

高效液相色谱法检测 4 种食品中 11 种食品添加剂

刘星¹, 杨黎¹, 冯婷¹, 杨旭萍², 雷蕾², 谢鹏^{3*}

(1. 广西-东盟食品检验检测中心, 南宁 530021; 2. 横县综合检验检测中心, 南宁 530300;
3. 广西壮族自治区食品药品检验所, 南宁 530021)

摘要: 目的 建立高效液相色谱法(high performance liquid chromatography, HPLC)测定 4 种食品中 11 种食品添加剂的分析方法。**方法** 选择糕点、辣条、饮料、酱油为基质, 采用 HPLC 同时测定食品中 11 种添加剂, 包括糖精钠、苯甲酸、山梨酸、脱氢乙酸、对羟基苯甲酸甲酯、对羟基苯甲酸乙酯、对羟基苯甲酸异丙酯、对羟基苯甲酸丙酯、对羟基苯甲酸异丁酯、对羟基苯甲酸丁酯、对羟基苯甲酸苄基。以 20 mmol/L 乙酸铵和乙腈为流动相进行梯度洗脱, 在波长 254 nm 下检测。**结果** 该方法中 11 种食品添加剂线性关系良好, 相关系数均大于 0.999, 糕点、辣条、饮料、酱油中的回收率分别为 92.9%~116.2%、92.4%~116.5%、84.6%~111.7%、89.1%~111.2%; 相对标准偏差分别为 1.1%~7.8%、0.8%~8.4%、0.7%~7.4%、0.9%~8.4%。每种添加剂的检出限和定量限均低于国家标准, 符合检测要求。**结论** 该方法具有简单、方便、灵敏度高等优点, 能够满足多类食品中添加剂检测的需要。

关键词: 高效液相色谱法; 防腐剂; 甜味剂; 测定优化

Determination of 11 kinds of food additives in 4 kinds of foods by high performance liquid chromatography

LIU Xing¹, YANG Li¹, FENG Ting¹, YANG Xu-Ping², LEI Lei², XIE Peng^{3*}

(1. Guangxi-Asean Food Inspection Center, Nanning 530021, China; 2. Hengxian Comprehensive Inspection and Testing Center, Nanning 530300, China; 3. Guangxi Institute for Food and Drug Control, Nanning 530021, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for determination of 11 kinds of food additives in 4 kinds of foods by high performance liquid chromatography (HPLC). **Methods** Typical samples were chosen such as pastries, spicy dry tofu, drinks, soy sauce. Eleven food additives were determined by HPLC, including sodium saccharin, benzoic acid, sorbic acid, dehydroacetic acid, methyl p-hydroxybenzoate, ethyl p-hydroxybenzoate, isopropyl p-hydroxybenzoate, propyl p-hydroxybenzoate, isobutyl p-hydroxybenzoate, butyl p-hydroxybenzoate, benzyl p-hydroxybenzoate. 20 mmol/L ammonium acetate and acetonitrile were selected as mobile phases and 254 nm was selected as determine wavelength. Gradient elution was performed. **Results** The linear relationship of 11 food additives in this method was good and the correlation coefficients were all greater than 0.999. The recoveries of pastry, spicy dry tofu, beverage and soy sauce were 92.9%–116.2%, 92.4%–116.5%, 84.6%–111.7%, 89.1%–111.2%, and the relative standard deviation were 1.1%–7.8%, 0.8%–8.4%, 0.7%–7.4%, 0.9%–8.4%, respectively. The limits of detection and limits of quantification of each additive were lower than the national standard. **Conclusion** This method has the advantages of simplicity, convenience and high sensitivity, which complies with the needs of food

*通信作者: 谢鹏, 硕士, 主管药师, 主要研究方向为食品药品质量与安全。E-mail: cpuxiepeng@163.com

*Corresponding author: XIE Peng, Master, Pharmacist, Guangxi Institute for Food and Drug Control, Nanning 530021, China. E-mail: cpuxiepeng@163.com

additives detection.

