪酸含量变化判定棉籽油掺假量在20%以内的情况未能取得良好效果;基于特异性标志物苜蓿酸的气相色谱-质谱联用(GC-MS)法测定的掺假方法准确可靠,可有效鉴别出食用植物油中掺假量在2%及以上的棉籽油。综上,相较于其他2种方法,基于特异性标志物苜蓿酸的GC-MS法测定具有一定优势,更适宜食用植物油中棉籽油的掺假鉴别。

关键词:植物油;棉籽油;掺假鉴别;特征脂肪酸;苜蓿酸

中图分类号:TS227;TS225.1 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2025)06-0050-05

Identification technology of adulteration of seven kinds of edible vegetable oils with cottonseed oil

ZHAO Liping, GAO Xin

(Xinjiang Product Quality Supervision and Inspection Research Institute, Urumqi 830011, China)

Abstract: To select a more suitable method for identifying adulterated cottonseed oil in edible vegetable oils, three methods (Halphen test based on physicochemical property analysis, fatty acid composition analysis, and specific marker sterculic acid determination) were used to identify adulterated cottonseed oil in seven kinds of edible vegetable oils from Xinjiang. The results showed that the Halphen test might have false negatives when determining whether edible vegetable oils were adulterated with cottonseed oil, and the test could only provide a simple qualitative judgment of cottonseed oil and could not determine the adulteration proportion of cottonseed oil through color intensity. For fatty acid composition analysis, different edible vegetable oils exhibited differences. Sunflower seed oil, rapeseed oil, and safflower seed oil could be identified by measuring changes in palmitic acid content in the oil sample, while flaxseed oil could be identified by measuring changes in linoleic acid content when the adulteration level of cottonseed oil was 10% or more in the oil sample. However, soybean oil and peanut oil did not achieve good results when determining adulteration levels within 20% through fatty acid content changes. The GC-MS method based on specific marker sterculic acid was accurate and reliable, and could effectively identify

cottonseed oil with adulteration levels of 2% or more in edible vegetable oils. In summary, compared to the other two methods, the GC-MS method based on specific marker sterculic acid has certain advantages and is more suitable for identifying adulterated cottonseed oil in edible vegetable oils.

收稿日期:2024-04-23;修回日期:2025-03-11

基金项目:新疆维吾尔自治区市场监督管理局科技计划项目(S2023151011)

作者简介:赵丽萍(1989),女,高级工程师,硕士,主要从事食品安全与检测方面的研究工作(E-mail)1498594875@qq.com。

通信作者:高鑫,工程师(E-mail)837151045@qq.com。

Key words: edible vegetable oil; cottonseed oil; adulteration identification; characteristic fatty acid; sterculic acid

食用植物油是日常膳食的重要组成部分,能够为人体提供热量和必需脂肪酸,同时还可以改善食物的风味和口感。作为棉花产业链的重要组成部分,棉籽油在我国食用油供应体系中承担着资源循环利用与市场调节的双重职能。中国粮油学会 2023 年数据显示,我国棉籽油年产量约 200 万 t,其生产成本较大豆油低 18.7%,对平抑食用油价格波动、保障中低收入群体消费需求具有现实意义。但个别不法经营者将工业用粗制棉籽油或棉籽原油掺入食用植物油中,严重损害消费者合法权益,威胁其生命健康^[1-3]。

