

超高效液相色谱法快速测定饮料中 13 种常见的食品添加剂

曾楚莹^{1*}, 王露¹, 吕海燕¹, 冯静雯²

(1. 深圳市盐田区疾病预防控制中心, 深圳 518081; 2. 广东医科大学公共卫生学院, 东莞 523808)

摘要: **目的** 建立超高效液相色谱法(ultra performance liquid chromatography, UPLC)测定水果茶饮料中常见的 13 种防腐剂、甜味剂和着色剂的分析方法。**方法** 样品经超声加热除去二氧化碳或乙醇后稀释、离心、过滤后直接进样, 采用 Agilent ZORBAX Eclipse Plus C₁₈(50 mm×2.1 mm, 1.8 μm)色谱柱分离, 以甲醇-乙酸铵(0.02 mol/L)为流动相进行梯度洗脱, 柱温 28 °C, 流速 0.5 mL/min, 采用二极管阵列检测器切换波长分析, 外标法定量。**结果** 13 种待测成分在 6 min 内良好分离, 质量浓度在 0.05~10 μg/mL 范围内线性良好, 相关系数 r^2 均大于 0.999; 定量限为 0.010~0.025 μg/mL; 平均加标回收率在 92.1%~101.0%之间; 重复性和精密度 RSD($n=6$) 在 5.0%以内。**结论** 该方法快速、准确, 适用于饮料中 13 种防腐剂、甜味剂、合成着色剂定性、定量测定。**关键词:** 超高效液相色谱法; 饮料; 防腐剂; 甜味剂; 合成着色剂

Determination of 13 food additives in beverages by ultra performance liquid chromatography

ZENG Chu-Ying^{1*}, WANG Lu¹, LV Hai-Yan¹, FENG Jing-Wen²

(1. Yantian District Center for Disease Control and Prevention, Shenzhen 518081, China; 2. School of Public Health, Guangdong Medical University, Dongguan 523808, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the qualitative and quantitative detection of 13 common preservatives, sweeteners and colorants in beverages by ultra performance liquid chromatography. **Methods** After the samples were removed carbon dioxide or ethanol by ultrasound and heating, they were diluted and filtered. Agilent ZORBAX Eclipse Plus C₁₈(50 mm×2.1 mm, 1.8 μm)column was selected for separation, with column temperature of 28 °C, and the flow rate was set at 0.5 mL/min. Methanol-0.02 mol/L ammonium acetate aqueous solution was used as mobile phase, and the program was performed with gradient elution. External standard method was used for quantitative analysis. **Results** The 13 components to be tested were well separated within 6 min, the mass concentration was in the range of 0.05–10 μg/mL, and the correlation coefficient r^2 was greater than 0.999. The limits of quantitation were 0.010–0.025 μg/mL. The average standard recoveries were between 92.1% and 101.0%. RSDs of repeatability and precision ($n=6$) were within 5.0%. **Conclusion** This method is simple, rapid with accurate results, and can be used for the qualitative and quantitative determination of preservatives, sweeteners and artificial synthetic colorants in commercially available beverages.

KEY WORDS: ultra performance liquid chromatography; beverage; preservative; sweetener; artificial

*通讯作者: 曾楚莹, 硕士, 主管技师, 主要研究方向为食品卫生与检验。E-mail: 12446650@qq.com

*Corresponding author: ZENG Chu-Ying, Master, Technician, Yantian District Center for Disease Control and Prevention, No.2246, Shenyuan Road, Yantian, Shenzhen 518081, China. E-mail: 12446650@qq.com

synthetic colorant

1 引言

食品添加剂是指添加到食品中以改善食品品质和色、香、味, 以及用于防腐、保鲜和加工工艺而加入食品中的人工合成物质或者天然物质^[1]。目前, 通过国家审批的食品添加剂种类和数量逐年增加, 现已高达 22 个类别 2000 余种, 包括防腐剂、甜味剂和着色剂等。适量、合法的使用食品添加剂本无可厚非, GB 2760-2014《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》^[1]中明确规定了各类添加剂的最大使用限量, 但超范围使用、超量使用的滥用现象屡见不鲜^[2]。过量摄入防腐剂、甜味剂和着色剂等会对人体造成不良影响, 如有流行病学队列研究分析认为长期摄入人工合成甜味剂会增加肥胖、高血压、代谢综合征的风险^[3]; 合成色素主要以煤焦油为原料制成, 大部分具有慢性毒性、致癌性和致畸性, 对成长期的儿童危害尤其严重^[2]。果汁、果酒、奶茶、水果茶等饮料因其颜色缤纷口感鲜甜, 受到众人追捧, 但生产商往往会加入防腐剂、甜味剂、合成着色剂等食品添加剂以延长保质期、改善口感、调节色泽、吸引消费者。加强对常见饮料中防腐剂、甜味剂和色素的监测, 对保障食品安全具有重要的实际意义。