KEY WORDS: high performance liquid chromatography; preservatives; sweeteners; determination optimization

0 引言

饮食习惯的转变和营养需求的改变促进食品工业质量的差异化, 食品添加剂的使用成为人们关心的热点问题。GB2760—2014《食品安全国家标准食品添加剂使用标准》中明确指出可使用添加剂的食品种类及使用条件, 并为确保消费者的安全, 规定了各种添加剂的最大允许使用量。在国家标准规定的安全添加范围内, 添加剂的使用不会影响消费者的健康, 但如果超范围、超剂量使用则可能引发一系列的问题^[1]。苯甲酸和山梨酸能有效抑制真菌、细菌、霉菌的生长, 作为常见的防腐剂, 长期超剂量使用会导致人体对钙和维生素的吸收减少, 影响人体骨骼生长, 还可能造成肝脏代谢功能障碍、肾功能异常等不良现象^[2-3]。对羟基苯甲酸酯会影响内源性雌激素的代谢, 导致线粒体功能障碍, 还具有一定的生殖毒性, 影响胚胎着床^[4-5]。脱氢乙酸的过量摄入会对中枢神经系统、凝血系统、生殖系统造成不良的影响^[6-7]。糖精钠作为高强度甜味剂, 其甜度约为蔗糖的 400 倍, 过量摄入会降低肠胃消化酶的分泌, 降低小肠的吸收能力, 从而降低食欲, 并存在致癌致畸的风险, 且具有遗传毒性^[8-9]。因此, 监管机构必须严格控制食品添加剂的类别及使用量, 避免非法添加的现象发生。

目前, 食品添加剂的主要检测技术有紫外-可见分光光度法(ultraviolet-visible spectrophotometry, UV)^[10]、气相色谱法(gas chromatographic, GC)^[11-12]、液相色谱法(liquid chromatography, LC)^[13-14]、液相色谱-质谱联用法(liquid chromatography-mass spectrometry, LC-MS)^[15-17]、气质联用法等(gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS)^[18-20]。其中最常用的是 LC-MS 和高效液相色谱法(high performance liquid chromatography, HPLC)。LC-MS 具有灵敏度高、分辨率好的优点, 但其受基质的影响较大, 对前处理的要求较高, 且检测成本大。研究选择糕点、辣条、饮料、酱油等 4 类食品为研究对象, 此 4 类食品在日常检测中抽检数量多、具有代表性; 且目标分析物涵盖了目前市场上常用的多种添加剂, 在不合格样品中检出的现象较为常见, 尤其是防腐剂。本研究建立了 HPLC 同时测定糕点、辣条、饮料、酱油中 11 种食品添加剂的方法, 以期为提高食品添加剂的检测效率提供理论和实践参考。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

Waters e2695 高效液相色谱系统(配有二级阵列管检

测器, 美国 Waters 公司)。

苯甲酸溶液标准物质(纯度 100%)(中国计量科学院); 山梨酸(纯度 99.0%)、糖精钠(纯度 99.9%)、对羟基苯甲酸甲酯(纯度 99.9%)、对羟基苯甲酸丙酯(纯度 98.0%)、对羟基苯甲酸丁酯(纯度 99.5%)(德国 Schlosser GmbH 公司); 对羟基苯甲酸乙酯(纯度 99.8%)、对羟基苯甲酸异丁酯(纯度 99.4%)(美国 Stanford Analytical Chemicals 公司); 脱氢乙酸(纯度 99.0%)、对羟基苯甲酸异丙酯(纯度 99.2%)(上海安谱实验科技股份有限公司); 对羟基苯甲酸苄基(纯度 99.3%, 北京曼哈格生物科技有限公司); 乙酸铵(分析纯)、乙腈(色谱纯)(德国 Merck 公司)。

