

超高效液相色谱串联质谱法检测奶粉中 苯甲酸的含量

丁洋, 姜勇*, 纪贇, 丁岚, 王锡青

(圣元营养食品有限公司, 青岛 266400)

摘要: **目的** 建立一种超高效液相色谱-串联质谱(ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS)检测奶粉中苯甲酸(benzoic acid)含量的分析方法。**方法** 样品经水提取后, 选用 Waters Acquity UPLC BEH C₁₈ 色谱柱(2.1 mm×50 mm, 1.7 μm), 以甲醇和 0.1% 氨水作为流动相进行梯度洗脱, 电喷雾离子化(electrospray ionization, ESI-)及多反应监测模式(multi-reaction monitoring, MRM)进行测定, 外标法定量。**结果** 苯甲酸在 0.04~2.00 μg/mL 浓度范围内, 线性关系良好($r^2=0.9996$), 样品加标回收率为 94.92%~109.31%, 定量限为 0.06 μg/g, 结果的相对标准偏差为 1.69%~6.90%。**结论** 该方法前处理简单, 稳定性和可靠性好, 具有良好的定性和定量分析能力, 适用于奶粉中苯甲酸含量的检测。

关键词: 苯甲酸; 超高效液相色谱串联质谱法; 奶粉

Determination of benzoic acid in milk powder by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

DING Yang, JIANG Yong*, JI Yun, DING Lan, WANG Xi-Qing

(Synutra Nutrition Food Co., LTD, Qingdao 266400, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of benzoic acid in milk powder by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS). **Methods** After the sample was extracted by water, it was separated with a Waters Acquity UPLC BEH C₁₈ column (2.1 mm×50 mm, 1.7 μm) by gradient elution using methanol and 0.1% ammonia as mobile phase, performed by electrospray ionization (ESI-) and multi-reaction monitoring (MRM), and quantified by external standard method. **Results** Benzoic acid had a good linear relationship in the concentration range of 0.04–2.00 μg/mL ($r^2=0.9996$). The recoveries of the spiked samples were 94.92%–109.31%, the limit of quantification was 0.06 μg/g, and the relative standard deviations of the results were 1.69%–6.90%. **Conclusion** This method has simple pretreatment, good stability and reliability, good qualitative and quantitative analysis ability, and is suitable for detecting benzoic acid content in milk powder.

KEY WORDS: benzoic acid; ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; milk powder

*通讯作者: 姜勇, 高级工程师, 主要研究方向为乳品检测。E-mail: jiangyong@shengyuan.com.cn

*Corresponding author: JIANG Yong, Senior Engineer, Synutra nutrition food Co., LTD, No.888, Shengyuan Road, Huangdao District, Qingdao 266400, China. E-mail: jiangyong@shengyuan.com.cn

1 引言

苯甲酸是一种常用的防腐剂,通过干扰细菌和霉菌等微生物细胞的通透性,阻碍细胞膜对氨基酸的吸收,抑制细胞内呼吸酶系的活性,阻止乙酰辅酶 A 缩合反应,起到防腐的作用^[1,2]。虽然苯甲酸是一种比较安全的防腐剂,可以通过肾脏排出体外,但是长期食用,依然会对人体产生毒害作用^[3],联合国粮农组织(Food and Agriculture Organization of the United Nations, FAO)和世界卫生组织(WHO)评价苯甲酸的每日允许摄入量(acceptable daily intake, ADI)值为 0~5 mg/kg 体重^[4]。GB 2760-2014《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》^[5]规定奶粉中禁止添加苯甲酸,但是乳制品中苯甲酸是天然存在的,其来源有很多,它可以由马尿酸在乳酸菌等作用下转化而来^[6],也可由苯酚的厌氧代谢产生^[7],同时饲料中的苯甲酸也可以迁移到牛乳中^[8],此外,一些不法商贩可能在奶粉或者易腐营养添加剂中添加苯甲酸起到延长货架期的作用。因此,检测奶粉中苯甲酸的含量是非常必要的。