目前防腐剂、甜味剂、合成着色剂常用的检测方法有高效液相色谱法、气相色谱、紫外-可见分光光度计法、超高效液相色谱-串联四级杆质谱^[4-10]等, 国家尚未出台同时对此 3 类项目进行检测的标准方法。低沸点的添加剂可用气相色谱法检测, 但合成着色剂等沸点较高的添加剂不适用; 大部分添加剂的微量残留均适用液相色谱-质谱联用检测, 而对于饮料中常量添加剂检测就显得不必要, 且其设备投入大不适于推广; 常规高效液相色谱法在同时测定多种添加剂时时间较长, 例如胡贝等^[11]用高效液相色谱法同时测定饮料中 8 种食品添加剂和 3 种工业染料耗时 36 min; 超高效液相测定其中 1 类或 2 类添加剂的论文较多, 但同时测定 3 类的较少且测定时间较长, 例如牟宵等^[12]用超高效液相色谱法(ultra performance liquid chromatography, UPLC)同时检测了饮料中 14 种食品添加剂, 分析时间为 25 min, 林腾奕等^[13]用超高效液相色谱法同时测定饮料中 20 种食品添加剂分析时间亦为 15 min, 未凸显超高效液相色谱快速灵敏的特点。本研究旨在建立一种能快速高效同时检测防腐剂、甜味剂和着色剂的方法, 通过优化流动相比、流速、柱温以及检测波长, 找到最佳分析条件, 并在最优条件下同时检测饮料中 3 种防腐剂(苯甲酸、山梨酸、脱氢乙酸), 2 种甜味剂(安赛蜜、糖精钠), 8 种人工合成色素(柠檬黄、日落黄、新红、苋菜红、诱惑红、胭脂红、赤藓红、亮蓝), 以期为饮料类食品中此 3 类添加剂进行全面、快速

的检测, 为市场监督提供技术支持。

2 材料与方法

2.1 试剂与材料

标准物质: 苯甲酸(GBW(E)10006)、山梨酸(GBW(E)10007)、糖精钠(GBW(E)10008), 质量浓度均为 1000 μg/mL; 柠檬黄(GBW(E)10001a)、苋菜红(GBW(E)10002a)、日落黄(GBW(E)10003a)、胭脂红(GBW(E)10004a)、亮蓝(GBW(E)10005a)质量浓度均为 500 μg/mL(中国计量科学研究院); 赤藓红(GBW(E)100163)、诱惑红(GBW(E)100164)、安赛蜜(GBW(E)100171)、脱氢乙酸(BW0848)、新红(BW0719-1)(质量浓度均为 1000 μg/mL, 北京海岸鸿蒙标准物质技术有限责任公司)。

甲醇、乙腈(色谱纯, 德国 MERCK 试剂公司); 乙酸铵(优级纯, 国药集团上海化学试剂厂); 市售常见饮料: 现制水果茶、葡萄味饮料、柠檬味饮料、橙味饮料、西柚汁饮料和蜜桃味果酒。

2.2 仪器设备

Agilent 1290 超高效液相色谱仪附二极管阵列检测器(美国 Agilent 公司); ME403E 型电子天平(瑞士梅特勒公司); Milli-Q 纯化水系统(美国密理博公司); P300H 型超声仪(德国 Elma 公司); ALLEGRA 64R 型离心机(美国贝克曼公司)。

2.3 实验方法

2.3.1 样品前处理

准确称取市售饮料样品 5 g(精确到 0.001 g), 60 °C 超声脱气驱除乙醇 20 min, 用超纯水适当稀释, 10000 r/min 离心 5 min, 0.22 μm 滤膜过滤, 弃去前 3 mL 滤液, 取后续滤液上机测定。

2.3.2 标准溶液配制

精密吸取安赛蜜、苯甲酸、山梨酸、糖精钠、脱氢乙酸、新红、诱惑红和藓红各 1.00 mL, 精密吸取柠檬黄、苋菜红、胭脂红、日落黄和亮蓝标准溶液各 2.00 mL, 置于 25 mL 容量瓶中, 超纯水定容至刻度, 摇匀得标准储备溶液。取上述标准储备溶液, 逐级稀释, 得各组分质量浓度分别为 0.05、0.1、0.2、0.5、1.0、2.0、5.0、10.0 μg/mL 的混合标准使用液。混合标准使用液用 0.22 μm 滤膜过滤, 弃去前 3 mL 滤液, 取后续滤液上机测定。

2.3.3 液相色谱条件

色谱柱: Agilent ZORBAX Eclipse Plus C₁₈(50 mm×2.1 mm, 1.8 μm); 流速: 0.5 mL/min; 柱温: 28 °C; 进样量: 10 μL; 检测波长见表 1; 流动相: 流动相 A: 0.02 mol/L 乙酸铵, 流动相 B: 甲醇, 梯度洗脱, 洗脱程序见表 2; 停止运行时间 6.4 min。

表 1 检测波长参数
Table 1 Detection wavelength parameters

| | | | | | | |
|--------|------|------|------|------|------|------|
| 时间/min | 0.00 | 1.86 | 2.41 | 2.85 | 4.80 | 5.30 |
| 波长/nm | 230 | 420 | 230 | 510 | 630 | 530 |