糕点、辣条、饮料、酱油(2020 年国抽样品)。

1.2 实验方法

1.2.1 溶液配制

标准储备液(约 1 mg/mL): 取苯甲酸溶液标准物质, 质量浓度为 1.0000 mg/mL; 精确称取山梨酸和对羟基苯甲酸苄基标准物质, 置于 50 mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并定容至刻度, 摇匀即得山梨酸标准储备液(1.1029 mg/mL)、对羟基苯甲酸苄基标准储备液(1.5958 mg/mL); 精确称取糖精钠标准物质, 置于 50 mL 容量瓶中, 用水溶解并定容至刻度, 摇匀即得糖精钠标准储备液(1.1598 mg/mL); 精确称取脱氢乙酸标准物质, 置于 50 mL 容量瓶中, 用 20 g/L 氢氧化钠溶解并定容至刻度, 摇匀即得脱氢乙酸标准储备液(1.0419 mg/mL); 精确称取对羟基苯甲酸甲酯、对羟基苯甲酸乙酯、对羟基苯甲酸丙酯、对羟基苯甲酸异丙酯、对羟基苯甲酸异丁酯、对羟基苯甲酸丁酯标准物质, 分别置于 50 mL 容量瓶中, 用无水乙醇溶解并定容至刻度, 摇匀即得标准储备液, 质量浓度分别为: 对羟基苯甲酸甲酯 1.0918 mg/mL、对羟基苯甲酸乙酯 1.1080 mg/mL、对羟基苯甲酸丙酯 1.8179 mg/mL、对羟基苯甲酸异丙酯 1.4309 mg/mL、对羟基苯甲酸异丁酯 1.3988 mg/mL、对羟基苯甲酸丁酯 1.2229 mg/mL。

标准使用液(约 100 μg/mL): 分别准确吸取上述 11 种标准储备液 5.0 mL 于 50 mL 容量瓶中, 用 20% 的甲醇稀释定容至刻度, 摇匀即得标准品使用液。

标准工作液 1~7: 分别准确吸取上述 11 种标准使用液 0.1、0.5、1.0、2.0、3.0、5.0、10.0 mL 分别置于 10 mL 容量瓶中, 用 20% 的甲醇稀释并定容至刻度, 摇匀即得标准工作液 1~7。

1.2.2 样品前处理及提取

(1) 样品前处理

取适量糕点和辣条, 用样品研磨机将样品充分粉碎

成均匀粉末后,装入离心管;取饮料和酱油装入离心管,临用前用玻璃杯充分搅拌 3 min 后使用;所有样品均于 4 °C 储存备用。

(2) 样品提取

精密称取前处理过的样品 5.00 g,置于 50 mL 具塞离心管中,加入 20% 甲醇 20 mL 混匀,于 50 °C 水浴超声提取 20 min,冷却后加入亚铁氰化钾乙酸锌溶液各 2 mL 混匀,5000 r/min 离心 10 min,将水相转移至 50 mL 容量瓶中,于残渣中加 20% 甲醇 20 mL,重复上述操作,最后将水相转移至同一 50 mL 容量瓶中,并用水定容至刻度,混匀。取上清液经 0.22 μm 滤膜过滤,滤液 HPLC 测定分析。

1.2.3 色谱条件

色谱柱: Symmetry ShieldTMRP18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm); 流速: 1.000 mL/min; 柱温: (30±5)°C; 进样量: 10 μL; 波长: 254 nm; 流动相 A: 20 mmol/L 乙酸铵, 流动相 B: 乙腈; 采用梯度洗脱, 洗脱程序见表 1。

表 1 流动相洗脱程序
Table 1 Elution program of mobile phase

时间/min	A/%	B/%
0	83	17
6.0	83	17
6.1	70	30
18.0	70	30
18.1	55	45
40.0	55	45
40.1	83	17
45.0	83	17

1.2.4 试样测定

将按照 1.2.2 处理并提取好的样品加入 HPLC 中,以

保留时间定性得到 11 种添加剂对应峰面积,根据标准曲线计算各成分浓度,试样响应值若超出标准曲线线性范围,则稀释后再进样分析。每份样品平行测定 3 次,计算试样中各类添加剂含量,计算公式为: 各类添加剂含量 (mg/kg)=(各类添加剂所测浓度×稀释倍数)/取样量。