目前常用的检测苯甲酸的方法有液相色谱法^[9,10]、气相色谱法^[11]、光谱法^[12,13]、毛细管电泳法^[14,15]及离子色谱法^[16]等,GB 5009.28-2016《食品安全国家标准 食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定》^[17]采用的是液相色谱法和气相色谱法。色谱法在定量方面具有快速、准确等优点,但是其定性能力较差,且奶粉尤其配方奶粉富含蛋白质、脂肪、碳水化合物、维生素、矿物质等各种营养成分,基质复杂,色谱法检测苯甲酸极易出现假阳性的结果^[18];而液相色谱串联质谱法具有灵敏度高、定性能力强等优点,可以有效避免假阳性结果的出现。但超高效液相色谱串联质谱法(ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS)检测奶粉中苯甲酸含量研究相对较少。因此本实验研究了超高效液相色谱串联质谱法检测奶粉中苯甲酸含量的分析方法,同时通过对其线性、检出限、定量限和准确度等进行方法学确认,拟为奶粉样品中苯甲酸的相关检测提供依据。

2 材料与方法

2.1 试剂、仪器与样品

苯甲酸标准品(纯度 $\geq 99.5\%$,美国 Sigma 公司);乙腈、甲醇(色谱纯,美国 Thermo Fisher 公司);乙酸铵(色谱纯,美国 Tedia 公司);氨水(色谱纯)、亚铁氰化钾(分析纯)、乙酸锌(分析纯)(天津市科密欧化学试剂有限公司);水为符合 GB/T 6682《食品安全国家标准 分析实验室用水规格和试验方法》^[19]规定的一级水。

ACQUITY 超高效液相色谱仪(配二极管阵列检测器)、Xevo TQ-S 三重四级杆质谱仪(配电喷雾离子源)(美国 Waters 公司);KQ-700DE 超声波清洗器(昆山市超声仪器有

限公司);3K15 高速冷冻离心机(美国 Sigma 公司);Classic UV MK2 超纯水仪(英国 Elga labwater 公司);BSA224S 型分析天平(德国赛多利斯公司)。

实验用婴幼儿配方奶粉、成人配方奶粉和全脂奶粉均购于青岛市某超市;高油乳清粉、全脂粉、脱脂粉、复合营养素均由相应的原料供应商提供。

2.2 样品的预处理

准确称取 2 g(精确到 0.001 g)待测样品(包括全脂粉、脱脂粉、配方奶粉等)于 50 mL 具塞离心管中,加入 25 mL 超纯水,涡旋混匀,超声 20 min 后加入 2 mL 亚铁氰化钾溶液和 2 mL 乙酸锌溶液,混匀,于 6000 r/min 离心 5 min,将水相转移至 50 mL 容量瓶中,再用 20 mL 超纯水重复提取 1 次,离心后将水相转移到同一容量瓶,用超纯水定容至刻度,混匀后取清液用 0.22 μm 水系滤膜过滤,待超高效液相色谱串联质谱测定。

2.3 色谱条件

色谱柱为 Waters Acquity UPLC BEH C₁₈ 柱(2.1 mm \times 50 mm, 1.7 μm);流动相: A: 0.1 %氨水, B: 甲醇;梯度洗脱, 95% A(0~0.5 min)—50% A(1.2 min)—50% A(2 min)—95% A(2~3 min);流速: 0.3 mL/min, 进样体积: 10 μL ;柱温: 30 $^{\circ}\text{C}$ 。

2.4 质谱条件

离子源:电喷雾离子源 ESI;扫描方式:负离子扫描;毛细管电压: 2.5 kV;离子源温度: 150 $^{\circ}\text{C}$;脱溶剂气温度: 350 $^{\circ}\text{C}$;脱溶剂气流量: 800 L/h;碰撞室压力: 0.31 Pa;检测方式:多反应监测(multiple-reaction monitoring, MRM);其他参数见表 1。