食用植物油掺伪检测技术根据其分析原理主要可分为理化性质分析、特征成分分析及特异性标志物检测三类。理化性质分析法依据油脂物理化学性质的改变进行鉴别,如 GB/T 5539—2008《粮油检验 油脂定性试验》通过测定油脂折光指数、皂化值等参数实现棉籽油、矿物油等掺假鉴别^[4],但该方法对脂肪酸组成相近的棉籽油灵敏度不足^[5]。特征成分分析法则聚焦脂肪酸组成变化,通过气相色谱(GC)等色谱技术分析掺假引起的油酸、亚油酸等脂肪酸比例偏移^[6-7],然而棉籽油与常见植物油脂肪酸谱存在显著重叠,制约了该方法在低掺假量下的鉴别效能。基于特异性标志物的精准检测为破解该难题提供了新思路。棉籽油特有的环丙烯类脂肪酸——苜蓿酸(Sterculic acid)被证实可作为其特异性标志物^[8]。现有研究多采用 GC 法检测苜蓿酸,通过衍生化处理结合氢火焰离子化检测器(FID)实现定性定量分析,但常规 GC 技术面临三大挑战:①苜蓿酸热稳定性差,高温进样易导致其分解;②复杂基质中痕量成分(<0.1%)的检测灵敏度不足;③前处理过程需经甲酯化、固相萃取等多个步骤,操作烦琐且回收率波动较大。贾怡文等^[8]通过 GC 法测定了棉籽油中苜蓿酸含量,发现其含量较低,仅为 0.370%,由此可知,如果将棉籽油掺入其他植物油中,苜蓿酸含量将会更低,采用传统的 GC 法通过测定苜蓿酸含量鉴别棉籽油掺假情况难度较大。在此背景下,气相色谱-质谱联用技术(GC-MS)展现出独特优势。该方法通过电子轰击离子源(EI)产生的特征碎片离子进行定性和定量分析^[9-13],可实现对苜蓿酸的结构确证,有效区分同分异构体,避免其干扰,这为建立高灵敏、高特异的棉籽油掺假检测体系提供了关键技术支撑,而相关方法的研究却鲜见报道。

本文以新疆产葵花籽油、菜籽油、大豆油、亚麻籽油、红花籽油、芝麻油、花生油等 7 种食用植物油为原料油,分别向其中掺入一定量棉籽油,采用基于理化性质分析法(哈尔芬试验)、基于特征成分分析(脂肪酸成分分析)法及基于特异性标志物苜蓿酸测定进行掺假鉴别,考察 3 种方法的鉴别准确性,以期为更适宜食用植物油中棉籽油掺假鉴别方法的选择提供参考。

1 材料与方 法

1.1 试验材料

1.1.1 原料与试剂

棉籽油、葵花籽油、菜籽油、大豆油、亚麻籽油、红花籽油、芝麻油、花生油,各 5 份,均为压榨一级油,产地新疆。各植物油分析前均保存在棕色玻璃瓶中,避光常温放置。

苜蓿酸甲酯标准品(纯度 $\geq 98.0\%$),美国 Matreya 脂质与生物化学科技有限公司;37 种脂肪酸甲酯混合标准品(纯度 $\geq 99.0\%$),美国 Sigma 公司;氢氧化钾(分析纯),天津致远公司;正己烷、异辛烷、甲醇(色谱纯),赛默飞世尔科技公司;硫酸氢钠(分析纯),广东艾科公司。

1.1.2 仪器与设备

GC-2030 气相色谱仪、GCMS-QP2020 气相色谱质谱仪,日本岛津公司。

1.2 试验方法

1.2.1 基于理化性质分析法的棉籽油掺假鉴别

向植物油中分别掺入 0%、20%、30%、40% 的棉籽油,根据 GB/T 5539—2008《粮油检验 油脂定性试验》通过哈尔芬试验显色进行棉籽油的定性检测。有深红色或桔红色出现,表示存在棉籽油;颜色越深,表明棉籽油添加量越多。

1.2.2 基于脂肪酸成分分析法的棉籽油掺假鉴别

样品前处理:向植物油中分别掺入 0%、2%、5%、10%、15%、20% 的棉籽油,充分混匀后,称取 60.0 mg(精确到 0.1 mg)油样至具塞试管中,加入 4 mL 异辛烷溶解油样,再加入 200 μL 氢氧化钾甲醇溶液,盖上玻璃塞猛烈振摇 30 s 后静置至澄清。加入约 1 g 硫酸氢钠,猛烈振摇 1 min,中和氢氧化钾。静置分层,将上层溶液过有机滤膜后移至上机瓶中,待 GC 检测。