表 2 梯度洗脱程序
Table 2 Gradient elution procedure

| 时间/min | 流动相 A/% | 流动相 B/% |
|--------|---------|---------|
| 0 | 97 | 3 |
| 2 | 96 | 4 |
| 3 | 75 | 25 |
| 4.5 | 30 | 70 |
| 5.2 | 30 | 70 |
| 6 | 97 | 3 |

3 结果与分析

3.1 样品前处理条件的优化

食品中苯甲酸、山梨酸、糖精钠的测定一般需沉淀蛋白^[14], 本研究样品均为饮料, 蛋白质、脂肪含量极低, 若沉淀蛋白, 沉淀物会吸附待测物, 令回收率下降 10%左右, 故无需沉淀蛋白; 着色剂的聚酰胺吸附法^[15]目的在于除去天然色素, 但步骤繁琐回收率低, 可通过优化洗脱程序使其分离。故采用直接稀释、离心、过滤进样的方法。但在试验中发现, 0.22 μm 滤头对赤藓红吸附严重, 采取常规弃去前面数滴滤液的方式, 回收率仅为 33%左右。有文献^[16]使用高速离心、不过滤头的方法以提高回收率。但因使用的仪器为超高效液相色谱仪、粒径为亚 2 μm 的色谱柱, 管径、粒径较小, 必须使用滤头过滤, 经反复试验, 弃去前 3 mL 滤液, 可令赤藓红的回收率达到 98%以上, 不受滤头过滤的影响。

3.2 液相条件的优化

3.2.1 色谱柱的选择

常用于检测此 3 类添加剂的色谱柱填料为 C₁₈, 选择安捷伦 3 种型号的 C₁₈ 色谱柱, 对 13 种待测成分进行分离。结果显示 TC-C₁₈(150 mm×4.6 mm, 5 μm) 色谱柱糖精钠和脱氢乙酸色谱峰部分重叠, ZORBAX Eclipse Plus C₁₈(150 mm×4.6 mm, 5 μm) 色谱柱柠檬黄和脱氢乙酸色谱峰完全重合, 调整优化流动相亦很难基线分离, 且分析时间需 18 min, 而选择 ZORBAX Eclipse Plus C₁₈(50 mm×2.1 mm, 1.8 μm) 色谱柱时, 13 种成分在 6 min 内实现基线分离。

3.2.2 洗脱程序、流速、柱温的优化

13 种待测成分极性差别较大, 在甲醇比例较低时, 防腐剂、甜味剂能较好地分离, 但人工合成着色剂不能达到良好的分离效果, 遂采取梯度洗脱的方法。因使用的是

UPLC 的短柱子, 甲醇和乙酸铵水溶液比例对防腐剂、甜味剂和较早出峰的柠檬黄影响较大。实验考察了前 2 min 甲醇和乙酸铵水溶液比例分别为等度 3:97、4:96 和梯度 3:97→4:96 对待测成分分离情况的影响, 发现在 3:97 比例下柠檬黄和脱氢乙酸由于保留时间较相近, 无法基线分离; 4:96 比例下糖精钠、柠檬黄和脱氢乙酸保留时间相近, 无法分离; 在前 2 min 采用缓慢的梯度, 甲醇比例由 3%升到 4%的情况下 13 种待测成分均能良好地分离, 见图 1。

流速影响着色谱峰的出峰时间, 流速过低导致分析时间延长, 流速过高不仅可能使目标物分离度过低, 而且会造成系统压力大, 容易出现漏液、色谱柱填料冲塌的情况。分别设定流速为 0.2 mL/min、0.5 mL/min 和 0.6 mL/min 进行实验, 在这 3 种流速下 13 个待测成分均能达到较好的分离, 但流速为 0.2 mL/min 时分析时长需 10 min, 而且考虑到流速增大时柱压过高对系统、色谱柱的伤害和损耗, 最终选取流速为 0.5 mL/min。

柱温也是影响色谱分离的重要因素之一。分别以 25、28、30 和 32 °C 进行分离, 结果表明, 25 °C 分析时间较长, 32 °C 时目标物出峰时间提前, 安赛蜜和苯甲酸、糖精钠和柠檬黄分离度降低, 28 °C 和 30 °C, 目标物分离度、峰形均较好, 但 28 °C 条件下的基线比 30 °C 稍为平稳, 安赛蜜和苯甲酸、糖精钠和柠檬黄分离度略好, 因此最终选取柱温为 28 °C。

3.2.3 检测波长的确定

防腐剂、甜味剂有紫外吸收, 着色剂在可见光波段有吸收, 若采取单一检测波长会降低检测的灵敏度。国家标准方法 GB 5009.35-2016《食品安全国家标准 食品中合成着色剂的测定》^[15]推荐使用的检测波长为 254 nm, 但在该波长下, 着色剂的响应值低且易有杂质干扰。通过二极管阵列检测器在 200~800 nm 范围内进行扫描, 确定各目标物特征吸收波长, 综合考虑各组分的灵敏度、出峰时间和顺序、紫外干扰情况等因素, 经过反复试验, 对 13 种目标物的检测波长进行优化, 最终确定在 230 nm 波长下检测苯甲酸、山梨酸、脱氢乙酸、安赛蜜和糖精钠; 在 420 nm 波长下检测柠檬黄; 在 510 nm 波长下检测日落黄、新红、苋菜红、胭脂红和诱惑红; 在 530 nm 波长下检测赤藓红; 在 630 nm 波长下检测亮蓝, 根据各个目标物的出峰顺序设置波长切换时间参数。

