

超高效液相色谱-变波长法快速检测糕点中 6 种食品添加剂

王承业, 谭高好, 吴基任, 尹青春, 万 娜, 高云慨*

[海南省食品检验检测中心, 国家市场监管重点实验室(热带果蔬质量与安全), 海口 570311]

摘 要: 目的 建立一种快速的超高效液相色谱(ultra performance liquid chromatography, UPLC)-二极管阵列变波长检测方法, 在 10 min 内同时测定糕点中安赛蜜、糖精钠、苯甲酸、山梨酸、脱氢乙酸和纳他霉素 6 种食品添加剂。**方法** 样品经 20% 甲醇水溶液(含 2 mmol/L 甲酸)提取, 乙酸锌、亚铁氰化钾沉淀蛋白, 以甲醇和 20 mmol/L 乙酸铵溶液(含 2 mmol/L 甲酸)作为流动相梯度洗脱, 使用 Agilent Poroshell 120 EC-C₁₈ (100 mm×4.6 mm, 2.7 μm) 色谱柱分离, 二极管阵列-变波长检测。**结果** 6 种食品添加剂在 0.1~100.0 μg/mL 范围内线性关系良好, 相关系数均大于 0.999, 回收率为 83.0%~110.2%, 相对标准偏差为 0.56%~5.96%。安赛蜜、糖精钠、苯甲酸、山梨酸、脱氢乙酸和纳他霉素的检出限为 0.11~0.29 mg/kg, 定量限为 0.38~0.97 mg/kg。**结论** 该方法前处理简单, 分析时间短, 重现性好, 适合用于糕点中 6 种食品添加剂的大批量检测。

关键词: 超高效液相色谱法; 变波长; 糕点; 快速检测

Rapid determination of 6 kinds of food additives in pastry by ultra performance liquid chromatography with variable wavelength

WANG Cheng-Ye, TAN Gao-Hao, WU Ji-Ren, YIN Qing-Chun, WAN Na, GAO Yun-Kai*

(Hainan Institute for Food Control, Key Laboratory of Tropical Fruits and Vegetables Quality and Safety for State Market Regulation, Haikou 570311, China)

ABSTRACT: Objective To establish a rapid detection method of ultra performance liquid chromatography (UPLC)-diode array with variable wavelength, and simultaneously determine 6 kinds of food additives, including acesulfame potassium, sodium saccharin, benzoic acid, sorbic acid, dehydroacetic acid and natamycin in pastries within 10 minutes. **Methods** Samples were extracted by 20% methanol aqueous solution (containing 2 mmol/L formic acid), protein was precipitated by zinc acetate and potassium ferrocyanide, methanol and 20 mmol/L ammonium acetate solution (containing 2 mmol/L formic acid) were used as mobile phase gradient elution, and Agilent Poroshell 120 EC-C₁₈ (100 mm×4.6 mm, 2.7 μm) column was used for separation, and diode array-wavelength-changing detection was used. **Results** The linear relationships of the 6 kinds of food additives were good within the range of 0.1–100.0 μg/mL, with correlation coefficients greater than 0.999, recoveries of 83.0%–110.2%, and relative standard deviations of 0.56%–5.96%. The limits of detection for acesulfame potassium, sodium saccharin, benzoic acid, sorbic acid,

基金项目: 国家市场监管重点实验室(热带果蔬质量与安全)自主研究课题项目(ZZ-2022001)

Fund: Supported by the Independent Research Project of Key Laboratory of Tropical Fruits and Vegetables Quality Safety for State Market Regulation (ZZ-2022001)

*通信作者: 高云慨, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品质量与安全检测技术。E-mail: 827951452@qq.com

*Corresponding author: GAO Yun-Kai, Master, Engineer, Hainan Institute for Food Control, No.285, Nanhai Street, Xiuying District, Haikou 570311, China. E-mail: 827951452@qq.com

dehydroacetic acid and natamycin were 0.11–0.29 mg/kg, and the limits of quantitation were 0.38–0.97 mg/kg.

Conclusion This method has the advantages of simple pretreatment, short analysis time and good reproducibility, and is suitable for mass detection of 6 kinds of food additives in pastry.

KEY WORDS: ultra performance liquid chromatography; variable wavelength; pastry; rapid analysis

0 引言

食品添加剂是用于改善食品品质, 延长其保鲜期, 便于食品加工和增加营养成分的化学合成物或天然物质^[1-2]。在糕点的生产中, 常用食品添加剂来改善糕点的色、香、味等品质, 以及防腐^[3]。安赛蜜、糖精钠、苯甲酸、山梨酸、脱氢乙酸和纳他霉素这 6 种添加剂是糕点生产过程中常用的食品添加剂^[4]。安赛蜜、糖精钠是甜味剂^[5-6], 苯甲酸、山梨酸、脱氢乙酸以及纳他霉素是防腐剂^[7], 它们在国家标准中都有限量规定, GB 2760—2014《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》对于添加剂的使用品种、使用范围及使用量有严格的规定, 并制定了相应的检测方法。相应的检测方法有: SN/T 3538—2013《出口食品中六种合成甜味剂的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法》、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》、GB 5009.121—2016《食品中脱氢乙酸的测定》、GB/T 21915—2008《食品中纳他霉素的测定 液相色谱法》。GB 2760—2014 中还规定: 同一功能的食品添加剂在混合使用时, 各自用量占其最大使用量的比例之和不应超过 1, 但部分糕点食品添加剂使用超标现象十分严重^[8], 对人体健康造成很大的潜在危害^[9]。2016—2019 年国家食品安全抽检计划中的糕点, 其各类型指标不合格项次情况中, 因食品添加剂不合格的占比为 43.19%^[10], 说明糕点中的食品添加剂在监管上还需进一步加强。相应的标准方法中没有同时检测这 6 种添加剂, 安赛蜜采用的标准方法是液相色谱-质谱/质谱法, 检测成本高, 糖精钠、苯甲酸、山梨酸、脱氢乙酸、纳他霉素采用的标准方法是常规液相色谱仪进行分析, 分析时间长, 试剂耗用量大, 因此, 开发一个能够同时检测这 6 种食品添加剂, 将分析时间和分析成本大大降低的快速检测方法显得很有必要。