3 结果与分析

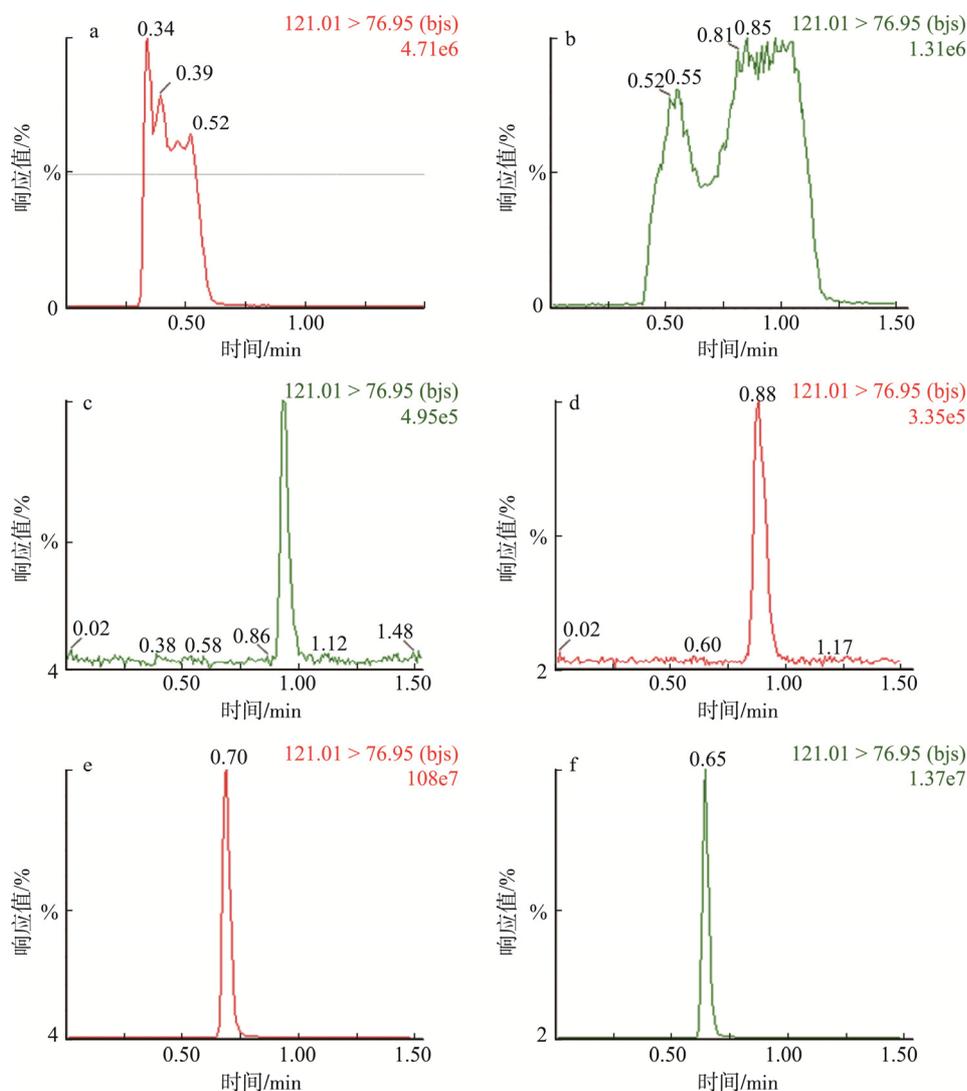
3.1 流动相选择与色谱条件优化

本实验选用 Waters Acquity UPLC BEH C₁₈ 色谱柱进行分离,并优化了色谱条件,使奶粉中苯甲酸和干扰物得到了较好的分离。首先,分别选择乙腈-水、甲醇-水、乙腈-10 mmol/L 乙酸铵、甲醇-10 mmol/L 乙酸铵、乙腈-0.1%氨水、甲醇-0.1%氨水 6 种体系为流动相(有机相与水相的体积比均为 5:95),不同流动相比对苯甲酸出峰影响的 UPLC-MS/MS 谱图见图 1,如图 1 所示,前 2 种流动相不能将苯甲酸分离,后 4 种流动相对苯甲酸分离效果较好,但 0.1%氨水体系较 10 mmol/L 乙酸铵体系响应值明显偏高,且有机相选用乙腈或甲醇有较大差异,同时因甲醇毒性较小,成本较低,因此选用甲醇-0.1%氨水继续进行优化。通过改变有机相和水相的比例,选用梯度洗脱的方式,有机相比例从 5%逐渐增加到 50%,苯甲酸响应达到了最优的水平,保留时间为 0.87 min,并且奶粉基质中目标峰位置无明显的杂质干扰,优化后的奶粉基质中苯甲酸的色谱图如图 2 所示。

表 1 苯甲酸的保留时间及质谱分析参数
Table 1 Retention time and mass spectrometric parameters for benzoic acid

保留时间/min	母离子(m/z)	子离子(m/z)	锥孔电压/V	碰撞能/eV
0.87	121.01	121.01>76.95*, 121.01>121.01	32, 32	12, 5