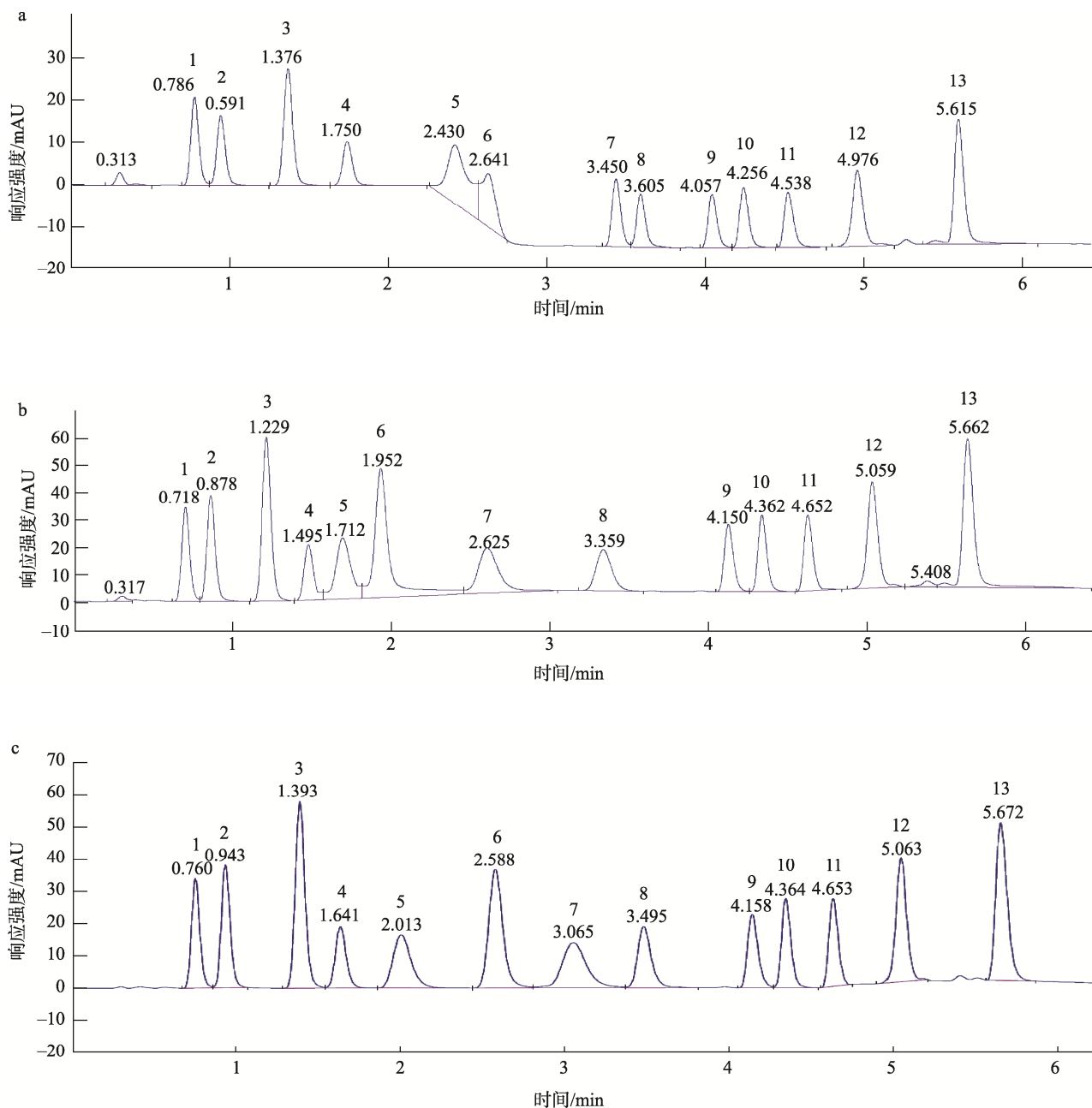
3.3 方法线性、相关系数及检测限

用标准储备液逐级稀释为 0.05、0.1、0.2、0.5、1.0、2.0、5.0、10.00 μg/mL 的标准曲线溶液, 按 2.3.3 的色谱条件进样 10 μL, 记录色谱图; 以峰面积(Y)为纵坐标、物质浓

度(X)为横坐标作图, 最小二乘法得到线性回归方程, 以 3 倍信噪比计算检出限, 结果见表 3。典型谱图见图 1c。按取样量 5 g, 定容体积 50 mL 计算, 各待测物方法定量限为 0.010~0.025 mg/kg。试验中亦配制了 20 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准溶液, 但因柱容量有限, 脱氢乙酸与新红无法基线分离。故使用粒径为亚 2 μm 的色谱柱, 其优势在于灵敏度好, 分析时间显著缩短, 但需注意柱容量的影响。