GC 条件:SP2560 气相色谱柱(100 m \times 0.25 mm \times

0.2 μm);进样口温度 240 $^{\circ}\text{C}$;进样量 1 μL ;流速 1 mL/min;载气为氮气;FID 温度 250 $^{\circ}\text{C}$;柱升温程序为初始温度 140 $^{\circ}\text{C}$,保持 5 min,以 4 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 240 $^{\circ}\text{C}$,保持 30 min;分流进样,分流比 50:1。

以脂肪酸甲酯标准品保留时间进行定性,采用峰面积归一化法进行定量。

1.2.3 基于特异性标志物苈婆酸测定的棉籽油掺假鉴别

标准曲线的绘制:精密称取 25.0 mg 苈婆酸甲酯标准品于 10 mL 容量瓶中,用正己烷溶解并定容,摇匀备用,得标准储备液。分别吸取 2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 mL 标准储备液于 10 mL 容量瓶中,正己烷定容,得到质量浓度分别为 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mg/mL 的标准溶液。取标准溶液,进气相色谱质谱仪分析,得到不同苈婆酸甲酯质量浓度下的峰面积,绘制峰面积与苈婆酸甲酯质量浓度的关系曲线。

GC 条件:DB-5ms UI 色谱柱(30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm),进样口温度 260 $^{\circ}\text{C}$;柱升温程序为初始温度 60 $^{\circ}\text{C}$,保持 5 min,以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 220 $^{\circ}\text{C}$,保持 10 min,以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 300 $^{\circ}\text{C}$,保持 10 min;氦气(He)流速 1.0 mL/min;分流进样,分流比 20:1;进样量 1 μL 。MS 条件:电离方式采用电子轰击离子源(EI),电离能量 70 eV,传输线温度 230 $^{\circ}\text{C}$,离子源温度 200 $^{\circ}\text{C}$,采集方式为选择离子监测(SIM)。苈婆酸甲酯定量离子为(m/z)109,定性离子为(m/z)135、163、277。

样品测定:取一定量植物油参照 1.2.2 方法进行前处理后,进气相色谱质谱仪测定,利用标准曲线方程计算样品中苈婆酸含量。

2 结果与分析

2.1 基于理化性质分析法的棉籽油掺假鉴别

表 1 为 5 份纯棉籽油(编号 1~5 号)的哈尔芬试验显色结果。

表 1 5 份纯棉籽油哈尔芬试验显色结果

Table 1 Color development results of Halfen test for 5 cottonseed oils

棉籽油	显色结果
1 号	未显现特有的桔红色
2 号	桔红色(浅)
3 号	未显现特有的桔红色
4 号	桔红色(深)
5 号	深红色

由表 1 可知,5 份纯棉籽油哈尔芬试验颜色有明显的区别,其中 1、3 号棉籽油基本没有出现特有的桔红色,其原因可能是棉籽油提取精炼过程中,受

精炼工艺干扰,苈婆酸中的环丙烯结构被破坏,导致显色反应消失,还可能是试验被基质所干扰,棉籽油中其他成分(如氧化产物、色素)掩盖了显色反应。因此,可以推断:通过哈尔芬试验判断植物油中是否掺假棉籽油,可能会存在假阴性情况。

以 5 号棉籽油为掺假油,按 1.2.1 方法进行植物油掺假不同比例棉籽油的鉴别。植物油掺假不同比例棉籽油的哈尔芬试验显色结果见表 2。

表 2 植物油掺假不同比例棉籽油的哈尔芬试验显色结果

Table 2 Color development results of Halfen test for vegetable oil adulterated with different proportions of cottonseed oil

植物油	显色结果			
	0%	20%	30%	40%
葵花籽油	未显色	桔红色(浅)	桔红色(浅)	桔红色(浅)
菜籽油	未显色	桔红色(浅)	桔红色(浅)	桔红色(浅)
大豆油	未显色	桔红色(浅)	桔红色(深)	深红色
亚麻籽油	未显色	桔红色(浅)	桔红色(浅)	桔红色(浅)
红花籽油	未显色	桔红色(深)	桔红色(深)	桔红色(深)
芝麻油	未显色	桔红色(深)	桔红色(深)	桔红色(深)
花生油	未显色	桔红色(浅)	桔红色(浅)	桔红色(浅)