目前, 6 种添加剂常用的检测方法有气相色谱法^[11-12]、气相色谱-串联质谱法^[13]、液相色谱法^[14-15]及超高效液相色谱-串联质谱法等^[16-18]。高效液相色谱法中的分析时间大多在 20 min^[19-20], 甚至达 30 min^[21-22], 耗时较长。液相色谱法大多报道研究的是同时检测安赛蜜、糖精钠、苯甲酸、山梨酸、脱氢乙酸等添加剂^[23-25], 少有报道同时测定纳他霉素和安赛蜜、糖精钠、苯甲酸、山梨酸、脱氢乙酸等添加剂的研究^[26]。目前报道同时测定 6 种添加剂的常见分析

方法多为超高效液相色谱-串联质谱法^[27], 分析所用时间最短, 但前处理要求高, 试剂耗材成本较高, 不利于大批量筛查检测。超高效液相色谱法近年来多被应用于食品检测中, 具有时间短、分析速度快、试剂消耗少的特点, 也用于食品添加剂的检测, 但是极少有报道单通道中快速同时检测本研究中 6 种食品添加剂。本研究旨在建立一种糕点中安赛蜜、糖精钠、苯甲酸、山梨酸、脱氢乙酸、纳他霉素的超高效液相色谱的快速检测方法, 使其检测时间缩短至 10 min, 并且利用可变波长, 将 6 种食品添加剂在单通道中体现出来, 同时利用 6 种食品添加剂的光谱图作为指纹图库, 将库相似度作为 6 种食品添加剂的一种定性因子, 提高对 6 种食品添加剂定性的准确度, 降低食品添加剂监管中误判的风险, 为监管提供可靠的、快速的检测方法以作参考。

1 材料与方法

1.1 仪器、试剂与材料

1.1.1 实验仪器

Vanquish 超高效液相色谱仪(配有二极管阵列管检测器, 德国 Thermo Fisher Scientific 公司); XS205DU 十万分之一电子天平(瑞士梅特勒-托利多公司); Multi Rcx 型涡旋振荡器(德国 Heidolph 公司); SK7200 超声仪(上海 KUDOS 公司); 5804R 台式高速离心机(德国 Eppendorf 公司)。

1.1.2 试剂与材料

甲醇(色谱纯, 德国默克公司); 甲酸(色谱纯, 美国 ACS 恩科化学); 乙酸铵(色谱纯, 赛默飞世尔科技公司); 冰醋酸、乙酸锌(分析纯, 广州化学试剂厂); 亚铁氰化钾(分析纯, 国药集团化学试剂有限公司); 0.22 μm 滤膜(有机相滤膜, 天津市津腾实验设备有限公司); Agilent Poroshell 120 EC-C₁₈ (100 mm×4.6 mm, 2.7 μm) 色谱柱(美国安捷伦科技有限公司); Waters ACQUITY UPLC HSS T3 (100 mm×2.1 mm, 1.8 μm) 色谱柱、Waters ACQUITY UPLC BEH C₁₈ (100 mm×2.1 mm, 1.7 μm) 色谱柱(美国沃特世公司)。

安赛蜜(纯度 99.69%)、苯甲酸(纯度 99.66%)、山梨酸(纯度 99.18%)、糖精钠(纯度 86.24%)、纳他霉素(纯度 90.41%)(德国 Dr. Ehrenstorfer 公司); 脱氢乙酸(纯度 99.5%, 美国 Chem Service 公司); 纯水由 Milli-Q Academic 净化系统制得。

糕点实际样品均从海口市超市采购。

1.2 实验方法

1.2.1 标准溶液的配制

标准贮备液(约 10 mg/mL): 称取适量安赛蜜、苯甲酸、山梨酸、糖精钠、脱氢乙酸和纳他霉素标准品分别于 10 mL 容量瓶中。安赛蜜、糖精钠用水定容至刻度; 脱氢乙酸先用适量 2%氢氧化钠溶液溶解, 再用水定容; 苯甲酸、山梨酸、纳他霉素用甲醇定容, 得标准贮备液。

标准使用液(1 mg/mL): 适量吸取各个贮备液至同一 50 mL 的容量瓶, 用 50%甲醇水定容至刻度, 得 1 mg/mL 标准使用液, 4℃避光条件下保存。

1.2.2 标准曲线溶液配制

分别适量吸取不同体积的标准使用液, 用 7%甲醇水溶液(含 2 mmol/L 甲酸)配制成质量浓度范围为 0.1~100.0 μg/mL 的混合标准工作液。

1.2.3 样品前处理

称取糕点 2 g (±0.1 g)均匀样品于 50 mL 的离心管, 加入 8 mL 甲酸-甲醇水溶液超声提取 30 min, 8000 r/min 离心 5 min, 移取上清液至另一 50 mL 的离心管中, 残渣再按上述操作提取一次, 合并上清液, 加入 2 mL 乙酸锌溶液(193 g/L)和 2 mL 亚铁氰化钾溶液(92 g/L), 涡旋混匀, 8000 r/min 离心 5 min, 转移上清液至 20 mL 容量瓶中, 用 7%甲醇水溶液(含 2 mmol/L 甲酸)定容至刻度, 摇匀, 经 0.22 μm 滤膜过滤, 上机检测。