注: *为定量离子。



注: 图中流动相配比分别为: a: 乙腈-水, b: 甲醇-水, c: 乙腈-10 mmol/L 乙酸铵, d: 甲醇-10 mmol/L 乙酸铵, e: 乙腈-0.1%氨水, f: 甲醇-0.1%氨水。

图 1 不同流动相对比苯甲酸出峰影响的 UPLC-MS/MS 谱图

Fig.1 UPLC-MS/MS spectrogram of the influence of different mobile phase ratios on the peak of benzoic acid

3.2 质谱条件的优化与苯甲酸定量离子的选择

苯甲酸为酸性化合物, 容易失去质子带一个单位的负电荷, 因此宜采用负离子模式检测, 通过 ESI 负离子模式对苯甲酸进行扫描, 获得较强的准分子离子峰 m/z 121.01(如图 3-a 所示), 随后进行二级质谱扫描(如图 3-b 所示), 实验发现, 子离子 m/z 76.95 是苯甲酸母离子 m/z 121.01 通过失去 COOH 得到的, 具有较高的相对丰度, 当碰撞能达到 12 eV 时达到最大

值, 而其他子离子因结合较稳定, 不易解离, 且响应值较 m/z 76.95 低, 因此选用 m/z 76.95 作为苯甲酸的定量离子^[20,21]。

3.3 建立定量方法及方法学考察

3.3.1 定量标准曲线的建立

本实验比较了 2 种建立标准曲线的方法, 第 1 种是直接用水配制系列浓度的标准溶液; 第 2 种是基质加标建立标准曲线, 在 2 g 奶粉基质中分别加入相应体积的苯甲酸标准溶液,

配制成浓度为 0、1、2、5、10、20、50 $\mu\text{g/g}$ 的基质标准物质(对应的上机浓度为 0、0.04、0.08、0.20、0.40、0.80、2.00 $\mu\text{g/mL}$)然后按上述 2.2 方法进行处理,按优化好的 UPLC-MS/MS 条件进行测定。实验发现,采用第 1 种方法苯甲酸的回收率为 70.06%~90.93%;而采用第 2 种方法时,因 UPLC-MS/MS 的灵敏度较高,苯甲酸为内源性物质,在实际应用中,很难找到空白基质。为了利于方法的推广,本方法以苯甲酸基质标准溶液的浓度作为横坐标,相应的峰面积减去所选用基质的空白峰面积作为纵坐标,建立标准曲线,此种方式计算得到苯甲酸的回收率 94.92%~109.31%。第 2 种方法的回收率要明显优于第 1 种方法,原因可能是基质加标建立标准曲线的方法消除了前处理过程和基质效应的影响,从而使回收率更加优异,因此选用第 2 种建立定量标准曲线的方法。

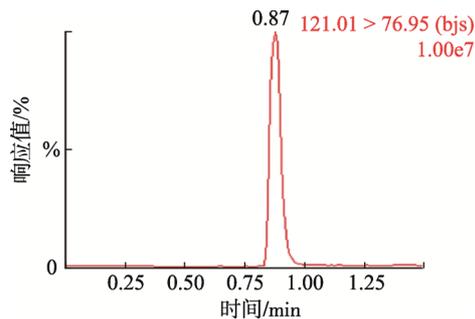
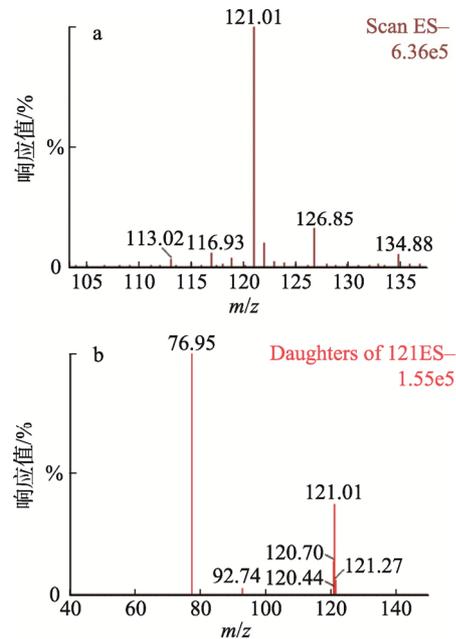