1.2.5 检出限和定量限

以 3 倍信噪比计算目标组分的检出限,以 10 倍信噪比计算目标组分的定量限,计算公式为: 检出限 (mg/kg)=3×标准品加入量/(取样量×信噪比); 定量限 (mg/kg)=10×标准品加入量/(取样量×信噪比)。

2 结果与分析

2.1 提取条件和色谱条件优化

本研究的 11 种食品添加剂既有溶于水的成分,也有不溶于水的成分,本研究参考同时测定多种防腐剂的文献^[21-22],并分别用水和不同浓度(浓度分别为 100%、50%、40%、30%、20%、10%)的甲醇、乙腈、乙醇对不同样品进行提取,综合分析最终选择使用 20% 甲醇作为提取溶剂。

乙酸铵体系常作为防腐剂、甜味剂的分离流动相,本研究比较了甲醇-水、乙腈-水、甲醇-乙酸盐和乙腈-乙酸铵等体系的分离效果,研究发现以水和甲醇作流动相时,分离效果不佳,且基线噪声较大,因此本研究选择乙腈-乙酸铵作为流动相,并优化了梯度洗脱的时间和配比。

增加流速可缩短各个目标物质出峰时间,但峰面积有所降低,综合分离度、理论塔板数、保留时间等指标,本研究选择流速为 1.0 mL/min。

各个目标物质的峰面积随着进样体积的增加而增加,在进样量为 10 μL 时,峰面积和峰形均满足条件。即采用 1.2.3 所述色谱条件,11 种添加剂的色谱峰均完全分离,其峰型良好,无空白溶剂干扰,色谱图见图 1。

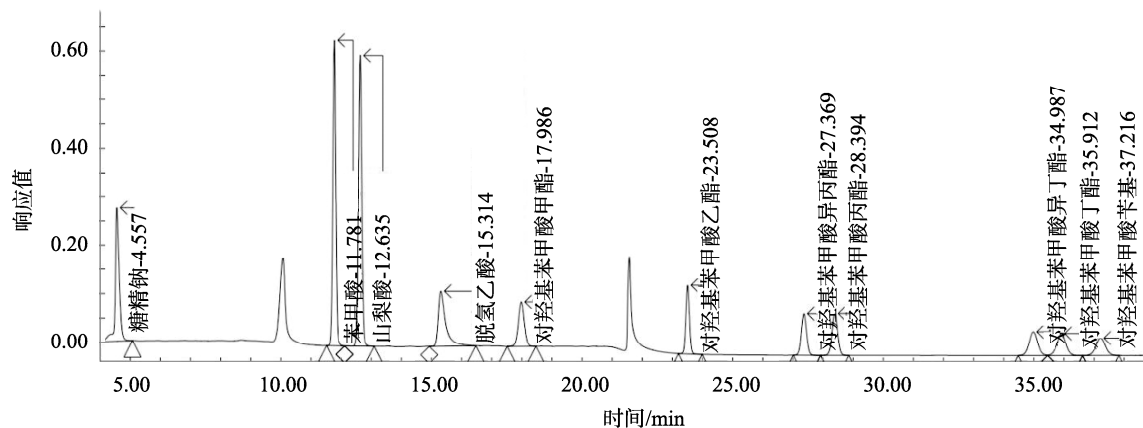


图 1 11 种食品添加剂的色谱图

Fig.1 Chromatogram of 11 food additives

2.2 线性关系

将 11 种不同浓度的食品添加剂标准溶液 1~7 分别加入高效液相色谱系统中, 以 7 个校准点浓度为横坐标, 分析物峰积分面积值为纵坐标, 绘制标准曲线, 计算各成分的回归方程(表 2)。结果显示, 本方法在配制的各浓度范围内线性关系均良好, 相关系数均大于 0.999, 符合测定要求。

表 2 11 种食品添加剂的线性关系和相关系数
Table 2 Linear relations and correlation coefficients of 11 food additives