由表 2 可知,纯植物油样品哈尔芬试验均未发生显色反应,除大豆油外,掺假 20%~40% 棉籽油的油样哈尔芬试验结果均为桔红色,但葵花籽油、菜籽油、亚麻籽油、花生油掺假不同比例棉籽油时,其显色结果均为浅桔红色,无较大的差异性,而红花籽油和芝麻油掺假不同比例棉籽油时,其显色结果均为深桔红色,也无较大的差异性。因此,理化性质分析法仅能对是否掺假棉籽油作简单的定性判定,不能判断棉籽油的掺假比例,在植物油精炼工艺有所改进或掺假量较低的情况下,对显色稳定性影响较大。

2.2 基于脂肪酸成分分析法的棉籽油掺假鉴别

掺假不同比例棉籽油的 7 种植物油部分脂肪酸含量如表 3 所示。

表 3 掺假不同比例棉籽油的 7 种植物油部分脂肪酸含量

Table 3 Contents of some fatty acids of 7 vegetable oils adulterated with different proportions of cottonseed oil

植物油	掺假比例	%					顺-11-二十碳一烯酸
		棕榈酸	硬脂酸	油酸	亚油酸	花生酸	
棉籽油		22.3	2.0	15.9	58.4	0.3	-
	0	6.3	3.3	26.8	62.2	0.3	0.1
	2	6.7	3.3	26.6	62.2	0.2	0.1
葵花	5	7.1	3.2	26.3	62.1	0.2	0.1
籽油	10	7.9	3.2	25.8	61.9	0.2	0.1
	15	8.7	3.1	25.3	61.8	0.2	0.1
	20	9.5	3.0	24.8	61.5	0.2	0.1

续表 3

植物油	掺假比例	棕榈酸	硬脂酸	油酸	亚油酸	花生酸	顺-11-二十 碳-烯酸	%
菜籽油	0	4.3	1.8	55.3	19.6	0.5	3.3	
	2	4.7	1.8	54.6	20.5	0.5	3.2	
	5	5.2	1.8	53.5	21.7	0.5	2.9	
	10	6.2	1.8	51.5	23.8	0.5	2.7	
	15	7.1	1.8	49.5	25.7	0.5	2.6	
	20	8.1	1.8	47.5	27.6	0.5	2.5	
大豆油	0	10.9	4.5	25.2	52.8	0.4	-	
	2	11.2	4.4	24.9	53.1	0.4	-	
	5	11.6	4.3	24.6	53.2	0.3	-	
	10	12.1	4.2	24.3	53.5	0.3	-	
	15	12.7	4.1	23.8	53.8	0.3	-	
	20	13.2	3.9	23.3	54.2	0.3	-	
亚麻籽油	0	5.6	4.6	21.7	16.2	-	-	
	2	6.0	4.5	21.5	17.1	-	-	
	5	6.5	4.5	21.4	18.4	-	-	
	10	7.5	4.3	21.1	20.8	-	-	
	15	8.2	4.2	20.9	22.6	-	-	
	20	8.9	4.1	20.6	24.7	-	-	
红花籽油	0	6.5	2.7	11.7	78.6	0.4	0.1	
	2	6.9	2.7	11.9	78.1	0.3	0.1	
	5	7.3	2.6	12.0	77.6	0.3	0.1	
	10	8.1	2.6	12.2	76.7	0.3	0.1	
	15	8.9	2.6	12.4	75.7	0.3	0.1	
	20	9.8	2.6	12.6	74.6	0.3	0.1	
芝麻油	0	10.1	5.0	38.4	46.0	0.2	0.5	
	2	10.4	4.9	37.8	46.0	0.4	0.5	
	5	10.8	4.8	37.0	46.5	0.4	0.5	
	10	11.5	4.6	35.8	47.3	0.4	0.5	
	15	11.9	4.5	35.0	47.8	0.4	0.4	
	20	12.6	4.3	33.9	48.6	0.3	0.4	
花生油	0	10.7	3.7	43.2	35.7	1.5	0.9	
	2	11.1	3.7	42.4	36.3	1.5	0.9	
	5	11.4	3.7	41.6	36.9	1.4	0.9	
	10	11.9	3.5	40.6	37.8	1.4	0.8	
	15	12.6	3.5	39.1	39.1	1.3	0.8	
	20	13.1	3.4	38.0	40.1	1.3	0.7	