图 2 优化后奶粉基质中苯甲酸的 UPLC-MS/MS 谱图

Fig.2 UPLC-MS/MS spectrogram of benzoic acid in milk powder after optimization

此外,本实验进一步考察了其线性范围及线性关系、检出限(limit of detection, LOD)和定量限(limit of quantitation, LOQ),苯甲酸的检出限和定量限分别用 3 倍信噪比(S/N)和 10 倍信噪比(S/N)对应的浓度表示。结果如表 2 所示,从表 2 中可以看出,苯甲酸的上机溶液在 0.04~2.00 $\mu\text{g/mL}$ 范围内,线性关系良好($r^2=0.9996$),同时,检出限和定量限均低于 GB 5009.28^[17]中液

相色谱法的检出限(5 $\mu\text{g/g}$)和定量限(10 $\mu\text{g/g}$),说明该方法可用于奶粉中极小浓度的苯甲酸的测定,能够达到应用的要求。



注: a: 苯甲酸一级质谱图, b: 苯甲酸二级质谱图。

图 3 苯甲酸一级质谱图和二级质谱图

Fig.3 Primary and secondary mass spectra of benzoic acid

3.3.2 检测方法的加标回收率

本实验通过对添加已知浓度苯甲酸的奶粉样品进行回收率测定以评估方法的正确度。在奶粉样品中分别加入低、中、高 3 种已知量的苯甲酸,加标浓度分别为 5、20、40 $\mu\text{g/g}$,并按上述 2.2 方法对所有样品进行处理和分析,每个浓度重复测定 6 次,计算苯甲酸的回收率,其结果如表 3 所示。相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为 4.3%,表明方法的正确度结果令人满意,可作为例行分析之用。

表 2 苯甲酸的线性关系及检出限和定量限

Table 2 Linear range, LOD and LOQ of benzoic acid

名称	线性方程	相关系数 r^2	检出限/ $(\mu\text{g/g})$	定量限/ $(\mu\text{g/g})$
苯甲酸	$Y=12310X+5283.6$	0.9996	0.02	0.06

表 3 苯甲酸加标回收率

Table 3 Standard recoveries of benzoic acid

添加值/ $(\mu\text{g/g})$	回收率/%	平均值/%	RSD/%
5	102.93	106.69	2.25
	106.24		
	105.13		
20	103.24	104.42	3.73
	102.89		
	105.53		
40	103.07	100.50	4.81
	105.01		
	106.19		

3.3.3 检测方法的精密度

本实验通过在重复性条件和再现性条件下对加标样品进行重复测定以评估方法的精密度^[22], 在奶粉样品中加入已知水平(5、20、40 μg/g)的苯甲酸溶液。在第 1 d 由 1 名人员分析每个水平的 6 个重复, 第 2 d 由另 1 名分析人员分析每个水平的 6 个重复, 数据如表 4 所示, 第 1 名分析人员测定结果的 RSD 为 1.69%~4.80%, 第 2 名分析人员测定结果的 RSD 为 2.05%~6.90%, 这表明方法具有良好的重复性, 2 d 测定结果的相对误差为 1.71%~7.74%, 平均相对误差为 4.11%, 表明方法具有良好的再现性。通过以上分析, 说明该方法精密度良好。

3.3.4 检测方法系统适用性

本实验研究了配方奶粉常使用的高油乳清粉、全脂粉、脱脂粉、复合营养素等营养物质的加标回收率, 每种选择一个代表性样品, 加标浓度为 20 μg/g, 结果如表 5 所示, 从表 5 中可以得出, 该方法检测上述样品中苯甲酸的回收率为

96.10%~113.05%, 说明该方法能够适用于配方奶粉中常用营养物质的检测, 可以有效监控各营养成分中苯甲酸的含量。

3.4 样品的检测分析

3.4.1 液相假阳性样品分析

本实验选择了某一配方奶粉样品, 该样品采用液相色谱法检测时, 其苯甲酸的保留时间处有很高的峰, 推测为基质中杂质的影响, 随后用二极管阵列检测器对峰纯度进行分析, 如图 4-a, 考察了峰高、半峰高和 1/4 峰高处的不同吸收波长与吸光值的差别, 同时考察了峰的前半段(图 4-b)和高点处峰(图 4-c)的纯度, 从图 4 可以看出, 采用液相色谱法分析时, 苯甲酸的保留时间处存在大量的杂质干扰, 已经影响了结果的准确性, 原因可能是此奶粉样品中的某种成分的性质与苯甲酸相似, 从而导致峰不能完全分开, 随后用该方法进行分析, 目标峰与杂质峰能够完全分离, 如图 5 所示, 说明本方法有很好的抗杂质干扰能力, 能够快速准确的进行定性分析。