3.4 回收率与精密度

实验选取柠檬味饮料作为加标实验考察对象, 进行 1.0、10.0 和 20.0 mg/kg 3 个浓度水平的加标回收试验, 结果见表 4。13 种添加剂的平均加标回收率为 92.1%~101.0%, 相对标准偏差为 0.79%~4.85%, 方法回收率和精密度良好, 结果准确可靠。



注: a: 流动相初始比例为 3:97; b: 流动相初始比例为 4:96; c: 前 2 min, 流动相甲醇比例由 3%升到 4%。

1. 安赛蜜; 2. 苯甲酸; 3. 山梨酸; 4. 糖精钠; 5. 柠檬黄; 6. 脱氢乙酸; 7. 新红; 8. 苋菜红; 9. 胭脂红; 10. 日落黄; 11. 诱惑红; 12. 亮蓝; 13. 赤藓红。

图 1 13 种待测成分分离情况

Fig.1 Separation of 13 components to be tested

表 3 13 种添加剂标准曲线方程、相关系数及检测限
Table 3 Standard curve equations, correlation coefficients and detection limits of 13 additives

| 待测物 | 线性方程 | 相关系数 r^2 | 检测限/($\mu\text{g/mL}$) | 定量限/($\mu\text{g/mL}$) |
|------|--------------------|------------|--------------------------|--------------------------|
| 安赛蜜 | $Y=62.350X+0.126$ | 0.9995 | 0.005 | 0.015 |
| 苯甲酸 | $Y=74.151X-1.756$ | 0.9998 | 0.005 | 0.015 |
| 山梨酸 | $Y=122.672X-3.662$ | 0.9998 | 0.003 | 0.010 |
| 糖精钠 | $Y=48.537X-5.228$ | 0.9993 | 0.008 | 0.025 |
| 柠檬黄 | $Y=62.566X+1.101$ | 0.9998 | 0.006 | 0.018 |
| 脱氢乙酸 | $Y=115.143X-5.933$ | 0.9997 | 0.003 | 0.010 |
| 新红 | $Y=69.079X+5.319$ | 0.9996 | 0.006 | 0.020 |
| 苋菜红 | $Y=55.483X-0.521$ | 0.9998 | 0.006 | 0.020 |
| 胭脂红 | $Y=51.950X-1.179$ | 0.9999 | 0.006 | 0.020 |
| 日落黄 | $Y=56.267X-0.999$ | 0.9999 | 0.006 | 0.020 |
| 诱惑红 | $Y=57.313X-3.016$ | 0.9995 | 0.006 | 0.020 |
| 亮蓝 | $Y=94.879X+5.407$ | 0.9990 | 0.003 | 0.010 |
| 赤藓红 | $Y=134.364X+4.716$ | 0.9998 | 0.003 | 0.010 |

表 4 加标回收率试验结果($n=6$)
Table 4 Recovery results of 13 additives ($n=6$)

| 待测组分 | 样品本底/(mg/kg) | 加标值/(mg/kg) | 检测值/(mg/kg) | 回收率/% | 平均回收率/% | RSD/% |
|------|--------------|-------------|-------------|-------|---------|-------|
| | | 1.0 | 0.946 | 94.6 | | |
| 安赛蜜 | 未检出 | 10.0 | 9.638 | 96.4 | 95.7 | 2.75 |
| | | 20.0 | 19.226 | 96.1 | | |
| | | 1.0 | 1.578 | 94.3 | | |
| 苯甲酸 | 0.635 | 10.0 | 10.641 | 100.1 | 97.0 | 2.55 |
| | | 20.0 | 19.982 | 96.7 | | |
| | | 1.0 | 0.930 | 93.0 | | |
| 山梨酸 | 未检出 | 10.0 | 9.581 | 95.8 | 96.4 | 2.09 |
| | | 20.0 | 20.082 | 100.4 | | |
| | | 1.0 | 0.961 | 96.1 | | |
| 糖精钠 | 未检出 | 10.0 | 9.982 | 99.8 | 100.1 | 3.46 |
| | | 20.0 | 20.893 | 104.5 | | |
| | | 1.0 | 4.334 | 103.4 | | |
| 柠檬黄 | 3.20 | 10.0 | 13.072 | 97.7 | 98.4 | 2.93 |
| | | 20.0 | 22.086 | 93.9 | | |
| | | 1.0 | 0.938 | 93.8 | | |
| 脱氢乙酸 | 未检出 | 10.0 | 9.953 | 99.5 | 97.5 | 2.34 |
| | | 20.0 | 19.816 | 99.1 | | |
| | | 1.0 | 0.934 | 93.4 | | |
| 新红 | 未检出 | 10.0 | 10.214 | 102.1 | 97.7 | 4.85 |
| | | 20.0 | 19.482 | 97.4 | | |