注: - 表示未检出;表中部分植物油特征脂肪酸在加入棉籽油后偏移不明显,故未列入

Note: -. Not detected; Some characteristic fatty acids of vegetable oils in the table do not shift significantly after adding cottonseed oil, so they are not included

由表3可知,当掺入不同比例棉籽油时,7种植物油中棕榈酸(变动范围0.3~3.8百分点)、亚油酸(变动范围0~8.5百分点)含量变化明显。当掺入10%及以上棉籽油时,葵花籽油、菜籽油、红花籽油中的棕榈酸含量均超过产品国家标准中的标示范

围(葵花籽油5.0%~7.6%,普通菜籽油1.5%~6.0%,红花籽油5.3%~8.0%),亚麻籽油中的亚油酸含量超过产品国家标准中的标示范围(10.0%~20.0%);大豆油、花生油中即便掺假20%棉籽油,其脂肪酸含量仍符合产品国家标准(GB/T 1535—2017、GB/T 1534—2017)中脂肪酸标示范围;在棉籽油掺假量20%时,芝麻油中棕榈酸和亚油酸含量虽有超标(7.9%~12.0%,36.9%~47.9%),但总体变化不大。综上,针对葵花籽油、菜籽油、红花籽油通过测得油样中棕榈酸含量变化,亚麻籽油通过测得油样中亚油酸含量变化,可判定棉籽油掺假量在10%及以上油样,而大豆油、花生油通过测定特征脂肪酸含量变化判定掺假量在20%以内的情况未能取得良好效果。

2.3 基于特异性标志物苹婆酸测定的棉籽油掺假鉴别

2.3.1 方法学验证和准确性考察

按1.2.3方法绘制峰面积(Y)与苹婆酸甲酯质量浓度(X)的关系曲线,结果表明,其在0.5~2.5 mg/mL质量浓度范围内线性关系良好,拟合的线性方程为 $Y = 7\ 344\ 131X + 1\ 954.739$ ($R = 0.999\ 7$),按信噪比(S/N)为3和10分别计算检出限和定量限,得到检出限为3.56 mg/kg,定量限为11.87 mg/kg。为考察结果准确性,取菜籽油作为阴性样品,按15、75、150 mg/kg加标水平加入苹婆酸甲酯标准溶液,按1.2.3方法进行样品测定,计算加标回收率,得到在15、75、150 mg/kg 3个加标水平下的平均回收率为80.5%~104.6%,相对标准偏差(RSD)不大于10%。综上,GC-MS测定棉籽油中苹婆酸含量的检测方法重复性良好,结果准确可靠,可用于苹婆酸的定量检测。

2.3.2 样品测定

按1.2.3方法对40份食用植物油样本(棉籽油、葵花籽油、菜籽油、大豆油、亚麻籽油、红花籽油、芝麻油、花生油各5份)中的苹婆酸含量进行测定,发现5份棉籽油中苹婆酸含量在6.28~11.74 mg/g之间,平均值为8.74 mg/g,其他植物油中均未检出苹婆酸。选取特异性标志物含量最低的棉籽油样品,按照2%、5%、10%、15%、20%的比例分别掺假到葵花籽油、菜籽油、大豆油、亚麻籽油、红花籽油、芝麻油、花生油中,按1.2.3方法对不同掺假比例的样品中苹婆酸含量进行测定,结果显示,掺假油中苹婆酸含量在0.16~1.21 mg/g之间,不同掺假比例的植物油均检测到特异性标志物苹婆酸,表明该方法可有效鉴别食用植物油中掺假量在2%及以上