名称	线性方程	相关系数 <i>r</i>
糖精钠	$Y=21613X+30919$	0.9997
苯甲酸	$Y=43364X+7033.7$	1.0000
山梨酸	$Y=42189X+5866$	1.0000
脱氢乙酸	$Y=18999X-52475$	0.9992
对羟基苯甲酸甲酯	$Y=11541X+2433.8$	0.9997
对羟基苯甲酸乙酯	$Y=10675X-241.1$	0.9999
对羟基苯甲酸异丙酯	$Y=7283.5X-397.5$	1.0000
对羟基苯甲酸丙酯	$Y=6274.6X-2050.7$	1.0000
对羟基苯甲酸异丁酯	$Y=7040.8X-5647.2$	0.9998
对羟基苯甲酸丁酯	$Y=7856.6X-2788.5$	0.9998
对羟基苯甲酸苄基	$Y=5079.1X-6412.9$	0.9998

2.3 检出限与定量限

11 种食品添加剂的检出限和定量限结果见表 3。糖精钠、苯甲酸、山梨酸的检出限和定量限均低于国家标准(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》)规定的检出限 5 mg/kg, 定量限 10 mg/kg^[16]。脱氢乙酸的检出限和定量限均低于国家标准(GB 5009.121—2016《食品安全国家标准食品中脱氢乙酸的测定》)规定的检出限 2 mg/kg, 定量限 5 mg/kg。国家标准(GB 5009.

31—2016《食品安全国家标准食品中对羟基苯甲酸酯类的测定》)规定的对羟基苯甲酸酯类的检出限分别为 0.6 mg/kg, 定量限分别为 2.0 mg/kg, 本研究中对羟基苯甲酸酯类的检出限和定量限均低于国家标准符合检测要求^[18]。

表 3 11 种食品添加剂的检出限和定量限结果
Table 3 Limits of detection and limits of quantification of 11 food additives

名称	信噪比	检出限/(mg/kg)	定量限/(mg/kg)
糖精钠	35.090	0.08	0.28
苯甲酸	55.250	0.05	0.19
山梨酸	53.552	0.06	0.19
脱氢乙酸	7.683	0.39	1.30
对羟基苯甲酸甲酯	5.866	0.51	1.70
对羟基苯甲酸乙酯	11.081	0.27	0.90
对羟基苯甲酸异丙酯	7.131	0.42	1.40
对羟基苯甲酸丙酯	6.574	0.46	1.52
对羟基苯甲酸异丁酯	5.335	0.56	1.87
对羟基苯甲酸丁酯	5.653	0.53	1.77
对羟基苯甲酸苄基	5.06	0.59	1.98

2.4 回收率实验

每类样品取样 9 份, 每份 5.0 g, 3 份加入标准工作液 7(约 100 μg/mL)1.0 mL 作为低水平加标回收, 3 份加入 4.0 mL 作为中水平加标回收, 3 份加入 8.0 mL 作为高水平加标回收, 按照上述样品制备及色谱条件进行检测, 计算回收率, 结果见表 4。由表 4 可知, 糕点、辣条、饮料、酱油中 11 种食品添加剂的回收率分别为 92.9%~116.2%、92.4%~116.5%、84.6%~111.7%、89.1%~111.2%; 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)分别为 1.1%~7.8%、0.8%~8.4%、0.7%~7.4%、0.9%~8.4%, 均满足实验要求。

表 4 11 种食品添加剂的加样回收率与相对标准偏差(*n*=3)
Table 4 Recoveries and RSDs of 11 food additives(*n*=3)

名称	添加水平	回收率/(RSD)/%			
		糕点	辣条	饮料	酱油
糖精钠	低	94.7(2.4)	113.7(6.2)	106.0(2.9)	105.1(2.5)
	中	101.1(2.9)	105.3(7.6)	107.9(4.8)	107.4(6.1)
	高	108.3(5.1)	107.1(4.2)	106.5(4.8)	108.3(5.1)
苯甲酸	低	108.0(2.8)	105.2(3.7)	106.0(5.3)	97.2(6.7)
	中	108.0(5.2)	115.7(8.4)	103.2(3.5)	89.5(5.1)
	高	102.1(4.7)	104.8(6.5)	111.7(1.4)	96.4(6.9)

表 4(续)