1.2.4 色谱仪条件

色谱柱: Agilent Poroshell 120 EC-C₁₈ (100 mm×4.6 mm, 2.7 μm); 柱温 30℃; 流速: 1.0 mL/min; 进样量: 10 μL; 流动相 A: 甲醇, 流动相 B: 20 mmol/L 乙酸铵(含 2 mmol/L 甲酸); 二极管阵列检测器, 检测波长和流动相梯度见表 1。

表 1 梯度洗脱程序
Table 1 Program of gradient elution

时间/min	波长/nm	A/%	B/%
0	230	7	93
0.8	230	7	93
3.5	230	25	75
4.5	230	67	33
5.7	304	67	33
6.5	304	67	33
6.51	304	7	93
10	304	7	93

1.3 数据处理软件

实验数据采用 Microsoft Office 365 处理; 采用 OriginPro 2019b 对数据进行制图分析; 色谱数据采用变色龙 Chromeleon 7.2.10 版本处理。

2 结果与分析

2.1 色谱条件的选择

2.1.1 色谱柱的选择

研究了市面上常用的几种色谱柱: Agilent Poroshell

120 EC-C₁₈ (100 mm×4.6 mm, 2.7 μm)、Waters ACQUITY UPLC HSS T3 (100 mm×2.1 mm, 1.8 μm)、Waters ACQUITY UPLC BEH C₁₈ (100 mm×2.1 mm, 1.7 μm)。在其他分离条件相同的情况下, 使用 T3 柱时, 6 种添加剂都出峰, 但山梨酸和糖精钠分离效果不佳, 使用 BEH C₁₈ 柱时, 6 种食品添加剂在 10 min 内可以很好的分离, 但是峰形较宽, 使用 EC-C₁₈ 柱时, 6 种食品添加剂不仅能够很好的分离, 且峰形尖锐, 所以本方法采用 EC-C₁₈ 柱作为分离色谱柱。色谱图见图 1。

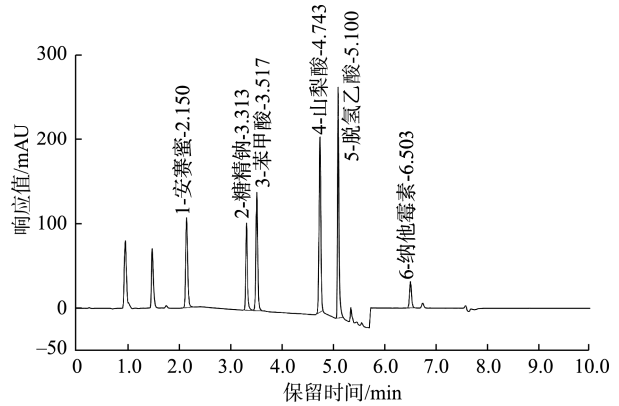


图 1 6 种食品添加剂的标准品色谱图(10 μg/mL)
Fig.1 Chromatograms of the standards for the 6 kinds of food additives (10 μg/mL)

2.1.2 提取剂的改进

6 种添加剂中, 安赛蜜、糖精钠、苯甲酸、山梨酸、脱氢乙酸常见的提取剂为纯水^[24,28-29], 也有用 50%甲醇水来提取甜味剂^[30]。纳他霉素微溶于水, 在中性环境溶解度较低, 偏碱性或酸性时, 溶解度会有所提高^[31], 一些文献方法中用甲醇作提取剂^[32], 还有用 20%甲醇水作提取剂^[33]。本研究分别探究了①水、②20%甲醇水、③20%甲醇水(含 2 mmol/L 甲酸)3 种提取剂。各提取剂的回收率见图 2。图 2 表明, 用①作提取剂时, 6 种食品添加剂都能提取出来, 杂质影响小, 纳他霉素回收率较低, 约在 60%; 用②作提取剂时, 无大的干扰峰, 6 种添加剂分离效果好, 纳他霉素回收率为 84%; ③作提取剂时, 基线较好, 且纳他霉素回收率有 91%。考虑到纳他霉素在偏酸性或偏碱性状态下更容易溶解提取, 因此本研究采用③20%甲醇水(含 2 mmol/L 甲酸)作提取剂。

2.1.3 流动相的优化

以 Agilent Poroshell 120 EC-C₁₈ (100 mm×4.6 mm, 2.7 μm) 作为分析柱, 本研究比较了 4 组流动相, a 组: 20 mmol/L 乙酸铵溶液-甲醇; b 组: 20 mmol/L 乙酸铵(含 2 mmol/L 甲酸)-甲醇; c 组: 20 mmol/L 乙酸铵-乙腈; d 组: 10%乙酸水-甲醇。研究发现, 当流动相为 a 组时, 在 3.300 min, 山梨酸和糖精钠不能很好分离; 当流动相为 c 组时, 山梨酸在 5.640 min 出峰, 但有明显的杂质干扰, 影响定量; 当流动相为 d 组时, 只有纳他霉素有良好峰形, 另外 5 种添加

剂分离效果不佳; 当流动相为 b 组时, 6 种物质分离效果良好且无较大干扰峰, 纳他霉素的响应也较好, 色谱图见图 3。因此, 综合考虑, 本研究选用 b 组: 20 mmol/L 乙酸铵(含 2 mmol/L 甲酸)-甲醇作流动相。

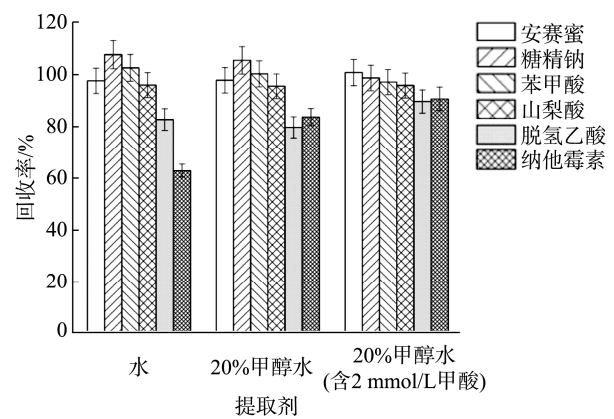


图 2 各提取剂的回收率(n=3)
Fig.2 Recovery of each extractant (n=3)