续表 4

| 待测组分 | 样品本底/(mg/kg) | 加标值/(mg/kg) | 检测值/(mg/kg) | 回收率/% | 平均回收率/% | RSD/% |
|------|--------------|-------------|-------------|-------|---------|-------|
| 苋菜红 | 未检出 | 1.0 | 0.940 | 94.0 | 95.4 | 1.87 |
| | | 10.0 | 9.704 | 97.0 | | |
| | | 20.0 | 19.043 | 95.2 | | |
| 胭脂红 | 未检出 | 1.0 | 0.953 | 95.3 | 101.0 | 2.74 |
| | | 10.0 | 10.531 | 105.3 | | |
| | | 20.0 | 20.468 | 102.3 | | |
| 日落黄 | 未检出 | 1.0 | 0.932 | 93.2 | 94.6 | 1.69 |
| | | 10.0 | 9.542 | 96.2 | | |
| | | 20.0 | 19.037 | 95.2 | | |
| 诱惑红 | 未检出 | 1.0 | 0.975 | 97.5 | 99.6 | 0.79 |
| | | 10.0 | 10.052 | 100.5 | | |
| | | 20.0 | 20.126 | 100.6 | | |
| 亮蓝 | 未检出 | 1.0 | 0.941 | 94.1 | 98.3 | 3.71 |
| | | 10.0 | 9.668 | 96.7 | | |
| | | 20.0 | 20.81 | 104.1 | | |
| 赤藓红 | 未检出 | 1.0 | 0.908 | 90.8 | 92.1 | 3.14 |
| | | 10.0 | 9.132 | 91.3 | | |
| | | 20.0 | 18.824 | 94.1 | | |

3.5 实际样品测定及风险评估

在某品牌奶茶店、连锁超市购买鲜制水果茶、柠檬味饮料、西柚汁饮料、橙味饮料、葡萄味饮料和蜜桃味果酒等 6 种样品,按上述试验方法,测定添加剂的含量,结果如表 5 所示,典型色谱图如图 2。某鲜制水果茶为新鲜现制,检出的添加剂种类较多,其中糖精钠含量为 3.86 mg/kg,但按 GB 2760-2014^[1]规定,糖精钠的使用范围

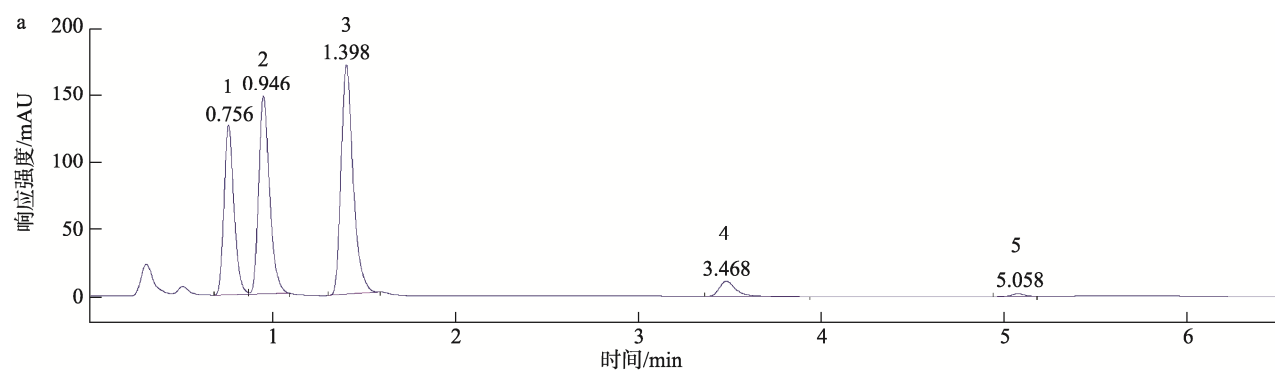
不包括食品分类号为 14 的饮料类,属于超范围使用。葡萄味饮料中安赛蜜、苯甲酸、山梨酸的含量均较高,但未超过卫生限值^[1];而苋菜红的含量虽只为 12.76 mg/kg,未超过卫生限值,但也有发现在长期的动物实验中发现其致癌率高达 22%^[2],联合国粮食及农业组织 FAO 和世界卫生组织 WHO 制定其每日允许摄入量为 0~0.5 mg/kg,则体重 15 kg 的儿童每日允许摄入量为 0~7.5 mg,饮用 1 瓶 600 mL 约 0.6 kg 的该饮料都可能摄入超标,存在较高的安全隐患。