名称	添加水平	回收率/%(RSD)%			
		糕点	辣条	饮料	酱油
山梨酸	低	97.7(6.2)	104.4(3.8)	105.9(3.8)	101.3(0.9)
	中	107.4(3.3)	110.5(3.9)	101.9(2.7)	99.3(7.4)
	高	107.2(2.7)	111.5(5.6)	103.1(6.4)	102.6(4.6)
脱氢乙酸	低	110.1(3.5)	92.4(2.7)	84.6(3.2)	105.5(3.6)
	中	100.9(3.0)	98.5(2.1)	88.8(0.7)	105.8(2.1)
	高	102.1(5.3)	101.3(1.8)	86.7(6.5)	102.6(5.9)
对羟基苯甲酸甲酯	低	116.2(6.2)	112.7(3.1)	99.7(5.2)	93.9(5.3)
	中	105.1(7.8)	113.6(5.1)	105.9(2.9)	94.8(4.2)
	高	101.7(5.6)	102.8(1.6)	102.0(5.8)	98.8(4.5)
对羟基苯甲酸乙酯	低	109.6(5.9)	105.2(3.4)	105.0(3.7)	111.2(4.8)
	中	100.6(3.1)	107.8(5.5)	109.1(2.8)	110.8(2.7)
	高	104.7(1.1)	101.8(3.0)	98.3(5.7)	105.7(7.5)
对羟基苯甲酸异丙酯	低	94.8(4.7)	116.5(5.8)	106.4(6.4)	89.1(1.7)
	中	92.9(2.5)	106.6(6.8)	98.3(7.1)	89.6(4.9)
	高	100.7(1.8)	103.4(4.1)	104.1(2.3)	98.7(8.0)
对羟基苯甲酸丙酯	低	107.1(1.5)	95.1(1.5)	108.4(6.1)	100.4(7.1)
	中	112.3(6.8)	102.9(3.8)	100.8(4.1)	102.5(1.1)
	高	103.5(3.5)	112.9(6.9)	103.5(3.0)	97.8(5.7)
对羟基苯甲酸异丁酯	低	100.2(3.0)	108.0(3.3)	97.1(1.1)	93.7(6.1)
	中	98.1(7.7)	105.1(6.2)	97.8(5.9)	101.5(5.1)
	高	99.6(3.3)	102.5(2.1)	104.8(2.6)	93.2(1.3)
对羟基苯甲酸丁酯	低	104.1(5.7)	100.3(2.3)	104.9(3.3)	89.1(7.1)
	中	97.9(3.1)	103.9(0.8)	96.2(4.5)	93.0(3.3)
	高	106.5(5.2)	112.4(5.3)	104.8(2.5)	92.9(8.4)
对羟基苯甲酸苄基	低	115.5(6.1)	110.3(3.4)	87.8(5.7)	105.3(2.7)
	中	103.1(1.2)	111.7(4.0)	93.9(7.4)	99.6(7.4)
	高	99.9(5.2)	101.7(2.9)	98.6(6.3)	107.5(4.2)

2.5 试样测定

研究结果为:辣条属于调味面制品, GB2760—2014 国家标准中规定调味面制品中不得检出脱氢乙酸, 所检辣条样品中脱氢乙酸含量为 105.6 mg/kg, 属于不合格样品; GB2760—2014 国家标准中规定酱油中山梨酸的最大使用量为 1g/kg, 所检酱油样品中检出山梨酸含量为 87.6 mg/kg,

属于合格样品。其他添加剂在 4 类样品中均未检出。

3 结论

本研究探讨了 HPLC 检测糕点、辣条、饮料和酱油中 11 种食品添加剂的含量。样品用 20% 甲醇提取, 加入亚铁氰化钾乙酸锌溶液沉淀蛋白, 提取效率较高, 且过程简便

安全。本方法工作曲线线性相关系数均高于 0.999, 检出限和定量限均低于食品安全国家标准规定值。综上所述, 本研究建立的方法稳定性好、可操作性强, 且检测成本较低, 能够满足多类食品检测的需要, 可作为多类食品中多种添加剂检测的方法, 为食品添加剂的安全评估提供实用的技术手段。