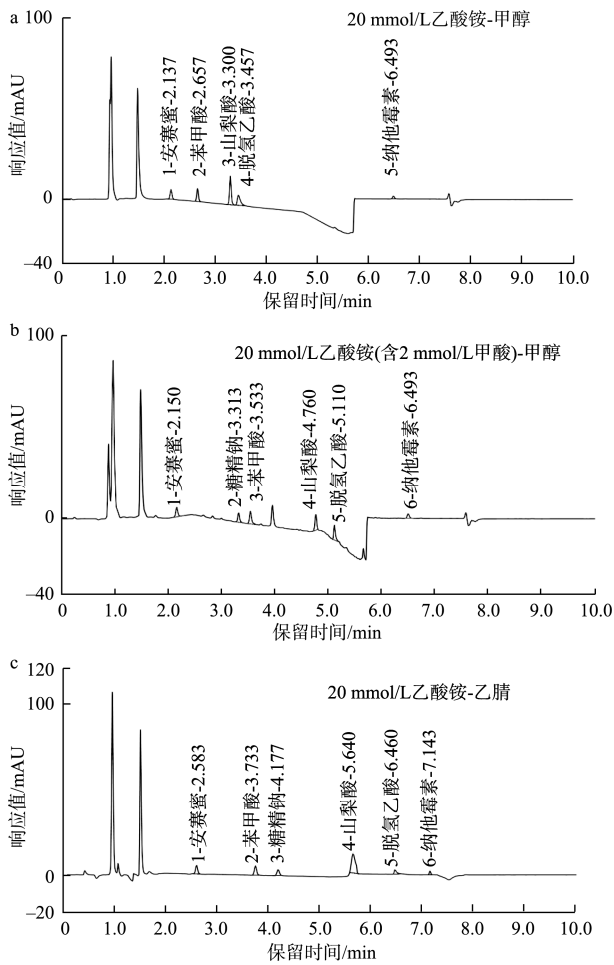


图 3 流动相 a、b、c 组色谱图
Fig.3 Mobile phase a, b, c group chromatograms

2.1.4 检测波长的选择
将 6 种防腐剂用二极管阵列检测器进行全波长扫描, 安赛蜜的最大吸收波长在 227 nm; 糖精钠的最大吸收波长在 203 nm; 苯甲酸有两个吸收波长的峰值点, 分别是 200 和 224 nm; 山梨酸的最大吸收波长在 254 nm; 脱氢乙酸的最大吸收波长在 230 nm; 纳他霉素的最大吸收波长在 304 nm。综上, 本研究设安赛蜜、苯甲酸、山梨酸、糖精钠、脱氢乙酸的检测波长为 230 nm, 纳他霉素的检测波长为 304 nm, 并设置了时间范围内的可变波长, 实现单通道波长切换检测。

2.2 线性关系与检出限

混合标准工作液的测定按照上述色谱条件进行, 以添加剂的峰面积为纵坐标(Y), 质量浓度为横坐标(X, $\mu\text{g/mL}$), 绘制标准曲线。以 3 倍信噪比(S/N)计算检出限, 10 倍信噪比(S/N)计算定量限, 线性方程、相关系数和检出限、定量限结果见表 2。本方法中 6 种添加剂的线性范围为 0.1~100.0 $\mu\text{g/mL}$, 相关系数良好, 检出限和定量限均小于 SN/T 3538—2013 中安赛蜜的测定低限 1.0 mg/kg; GB 5009.28—2016 中苯甲酸、山梨酸、糖精钠的检出限 5 mg/kg, 定量限 10 mg/kg; GB 5009.121—2016 中脱氢乙酸的检出限 1 mg/kg, 定量限 3 mg/kg; GB/T 21915—2008 中纳他霉素的检出限 0.5 mg/kg。

表 2 6 种食品添加剂的线性方程、相关系数、检出限和定量限
Table 2 Linear relations, correlation coefficients, limits of detection and limits of quantification of 6 kinds of food additives

名称	线性方程	相关系数	检出限/(mg/kg)	定量限/(mg/kg)
安赛蜜	$Y=0.4825X-0.0041$	0.9999	0.15	0.49
糖精钠	$Y=0.4091X-0.0042$	0.9998	0.16	0.52
苯甲酸	$Y=0.5487X-0.0002$	0.9998	0.11	0.38
山梨酸	$Y=0.8234X+0.0323$	0.9998	0.17	0.57
脱氢乙酸	$Y=0.8293X-0.0301$	0.9996	0.16	0.54
纳他霉素	$Y=0.2446X-0.0004$	0.9999	0.29	0.97

2.3 方法的加标回收率和精密度

称取 18 份阴性样品, 设置低(5 mg/kg)、中(50 mg/kg)、高(500 mg/kg)加标水平, 6 份加入标准使用液 0.01 mL 作为低加标水平, 6 份加入标准使用液 0.10 mL 作为中加标水平, 6 份加入标准使用液 1.00 mL 作为高加标水平。按照上述方法处理样品及色谱条件进行检测, 计算 6 种添加剂的回收率和相对标准偏差(relative standard deviations, RSDs), 结果见表 3。表 3 的结果表明, 方法的回收率为 83.0%~110.2%, RSDs 为 0.56%~5.96%, 实验结果满足检测要求。

表 3 糕点中 6 种添加剂回收率及 RSDs (n=6)
Table 3 Recoveries and RSDs of 6 kinds of food additives
in pastries (n=6)