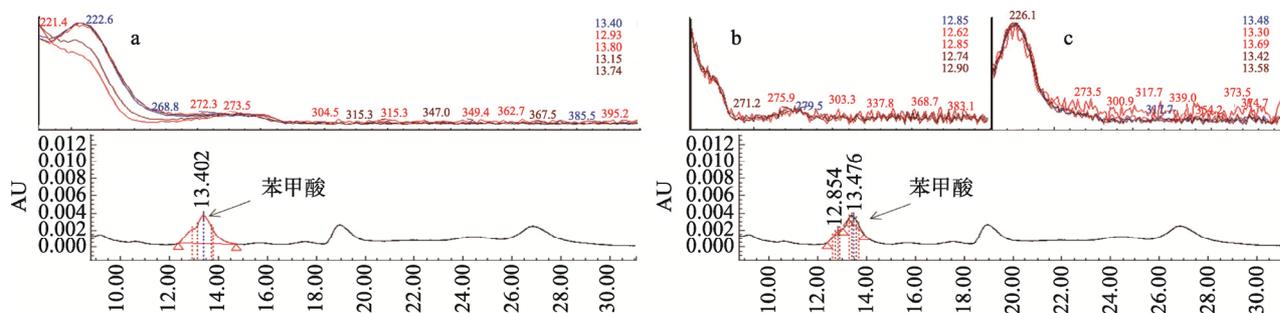
表 4 苯甲酸精密度结果
Table 4 Precision results of benzoic acid

加标浓度/(μg/g)	第 1 d 测量值/(μg/g)	第 2 d 测量值/(μg/g)	RSD _{第 1 d} /%	RSD _{第 2 d} /%	相对误差/%
样品含量	0.59±0.01	0.58±0.04	1.69	6.90	1.71
5	5.92±0.12	5.63±0.37	2.25	6.57	5.02
20	21.47±0.77	19.87±0.43	3.69	2.16	7.74
40	40.79±1.93	39.99±0.82	4.80	2.05	1.98
平均值	-	-	3.11	4.42	4.11

注: 测量结果用平均值±标准差表示。相对标准偏差 RSD = 标准差/平均值×100%, 相对误差 = |第 1 d 测量值 - 第 2 d 测量值|/两天平均测量值×100%。

表 5 配方奶粉中常用营养物质中苯甲酸的回收率
Table 5 Recoveries of benzoic acid from common ingredients in formula milk powder

配方奶粉中常用营养物质	本底含量/(μg/g)	检测结果/(μg/g)	回收率/%
高油乳清粉	3.57	26.18	113.05
全脂粉	1.42	20.64	96.10
脱脂粉	1.52	23.00	107.40
复合营养素	0	21.00	105.00



注: a: 峰高、半峰高和 1/4 峰高处的不同吸收波长对应的吸光值; b: 前半段峰不同吸收波长对应的吸光值。
c: 峰高处不同吸收波长对应的吸光值。

图 4 苯甲酸峰纯度二极管阵列检测器数据分析

Fig.4 Analysis by diode array detector for peak purity of benzoic acid

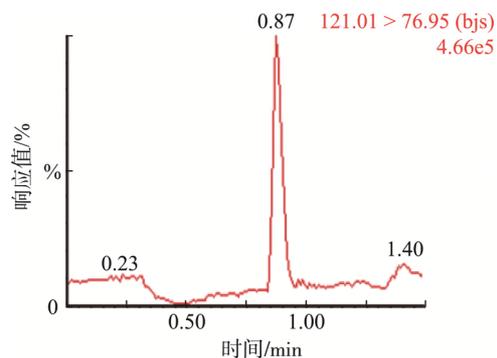


图 5 奶粉样品中苯甲酸 UPLC-MS/MS 谱图

Fig.5 UPLC-MS/MS spectrum of benzoic acid in milk powder samples

3.4.2 市售奶粉中苯甲酸含量的分析

本实验对市售婴幼儿配方奶粉、成人配方奶粉和全脂奶粉共 18 个样品的苯甲酸含量进行检测, 结果如表 6 所示, 苯甲酸的含量在 0.69~7.99 $\mu\text{g/g}$, 抽检的市售奶粉中苯甲酸的含量均处在较低水平, 其每日可能摄入量远低于苯甲酸的每日允许摄入量, 但是, 不同人群对苯甲酸的敏感程度不同, 特别是婴幼儿和特殊体质人群可能会更加敏感, 因此, 有必要对奶粉中苯甲酸的含量加强监督并进行有效控制。