表 5 实际样品 13 种添加剂的检测结果
Table 5 Detection of 13 additives in actual samples

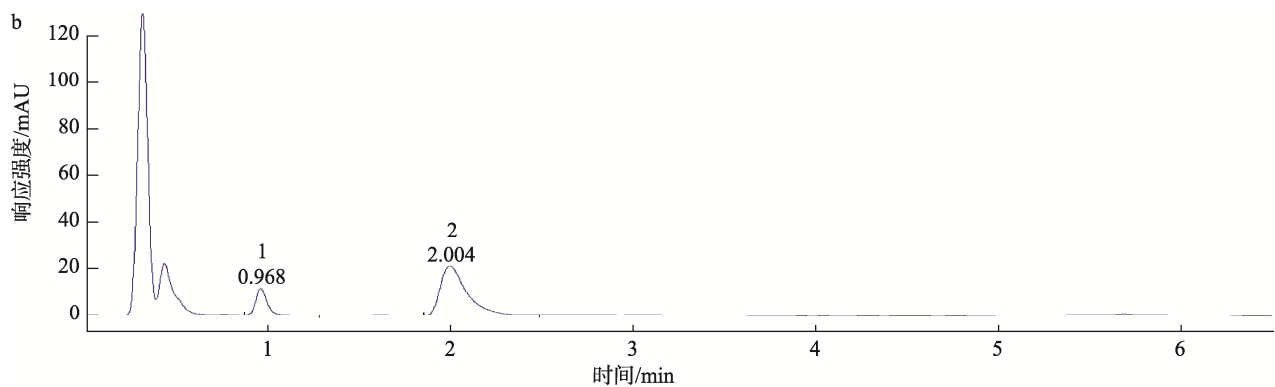
| 检测项目 | 卫生限值/(g/kg) | 样品测定值/(mg/kg) | | | | | |
|------|-----------------------|---------------|-------|-------|------|-------|-------|
| | | 鲜制水果茶 | 柠檬味饮料 | 西柚汁饮料 | 橙味饮料 | 葡萄味饮料 | 蜜桃味果酒 |
| 安赛蜜 | 0.3 | 1.98 | - | 0.27 | 1.07 | 76.95 | - |
| 苯甲酸 | 1.0 | 1.97 | 0.64 | 5.28 | 4.98 | 84.04 | 67.46 |
| 山梨酸 | 0.5 | 0.32 | - | - | - | 65.90 | 58.93 |
| 糖精钠 | 饮料: 不得检出 配制酒: 0.15 | 3.86 | - | - | - | - | - |
| 柠檬黄 | 0.1 | - | 3.20 | - | - | - | - |
| 脱氢乙酸 | 0.3 | 0.12 | - | 0.24 | 0.19 | - | 1.51 |
| 新红 | 0.05 | - | - | - | - | - | - |

续表 5

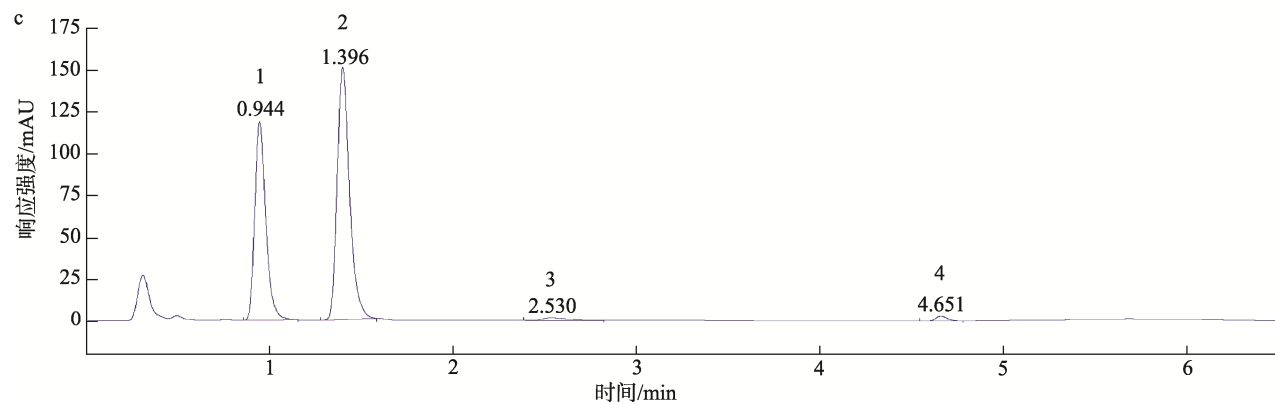
| 检测项目 | 卫生限值 / (g/kg) | 样品测定值/(mg/kg) | | | | | |
|------|---------------|---------------|-------|-------|------|-------|-------|
| | | 鲜制水果茶 | 柠檬味饮料 | 西柚汁饮料 | 橙味饮料 | 葡萄味饮料 | 蜜桃味果酒 |
| 苋菜红 | 0.05 | - | - | - | - | 12.76 | - |
| 胭脂红 | 0.05 | - | - | - | - | - | - |
| 日落黄 | 0.1 | - | - | - | - | - | - |
| 诱惑红 | 0.1 | 0.25 | - | - | - | - | 2.35 |
| 亮蓝 | 0.025 | - | - | - | - | 0.56 | - |
| 赤藓红 | 0.05 | - | - | - | - | - | - |



注: 1.安赛蜜; 2.苯甲酸; 3.山梨酸; 4.苋菜红; 5.亮蓝



注: 1.苯甲酸; 2.柠檬黄



注: 1 苯甲酸; 2 山梨酸; 3 脱氢乙酸; 4 诱惑红。

a: 葡萄味饮料; b: 柠檬味饮料; c: 蜜桃味果酒。

图 2 典型色谱图

Fig.2 Typical chromatogram

4 结 论

本研究建立了 UPLC 同时测定常见市售饮料中安赛蜜、糖精钠、苯甲酸、山梨酸、脱氢乙酸、柠檬黄、日落黄、新红、苋菜红、胭脂红、诱惑红、赤藓红和亮蓝等 13 种甜味剂、防腐剂和人工合成着色剂含量的分析方法。结果表明, 该方法灵敏度高、精密性好, 分析时间比目前报道的方法都大大缩短, 6 min 内即完成 13 种目标物的检测, 峰形、分离度均较好, 适用于日常饮料快速分析检测。