名称	添加水平	回收率/%	RSDs/%
安赛蜜	低	98.2	3.05
	中	94.9	3.32
	高	96.9	1.66
糖精钠	低	110.2	4.45
	中	94.5	4.60
	高	95.3	2.45
苯甲酸	低	97.2	2.22
	中	93.9	1.49
	高	96.7	0.64
山梨酸	低	85.0	5.96
	中	89.8	1.84
	高	91.6	0.63
脱氢乙酸	低	84.3	2.71
	中	83.0	1.94
	高	89.9	1.27
纳他霉素	低	92.9	2.26
	中	90.1	1.68
	高	92.1	0.56

2.4 样品检测结果

2.4.1 光谱图库的建立及应用

本研究将 6 种添加剂标准液的光谱建立成标准光谱库, 将加标样品(5 mg/kg)的光谱进行库中匹配, 如图 4。图 4 说明, 样品中的 6 种添加剂能够很好匹配建立的标准光谱库, 并且匹配度都大于 900, 提高了超高效液相色谱法定性 6 种添加剂的准确性。

2.4.2 实际样品检测结果

本研究采集了 8 份实际样品, 分别按照 SN/T 3538—2013 测定安赛蜜; GB 5009.28—2016 测定苯甲酸、山梨酸和糖精钠; GB 5009.121—2016 测定脱氢乙酸; GB/T 21915—2008 测定纳他霉素, 以及用本研究方法对实际样品进行处理和检测, 检测结果如表 4。实际样品中, 无安赛蜜检出, 糖精钠有 1 份检出, 苯甲酸有 1 份检出, 山梨酸和脱氢乙酸有 4 份检出, 纳他霉素有 2 份检出。将检出值作对比, 本方法测定结果与各标准方法的测定结果的相对标准偏差小于 15%, 符合 GB/T 27404—2008《实验室质量控制规范 食品理化检验》附录 F 中要求的含量为 10~1000 mg/kg 样品的检测结果偏差范围小于 15%, 说明本方法结果准确可靠。

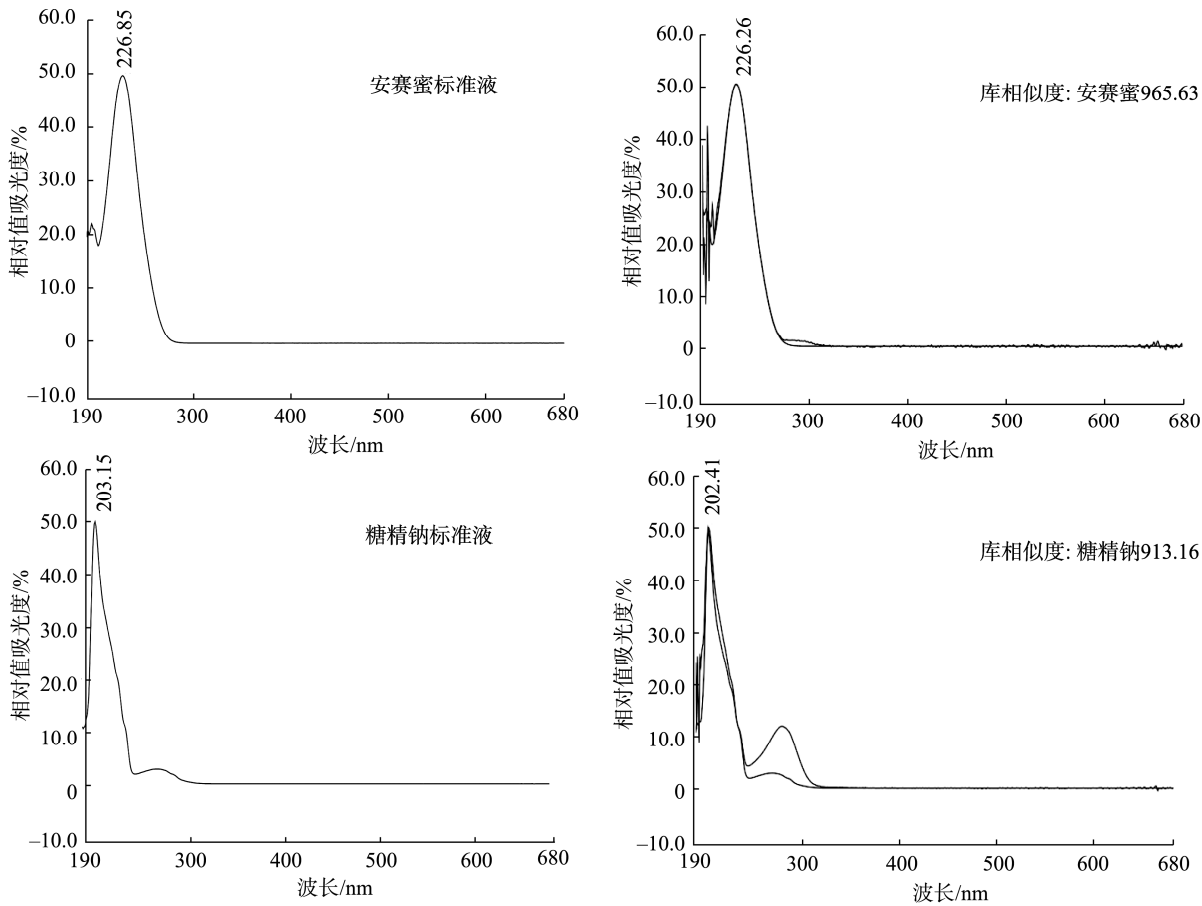


图 4 加标样品(5 mg/kg)与标准液的光谱图对比
Fig.4 Spectral comparison of spiked sample (5 mg/kg) and standard solution