表 6 市售奶粉中苯甲酸含量

Table 6 Concentration of benzoic acid in milk powders in the market

名称	苯甲酸含量 /($\mu\text{g/g}$)	名称	苯甲酸含量 /($\mu\text{g/g}$)	名称	苯甲酸含量 /($\mu\text{g/g}$)
奶粉 1	6.13	奶粉 7	2.06	奶粉 13	5.93
奶粉 2	2.40	奶粉 8	2.90	奶粉 14	7.99
奶粉 3	2.67	奶粉 9	4.07	奶粉 15	4.23
奶粉 4	1.62	奶粉 10	6.72	奶粉 16	4.12
奶粉 5	0.69	奶粉 11	4.43	奶粉 17	4.41
奶粉 6	1.83	奶粉 12	2.69	奶粉 18	3.37

4 结 论

本研究建立了超高效液相色谱-串联质谱检测奶粉中苯甲酸含量的方法, 优化了质谱条件和流动相, 该方法具有良好的线性, 较低的检出限和定量限。同时对使用液相色谱法检测出假阳性的样品分别用二极管阵列检测器和该方法进行分析, 结果表明液相色谱法存在杂质干扰的现象, 而本方法具有优异的定性能力, 可以有效避免各种物质的干扰, 同时, 该方法具有良好的定量能力, 前处理简单方便, 能够满足奶粉中苯甲酸检测的要求。同时对部分市售奶粉中苯甲酸的含量进行了检测, 抽检到的奶粉中苯甲酸的含量普遍处在较低水平, 但依然需要加强监控。

参考文献

- [1] 侯振建. 食品添加剂及其应用技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004. Hou ZJ. Food additives and application technology [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2004.
- [2] 曾伟成, 郑能武. 苯甲酸钠对酪氨酸酶的抑制作用[J]. 数理医药学杂志, 2000, 13(2): 161. Zeng WC, Zheng NW. Inhibitory effect of sodium benzoate on tyrosinase [J]. J Mathemat Med, 2000, 13(2): 161.
- [3] 王思文, 巩江, 高昂, 等. 防腐剂苯甲酸钠的药理及毒理学研究[J]. 安徽农业科学, 2010, 38(30): 16724, 16846. Wang SW, Gong J, Gao A, et al. Pharmacotoxicological study of preservative sodium benzoate [J]. J Anhui Agric Sci, 2010, 38(30): 16724, 16846.
- [4] JECFA. Toxicological evaluation of certain food additives [R]. Geneva: WHO, 1996.
- [5] GB 2760-2011 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准[S]. GB 2760-2011 National food safety standard-Standard for uses of food additives [S].
- [6] 刘玉娟, 韩奕奕, 章慧, 等. 生鲜乳中苯甲酸与马尿酸转化规律的研究[J]. 食品工业, 2017, (7): 66-68. Liu YJ, Han YY, Zhang H, et al. Research on transformation rule of benzoic acid and hippuric in raw milk [J]. Food Ind, 2017, (7): 66-68.
- [7] Sieber R, Bütikofer U, Bosset JO. Benzoic acid as a natural compound in cultured dairy products and cheese [J]. Int Dairy J, 1995, 5(3): 227-246.
- [8] 章慧, 韩奕奕. 饲料中苯甲酸钠向生鲜乳的迁移水平及转化规律[J]. 中国乳品工业, 2016, 44(6): 24-27. Zhang H, Han YY. Migration level and conversion rules of benzoic acid in feed transfer to raw milk [J]. China Dairy Ind, 2016, 44(6): 24-27.
- [9] 谭建林, 冯雷, 棒金梅, 等. 高效液相色谱法同时测定食品中 12 种防腐剂和甜味剂[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(10): 4101-4105. Tan JL, Feng L, Feng JM, et al. Simultaneous determination of 12 kinds of preservatives and sweeteners in food by high performance liquid chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2016, 7(10): 4101-4105.
- [10] Surawongtakoon P, Paha P, Pormsila W. Lower density solvent-based dispersive liquid-liquid microextraction for the determination of benzoic acid [J]. Rmuti J, 2018, 33(2): 113-117.
- [11] Jawaid S, Talpur FN, Nizamani SM, et al. Rapid in situ esterification method for the determination of benzoic acid in dairy milk by GC-FID [J]. Food Anal Methods, 2015, 8(6): 1477-1483.
- [12] 房晓倩, 彭彦昆, 李永玉, 等. 基于表面增强拉曼光谱快速定量检测碳酸饮料中苯甲酸钠的方法[J]. 光学学报, 2017, (9): 331-336. Fang XQ, Peng YK, Li YY, et al. Rapid and quantitative Detection method of sodium benzoate in carbonated beverage based on surface-enhanced Raman spectroscopy [J]. Acta Optic Sin, 2017, (9): 331-336.
- [13] Wang XB, Huang WQ, Wang QY. Analysis of benzoic acid by raman hyperspectral imaging [J]. Food Sci, 2017, 38(4): 290-295.
- [14] 沈齐英, 吕晨曦, 修米迪. 高效毛细管电泳法测定苯甲酸类化合物含量[J]. 现代化工, 2015, (4): 178-180. Shen QY, Lv CX, Xiu MD. Determination of benzoic acid compounds by HPCE [J]. Mod Chem Ind, 2015, (4): 178-180.
- [15] 王钰, 杨思文, 代语林, 等. 毛细管电泳法分离检测饮料中的防腐剂[J]. 中国酿造, 2014, 33(4): 124-128. Wang Y, Yang SW, Dai YL, et al. Separation and detection of