的棉籽油。后续可对棉籽油掺假量小于2%的植物油作深度研究,以期进一步明确掺假量较小时该方法的适用性。

3 结论

采用3种方法对食用植物油中棉籽油的掺假进行了鉴别,结果发现:①基于理化性质分析法的哈尔芬试验判断食用植物油中是否掺假棉籽油,可能会存在假阴性情况,同时,该试验仅能对棉籽油作简单的定性判定,不能通过显色的深浅判断棉籽油的掺假比例,在植物油精炼工艺有所改进或掺假量较低的情况下,对显色稳定性影响较大。②基于脂肪酸成分分析法进行食用植物油中棉籽油掺假鉴别,不同食用植物油存在区别,其中葵花籽油、菜籽油、红花籽油可通过油样中棕榈酸含量变化,亚麻籽油可通过油样中亚油酸含量变化,判定棉籽油掺假量在10%及以上油样,而大豆油、花生油通过特征脂肪酸含量变化判定棉籽油掺假量在20%以内的情况未能取得良好效果。③基于特异性标志物苜蓿酸的GC-MS法进行食用植物油中棉籽油掺假鉴别,方法的准确性高,可有效鉴别出食用植物油中掺假2%及以上的棉籽油。综上,相较于其他2种方法,基于特异性标志物苜蓿酸的GC-MS法进行食用植物油中棉籽油掺假鉴别具有一定优势。

参考文献:

- [1] KUMAR M, ZHANG B, POTKULE J, et al. Cottonseed oil: Extraction, characterization, health benefits, safety profile, and application[J]. *Food Anal Meth*, 2023, 16(2): 266-280.
- [2] 张蜀艳. 劣质食用油鉴别体系及研究综述[J]. *食品与发酵科技*, 2012, 48(4): 12-14, 19.
- [3] 徐云, 周玉婷, 熊婷, 等. 常见植物油以及调和油研究进展[J]. *粮油与饲料科技*, 2021(5): 8-12.
- [4] 常明, 金青哲, 王兴国, 等. 国家标准《棉籽油》的主要技术内容与编制说明[J]. *中国油脂*, 2020, 45(7): 10-13.
- [5] 陈喆, 云永欢, 马飞, 等. 基于特征脂肪酸的食用油中棉籽油掺假鉴别技术[J]. *食品安全质量检测学报*, 2023, 14(9): 122-127.
- [6] 彭丹, 李晓晓, 毕艳兰. 最小二乘支持向量机和脂肪酸融合信息应用于花生油掺伪玉米油检测[J]. *食品科学*, 2017, 38(16): 234-238.
- [7] MONFREDA M, GOBBI L, GRIPPA A. Blends of olive oil and sunflower oil: Characterisation and olive oil quantification using fatty acid composition and chemometric tools[J]. *Food Chem*, 2012, 134(4): 2283-2290.
- [8] 贾怡文, 陈小威, 孙尚德, 等. 气相色谱技术测定棉籽及其饼(粕)中环丙烯脂肪酸含量[J]. *中国油脂*, 2022, 47(8): 121-127.
- [9] LAW W S, CHEN H W, BALABIN R, et al. Rapid fingerprinting and classification of extra virgin olive oil by microjet sampling and extractive electrospray ionization mass spectrometry[J]. *Analyst*, 2010, 135(4): 773-778.
- [10] 蒋万枫, 杨钊, 张凤艳, 等. 应用化学计量学和顶空-气相色谱质谱联用技术对7种植物油进行类别分析[J]. *分析试验室*, 2017, 36(6): 732-737.
- [11] 彭思敏, 吴卫国. 基于回归方程式定量定性分析茶籽油掺伪的研究[J]. *中国粮油学报*, 2019, 34(7): 125-131.
- [12] 沈伟健, 王红, 陆慧媛, 等. 气相色谱-质谱法测定植物油中8种维生素E及其在芝麻油真伪鉴别方面的应用[J]. *色谱*, 2020, 38(5): 595-599.
- [13] SHI T, WU G, JIN Q, et al. Detection of camellia oil adulteration using chemometrics based on fatty acids GC fingerprints and phytosterols GC-MS fingerprints [J/OL]. *Food Chem*, 2021, 352: 129422 [2024-04-23]. 10.1016/j.foodchem.2021.129422.