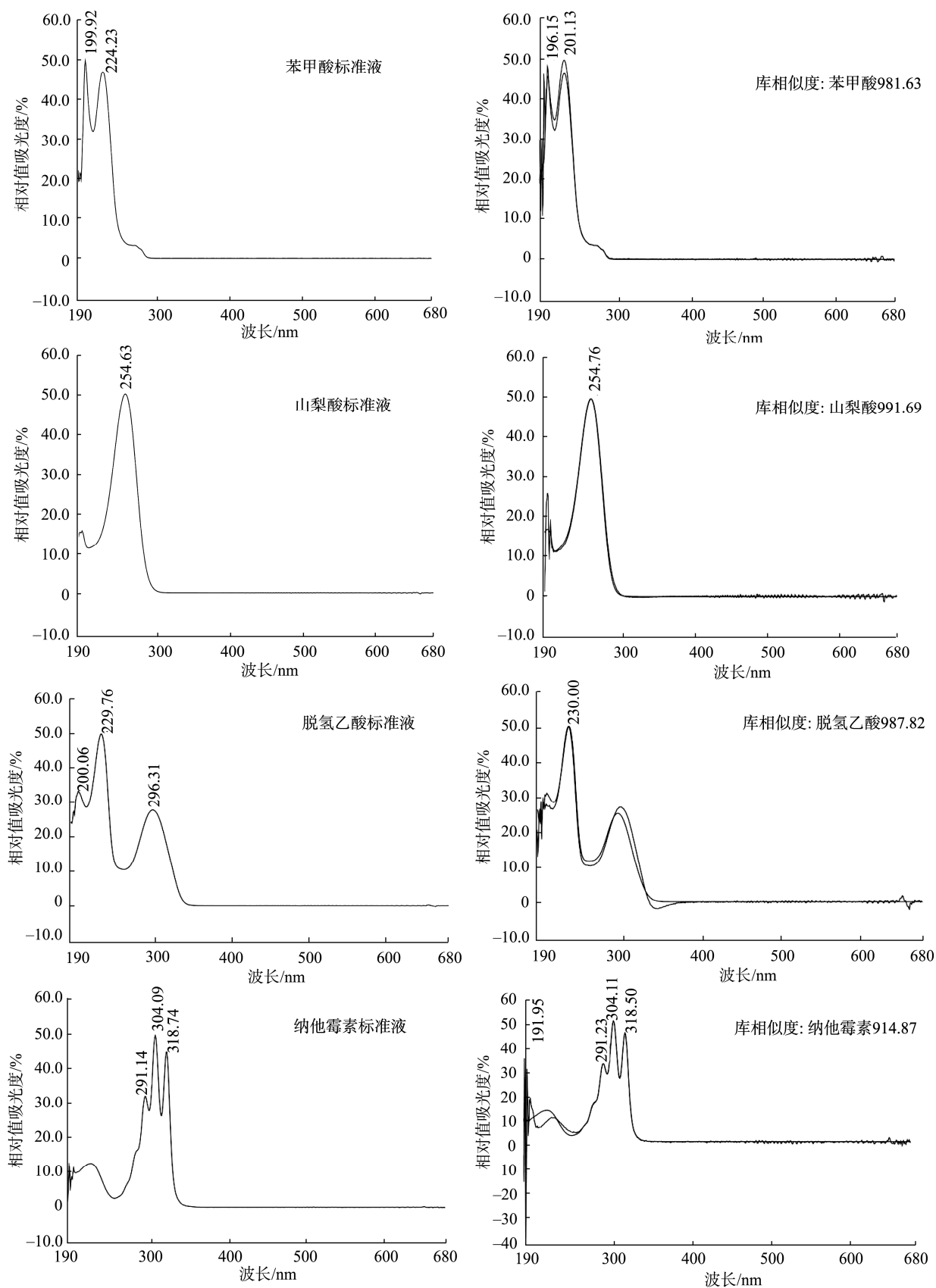


图 4(续) 加标样品(5 mg/kg)与标准液的光谱图对比

Fig.4 Spectral comparison of spiked sample (5 mg/kg) and standard solution

表 4 8 份样品检测结果
Table 4 Detection results of 8 samples

实际样品	食品添加剂	本研究结果 /(mg/kg)	标准方法结果 /(mg/kg)	标准偏差 /%
芒果风味蛋糕	安赛蜜	ND	ND	/
	糖精钠	ND	ND	/
	苯甲酸	ND	ND	/
	山梨酸	229.6	239.0	3.9
	脱氢乙酸	112.3	121.0	7.2
	纳他霉素	ND	ND	/
纯蛋糕(原味)	安赛蜜	ND	ND	/
	糖精钠	ND	ND	/
	苯甲酸	ND	ND	/
	山梨酸	187.1	180.0	3.9
	脱氢乙酸	73.7	78.6	6.3
	纳他霉素	ND	ND	/
榴莲熟了风味蛋糕	安赛蜜	ND	ND	/
	糖精钠	ND	ND	/
	苯甲酸	ND	ND	/
	山梨酸	ND	ND	/
	脱氢乙酸	ND	ND	/
	纳他霉素	16.2	16.0	1.4
雪松(乳酸菌味蛋糕)	安赛蜜	ND	ND	/
	糖精钠	ND	ND	/
	苯甲酸	ND	ND	/
	山梨酸	ND	ND	/
	脱氢乙酸	ND	ND	/
	纳他霉素	14.4	14.1	2.5
纯蛋糕	安赛蜜	ND	ND	/
	糖精钠	ND	ND	/
	苯甲酸	10.4	9.9	4.8
	山梨酸	ND	ND	/
	脱氢乙酸	ND	ND	/
	纳他霉素	ND	ND	/
乳酸菌味软面包(热加工)	安赛蜜	ND	ND	/
	糖精钠	ND	ND	/
	苯甲酸	ND	ND	/
	山梨酸	78.0	68.5	13.8
	脱氢乙酸	102.9	110.0	6.4
	纳他霉素	ND	ND	/