参考文献

- [1] 刘星, 谢鹏, 廖夏云, 等. 不同方法检测食品中对羟基苯甲酸酯类防腐剂[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(17): 6034-6039.
LIU X, XIE P, LIAO XY, *et al.* Determination of paraben preservatives in food by different methods [J]. *J Food Saf Qual*, 2020, 11(17): 6034-6039.
- [2] 李跃红, 徐孟怀, 冉茂乾, 等. 葡萄酒中苯甲酸的测定测量审核结果分析[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(3): 1026-1031.
LI YH, XU MH, RAN MQ, *et al.* Analysis of measurement audit results for the determination of benzoic acid in wine [J]. *J Food Saf Qual*, 2021, 12(3): 1026-1031.
- [3] 陈子凡, 成莲, 曾石峭, 等. 控制图在高效液相色谱法检测食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠中的应用[J]. 标准科学, 2020, (8): 129-132.
CHEN ZF, CHENG L, ZENG SQ, *et al.* Application of control chart in the determination of benzoic acid, sorbic acid and saccharin sodium in food by liquid chromatography [J]. *Stand Sci*, 2020, (8): 129-132.
- [4] 赵灵芝, 黄笑晨, 花中霞, 等. 高效液相色谱-串联质谱法同时测定酒中 6 种对羟基苯甲酸酯类防腐剂[J]. 食品研究与开发, 2019, 40(15): 147-151.
ZHAO LZ, HUANG XC, HUA ZX, *et al.* Simultaneous determination of 6 parabens in wine by high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *Food Res Dev*, 2019, 40(15): 147-151.
- [5] 王丹, 王应雄, 高茹菲. 对羟基苯甲酸乙酯暴露对早孕小鼠围床期子宫内膜功能的影响[C]. 中国毒理学会第九次全国毒理学大会论文集, 中国毒理学会, 2019.
WANG D, WANG YX, GAO RF. Effect of p-hydroxybenzoate on endometrial function during periimplantation in early pregnant mice [C]. *Proceedings of the Ninth National Congress of Toxicology of the Chinese Society of Toxicology, Chinese Society of Toxicology*, 2019.
- [6] 肖潇, 李国君, 宋雁, 等. 基于系统文献检索食品添加剂脱氢乙酸及其钠盐危害识别[J]. 中国食品卫生杂志, 2020, 32(5): 582-588.
XIAO X, LI GJ, SONG Y, *et al.* Hazard identification of dehydroacetic acid and its sodium salt used as food additives based on systematic literature searches [J]. *Chin J Food Hyg*, 2020, 32(5): 582-588.
- [7] CHEN X, WEI QH, LU QQ, *et al.* Sodium dehydroacetate induces coagulation dysfunction by inhibiting liver vitamin K epoxide reductase complex subunit 1 in wistar rats [J]. *Res Vet Sci*, 2019, 124(5): 399-405.
- [8] 周楠, 丁红梅, 杨俊. 高效液相色谱法测定蓝莓酵素酒中山梨酸和糖精钠含量的不确定度评定[J]. 粮食科技与经济, 2020, 45(8): 95-99.
ZHOU N, DING HM, YANG J. Uncertainty evaluation of determination of sorbic acid and sodium saccharine content in blueberry fermented fruit wine by high performance liquid chromatography [J]. *Grain Sci Technol Econ*, 2020, 45(8): 95-99.
- [9] ICSEL C, YILMAZ VT. *In vitro* DNA binding studies of the sweetening agent saccharin and its copper(II) and zinc(II) complexes [J]. *J Photochem Photobiol B*, 2014, 130: 115-121.
- [10] 莫浩斌, 冯嘉骏, 容顺. 分光光度法在食品添加剂检测中的应用分析与研究[J]. 食品安全导刊, 2019, (24): 141-142.
MO HB, FENG JJ, RONG S. Application analysis and research of spectrophotometry in food additive detection [J]. *China Food Saf Magaz*, 2019, (24): 141-142.
- [11] 程春梅, 苏建国. 气相色谱内标法测定蜜饯中的甜蜜素含量[J]. 食品研究与开发, 2019, 40(5): 182-185.