- preservatives in beverage by capillary electrophoresis [J]. *Chin Brew*, 2014, 33(4): 124–128.
- [16] 龙军标, 周金森, 张红英, 等. 有机改性剂离子色谱法测定饮料中乙酸、酒石酸、山梨酸和苯甲酸[J]. *中国卫生检验杂志*, 2010, (5): 1025–1026.
Long JB, Zhou JS, Zhang HY, *et al.* Determination of acetic acid, tartaric acid, sorbic acid and benzoic acid in beverages added organic modifier by ion chromatography [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2010, (5): 1025–1026.
- [17] GB 5009.28-2016 食品安全国家标准 食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定[S].
GB 5009.28-2016 National food safety standard-Determination of benzoic acid, sorbic acid and saccharin sodium in food [S].
- [18] 珠娜, 张学忠, 牛华, 等. 高效液相色谱-二极管阵列检测器在食品添加剂定性分析中的应用[J]. *食品研究与开发*, 2011, 32(1): 97–101.
Zhu N, Zhang XZ, Niu H, *et al.* Application of diode array detector for qualitative distinction of food additives by high performance liquid chromatography [J]. *Food Res Dev*, 2011, 32(1): 97–101.
- [19] GB/T 6682-2008 食品安全国家标准 分析实验室用水规格和试验方法 [S].
GB/T 6682-2008 National food safety standard-Water for analytical laboratory use-specification and test method [S].
- [20] 钟茂生, 陈舒奕, 梁剑, 等. 液相色谱-串联质谱法测定食品中的 4 种添加剂[J]. *广州化工*, 2018, 46(2): 104–106.
Zhong MS, Chen SY, Liang J, *et al.* Determination of 4 kinds of additives in food by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Guangzhou Chem Ind*, 2018, 46(2): 104–106.
- [21] 马传江. 高效液相色谱-串联质谱法测定中药口服液中 23 种防腐剂[J]. *药物分析杂志*, 2019, 39(9): 1651–1659.
Ma CJ. Simultaneous determination of 23 preservatives in traditional Chinese medicine oral liquid by liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Pharm Anal*, 2019, 39(9): 1651–1659.
- [22] JCGM 200:2012 International vocabulary of metrology-basic and general concepts and associated terms (vim) [S].

(责任编辑: 韩晓红)

作者简介



丁 洋, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品检测。

E-mail: dingyang@shengyuan.com.cn



姜 勇, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为食品检测。

E-mail: jiangyong@shengyuan.com.cn