表 4(续)

实际样品	食品添加剂	本研究结果 /(mg/kg)	标准方法结果 /(mg/kg)	偏差 /%
豪士早餐吐司面包	安赛蜜	ND	ND	/
	糖精钠	ND	ND	/
	苯甲酸	ND	ND	/
	山梨酸	241.7	236.0	2.4
	脱氢乙酸	146.4	154.0	5.0
	纳他霉素	ND	ND	/
长崎蛋糕	安赛蜜	ND	ND	/
	糖精钠	1.3	1.2	8.3
	苯甲酸	ND	ND	/
	山梨酸	ND	ND	/
	脱氢乙酸	ND	ND	/
	纳他霉素	ND	ND	/

注: ND 为未检出; / 为无计算值。

3 结 论

本研究采用超高效液相色谱法, Agilent Poroshell 120 EC-C₁₈ 表面多孔层色谱柱, 对安赛蜜、糖精钠、苯甲酸、山梨酸、脱氢乙酸和纳他霉素同时进行检测。每个糕点样品原来需要采用 4 种不同方法, 每一种方法进样分析时间都较长, 并且需要不同的流动相, 不同检测波长还需要有不同通道, 而本研究缩短至只需 10 min, 在单通道中变波长就能完成 6 种食品添加剂的定量分析。对比国家标准检测方法, 本方法不仅提高了工作效率、节省了大量试剂, 而且检出限、定量限、回收率和重复性均符合检测要求。本研究还建立了 6 种添加剂的标准光谱图库, 提高了对假阳性样品的判断能力, 可为监管提供不同的检测思路。

参考文献

[1] SUN L, XIN F, ALPER HS. Bio-synthesis of food additives and colorants-agrowing trend in future food [J]. Biotechnol Adv, 2021, 47: 107694.

[2] 许金英. 食品添加剂对食品安全的影响及策略研究[J]. 食品安全导刊, 2022, (8): 34–36.

XU JY. Research on the influence and strategy of food additives on food safety [J]. China Food Saf Magaz, 2022, (8): 34–36.

[3] 朱燕莉, 王正莉, 王卫, 等. 天然食品防腐剂的抑菌机理研究进展[J]. 中国调味品, 2021, 46(9): 176–180.