参考文献

- [1] GB 2760-2014 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准[S].
GB 2760-2014 National food safety standard-Standard for uses of food additives [S].
- [2] 葛宇. 食品中人工合成色素使用法规及检测标准进展[J]. 质量与标准化, 2011, (9): 31-35.
Ge Y. Progress in the use regulations and detection standards of synthetic pigments in food [J]. Qual Standard, 2011, (9): 31-35.
- [3] Azad M, Abou-Setta AM, Chauhan BF, *et al.* Nonnutritive sweeteners and cardiometabolic health: A systematic review and meta-analysis of randomized controlled trials and prospective cohort studies [J]. Canad Med Assoc 2017, 189(28): E929-E939.
- [4] Mathiyalagan S, Mandal BK, Ling YC. Determination of synthetic and natural colorants in selected green colored foodstuffs through reverse phase-high performance liquid chromatography [J]. Food Chem, 2019, 278: 381-387.
- [5] 余晓丽. 糕点中山梨酸和苯甲酸含量测定中气相色谱法的应用分析[J]. 现代食品, 2018, (5): 135-137, 144.
Yu XL. Determination of sorbic acid and benzoic acid in cakes by gas chromatography [J]. Mod Food, 2018, (5): 135-137, 144.
- [6] 张雅纯. 分光光度法在食品添加剂测定中的运用[J]. 食品安全导刊, 2019, (24): 162.
Zhang YC. The application of spectrophotometry in the determination of food additives [J]. China Food Saf Magaz, 2019, (24): 162.
- [7] 李滢倩, 王潇, 任常菲. 离子色谱法在食品添加剂检测中的应用[J]. 现代食品, 2019, (23): 111-112.
Li YQ, Wang X, Ren CF. Application of ion chromatography in the detection of food additives [J]. Mod Food, 2019, (23): 111-112.
- [8] Andrade FI, Florindo GMI, Pinto VIG, *et al.* Determination of synthetic food dyes in commercial soft drinks by TLC and ion-pair HPLC [J]. Food Chem, 2014, 157: 193-198.
- [9] 尹华. 高效液相色谱-串联质谱法测定饮料中 6 种食品添加剂[J]. 卫生

研究, 2017, 46(6): 971-974, 980.

Yin H. Simultaneous determination of 6 kinds of food additives in drink by HPLC-MS/MS [J]. J Hyg Res, 2017, 46(6): 971-974, 980.

- [10] Séverine G, Vincent H, Hasna T, *et al.* Determination of caramel colorants' by-products in liquid foods by ultra-high-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS) [J]. Food Addit Contam Part A, 2014, 31(10): 1652-1660.
- [11] 胡贝, 李丽霞, 刘红, 等. HPLC 法测定饮料中 8 种食品添加剂和 3 种工业染料[J]. 食品工业, 2019, 40(10): 323-326.
Hu B, Li LX, Liu H, *et al.* Determination of 8 additives and 3 industrial dyes in beverage by high performance liquid chromatography [J]. Food Ind, 2019, 40(10): 323-326.
- [12] 牟宵, 张璐, 张崇森, 等. 超高效液相色谱法同时测定饮料中 14 种食品添加剂[J]. 食品安全质量检测学报, 2017, 8(8): 3177-3184.
Mou X, Zhang L, Zhang CM, *et al.* Simultaneous determination of 14 kinds of food additives in beverage by ultra performance liquid chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2017, 8(8): 3177-3184.
- [13] 林腾奕, 陈思敏, 梁旭霞, 等. 超高效液相色谱法同时测定饮料中 20 种食品添加剂[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(2): 500-506.
Lin TY, Chen SM, Liang XX, *et al.* Simultaneous determination of 20 food additives in beverages by ultra performance liquid chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2020, 11(2): 500-506.
- [14] 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 sodium saccharine in foods [S].
- [15] GB 5009.35-2016 食品安全国家标准 食品中合成着色剂的测定[S].
GB 5009.35-2016 National food safety standard-Determination of synthetic colorants in foods [S].
- [16] 周六军, 曹赵荣, 周蓉, 等. 高效液相色谱法同时测定 5 种食品中的 12 种添加剂[J]. 农产品质量与安全, 2018, (5): 69-73, 79.
Zhou LJ, Cao ZR, Zhou R, *et al.* Determination of 12 additives in 5 foods by HPLC [J]. Qual Saf Agro-Products, 2018, (5): 69-73, 79.

(责任编辑: 王 欣)

作者简介

曾楚莹, 硕士, 主管技师, 主要研究方向为食品卫生与检验。
E-mail: 12446650@qq.com