CHEN CM, SU JG. Determination of sodium cyclamate in candied fruit by gas chromatography with internal standard method [J]. *Food Res Dev*, 2019, 40(5): 182-185.
- [12] 王胜, 革丽亚, 谭慧, 等. 气相色谱法测定馒头中甜蜜素的干扰消除[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(6): 1925-1930.
WANG S, GE LY, TAN H, *et al.* Eliminating interference of determining of sodium cyclamate in steamed bread by gas chromatography [J]. *J Food Saf Qual*, 2020, 11(6): 1925-1930.
- [13] 高芝扬, 梁嘉敏. 高效液相色谱法同时测定奶昔粉中的安赛蜜和瑞鲍迪苷 A[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(23): 8647-8652.
GAO ZY, LIANG JM. Determination of acesulfame potassium and rebaudioside A in milkshake powder by high performance liquid chromatography [J]. *J Food Saf Qual*, 2020, 11(23): 8647-8652.
- [14] PARK J, KIM H, HONG S, *et al.* High-performance liquid chromatography and gas chromatography to set the analysis method of stearylactylate, a food emulsifier [J]. *Food Sci Biotechnol*, 2019, 28(6): 1669-1677.
- [15] 郝志阔, 贾洪信, 杨晋青. LC-MS/MS 测定新鲜水果蔬菜中 LAE 的方法[J]. 食品工业, 2020, 41(9): 315-318.
HAO ZK, JIA HX, YANG JQ. Determination of ethyl lauroyl arginine hydrochloride in fresh fruits and vegetables by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Food Ind*, 2020, 41(9): 315-318.
- [16] CARLOS KS, TREBLIN M, JAGER LS. Comparison and optimization of three commercial methods with an LC-MS/MS method for the determination of sulfites in food and beverages [J]. *Food Chem*, 2019, 286: 537-540.
- [17] HENSCHER J, HAYEN H. Application of large volume injection for sensitive LC-MS/MS analysis of seven artificial sweeteners in surface waters [J]. *Methods X*, 2020, 7(7): 101134.
- [18] 景赞, 肖燕, 袁春红, 等. 气质联用同时测定食品中四种防腐剂[J]. 中国食品添加剂, 2017, (5): 204-208.
JING Z, XIAO Y, YUAN CH, *et al.* Simultaneous determination of four preservatives in food by GC-MS [J]. *China Food Addit*, 2017, (5): 204-208.
- [19] WANG J, HANG Y, YAN T, *et al.* Qualitative analysis of flavors and fragrances added to tea by using GC-MS [J]. *J Sep Sci*, 2018, 41(3): 648-656.
- [20] DING M, LIU W, PENG J, *et al.* Simultaneous determination of seven

preservatives in food by dispersive liquid-liquid microextraction coupled with gas chromatography-mass spectrometry [J]. *Food Chem*, 2018, 15(269): 187–192.

- [21] 张倩勉, 邓玉秀, 刘星, 等. HPLC 法同时检测多种防腐剂的研究[J]. *食品科技*, 2018, 43(12): 341–344, 348.

ZHANG QM, DENG YX, LIU X, *et al.* Determination of multiple preservatives of the same way in food by HPLC [J]. *Food Sci Technol*, 2018, 43(12): 341–344, 348.

- [22] 程水连, 何建国, 卢桂英, 等. 食品中多组分甜味剂和防腐剂同时快速测定方法的建立[J]. *食品与机械*, 2020, 36(1): 88–94.

CHENG SL, HE JG, LU GY, *et al.* Establishment of a high-speed method with simultaneous determination of multi-component sweeteners and preservatives in food [J]. *Food Mach*, 2020, 36(1): 88–94.

(责任编辑: 王 欣)

作者简介



刘 星, 工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。

E-mail: 328698976@qq.com



谢 鹏, 硕士, 主管药师, 主要研究方向为食品药品质量与安全。

E-mail: cpuxiepeng@163.com