ZHU YL, WANG ZL, WANG W, et al. Research progress on antibacterial

- mechanism of natural food preservatives [J]. *China Cond*, 2021, 46(9): 176–180.
- [4] 毛伟峰, 宋雁. 食品中常见甜味剂使用方面存在的主要问题及危害[J]. *食品科学技术学报*, 2018, 36(6): 9–14.
- MAO WF, SONG Y. Major problems and hazards in use of sweeteners commonly found in foods [J]. *J Food Sci Technol*, 2018, 36(6): 9–14.
- [5] 王杉, 揭琴丰, 邱伟华. 食品防腐剂的应用现状、问题及对策[J]. *中国食品添加剂*, 2011, (6): 163–166.
- WANG S, JIE QF, QIU WH. Current application, problems and countermeasures of food preservative [J]. *China Food Addit*, 2011, (6): 163–166.
- [6] 刘金鼎. 运动型饮料中多种着色剂、防腐剂以及甜味剂的检测[J]. *中国食品添加剂*, 2018, 169(3): 182–186.
- LIU JD. Determination of various colorants, preservatives and sweeteners in sports drink [J]. *China Food Addit*, 2018, 169(3): 182–186.
- [7] KHOSROKHAVAR R, SADEGHZADEH N, AMINI M, *et al.* Simultaneous determination of preservatives (sodium benzoate and potassium sorbate) in soft drinks and herbal extracts using high-performance liquid chromatography (HPLC) [J]. *J Med Plants*, 2010, 4649(35): 115–126.
- [8] 林刚健, 杨挺, 夏慧丽. 食品添加剂的使用对我国食品安全的影响分析[J]. *食品工业*, 2021, 42(9): 329–333.
- LIN GJ, YANG T, XIA HL. Research on the impact of the use of food additive on food safety [J]. *Food Ind*, 2021, 42(9): 329–333.
- [9] 李婷婷, 朱勇辉, 马娟娟. 食品添加剂发展研究进展[J]. *食品安全导刊*, 2022, (1): 159–161.
- LI TT, ZHU YH, MA JJ. Research progress on the development of food additives [J]. *China Food Saf Magaz*, 2022, (1): 159–161.
- [10] 王超, 张秀宇, 王菲, 等. 2016–2019 年我国糕点监督抽检结果分析[J]. *食品安全质量检测学报*, 2020, 11(6): 2013–2018.
- WANG C, ZHANG XY, WANG F, *et al.* Analysis of food safety supervision and sampling inspection results of pastries in China in 2016–2019 [J]. *J Food Saf Qual*, 2020, 11(6): 2013–2018.
- [11] 何亚芬. 气相色谱法同时检测食品中 9 种常见食品添加剂方法的建立与应用[D]. 南昌: 江西农业大学, 2020.
- HE YF. Establishment and application of gas chromatography for simultaneous determination of nine common food additives in food [D]. Nanchang: Jiangxi Agricultural University, 2020.
- [12] 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.
- [13] WANG JW, HANG YX, YAN TT, *et al.* Qualitative analysis of flavors and fragrances added to tea by using GC-MS [J]. *J Sep Sci*, 2018, 41(3): 648–656.
- [14] TIGHRINEA, AMIR Y, ALFARO P, *et al.* Simultaneous extraction and analysis of preservatives and artificial sweeteners in juices by salting out liquid-liquid extraction method prior to ultra-high performance liquid chromatography [J]. *Food Chem*, 2019, (277): 586–594.
- [15] MA JP, LI S, WU GG, *et al.* Preparation of mixed matrix membranes from metal organic framework (MIL-53) and poly (vinylidene fluoride) for use in determination of sulfonylurea herbicides in aqueous environments by high performance liquid chromatography [J]. *Colloid Interf Sci*, 2019, (553): 834–844.
- [16] 郑娟梅, 莫紫梅, 王警, 等. 液相色谱-串联质谱法同时检测糕点中 31 种食品添加剂[J]. *中国食品添加剂*, 2021, 32(4): 70–80.
- ZHENG JM, MO ZM, WANG J, *et al.* Simultaneous determination of 31 food additives in pastries with liquid performance chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *China Food Addit*, 2021, 32(4): 70–80.
- [17] 宗珊盈, 李超, 张娟, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定食品中 7 种防腐剂和 4 种甜味剂[J]. *中国食品添加剂*, 2016, (6): 195–199.
- ZONG SY, LI C, ZHANG J, *et al.* Simultaneous determination of 7 kinds of preservatives and 4 kinds of sweeteners in foods by UPLC-MS/MS [J]. *China Food Addit*, 2016, (6): 195–199.
- [18] MARTINS FCOL, SENTANIN MA, SOUZA DD. Analytical methods in food additives determination compounds with functional applications [J]. *Food Chem*, 2019, 272: 732–750.
- [19] 刘星, 杨黎, 冯婷, 等. 高效液相色谱法检测 4 种食品中 11 种食品添加剂[J]. *食品安全质量检测学报*, 2021, 12(10): 4188–4194.
- LIU X, YANG L, FENG T, *et al.* Determination of 11 kinds of food additives in 4 kinds of foods by high performance liquid chromatography [J]. *J Food Saf Qual*, 2021, 12(10): 4188–4194.
- [20] 吴毅, 何林飞, 刘常凯, 等. 固相萃取-高效液相色谱法同时测定糕点中 13 种添加剂的研究[J]. *中国食品添加剂*, 2019, 30(11): 166–172.
- WU Y, HE LF, LIU CK, *et al.* Simultaneous determination of 13 additives in pastry by solid phase extraction and high performance liquid chromatography [J]. *China Food Addit*, 2019, 30(11): 166–172.
- [21] 史立学, 毛焕军, 李全合, 等. 高效液相色谱法同时测定功能性饮料中 13 种食品添加剂[J]. *安徽农业科学*, 2021, 49(15): 185–187.
- SHI LX, MAO HJ, LI QH, *et al.* Simultaneous determination of 13 food additives in functional drinks by HPLC [J]. *J Anhui Agric Sci*, 2021, 49(15): 185–187.
- [22] 解楠. 高效液相色谱法同时测定饮料和果冻中 9 种食品添加剂[J]. *食品安全质量检测学报*, 2021, 12(4): 1524–1530.
- XIE N. Simultaneous determination of 9 food additives in beverages and jelly by high performance liquid chromatography [J]. *J Food Saf Qual*, 2021, 12(4): 1524–1530.
- [23] 杨坤, 刘桂琼, 吴凯仪. 超高效液相色谱法同时快速测定陈年道菜中安赛蜜、苯甲酸、山梨酸、糖精钠、脱氢乙酸[J]. *中国调味品*, 2020, 45(9): 156–159.
- YANG K, LIU GQ, WU KY. Simultaneous and rapid determination of acesulfame, benzoic acid, sorbic acid, saccharin sodium and dehydroacetic acid in aged dishes by UPLC [J]. *China Cond*, 2020, 45(9): 156–159.
- [24] 陈磊. 高效液相色谱法测定绿豆糕中 5 种常见的食品添加剂[J]. *食品*

- 安全导刊, 2021, (7): 64–67.
- CHEN L. Determination of five common food additives in mung bean cake by HPLC [J]. *China Food Saf Magaz*, 2021, (7): 64–67.
- [25] CANTARELLI MA, PELLERANO RG, MARCHEYSKY EJ, *et al.* Simultaneous determination of aspartame and acesulfame-K by molecular absorption spectrophotometry using multivariate calibration and validation by high performance liquid chromatography [J]. *Food Chem*, 2009, (115): 1128–1132.
- [26] 刘婷, 吴道澄. 食品中纳他霉素的使用及其分析方法[J]. *中国调味品*, 2012, 37(11): 13–15.
- LIU T, WU DC. Use and analytical method of natamycin in food [J]. *China Cond*, 2012, 37(11): 13–15.
- [27] 王警, 郑娟梅, 王海波, 等. 高效液相色谱-串联质谱法同时检测非蛋白饮料中 30 种食品添加剂[J]. *食品工业科技*, 2020, 41(18): 204–211, 271.
- WANG J, ZHENG JM, WANG HB, *et al.* Simultaneous determination of 30 food additives in non-protein beverages by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Food Ind Technol*, 2020, 41(18): 204–211, 271.
- [28] 田莉, 张仁正, 李静峰, 等. HPLC 法测定熟肉制品中苯甲酸、山梨酸和脱氢乙酸的含量[J]. *中国食品添加剂*, 2016, (10): 172–175.
- TIAN L, ZHANG RZ, LI JF, *et al.* Determination of benzoic acid, sorbic acid and dehydroacetic acid in cooked meat products by HPLC [J]. *China Food Addit*, 2016, (10): 172–175.
- [29] 路杨, 王丽英, 刘印平, 等. 超高效液相色谱法测定焙烤食品中 9 种甜味剂及防腐剂[J]. *食品安全质量检测学报*, 2021, 12(5): 1725–1730.
- LU Y, WANG LY, LIU YP, *et al.* Determination of 9 kinds of sweeteners and preservatives in bakery products by ultra performance liquid chromatography [J]. *J Food Saf Qual*, 2021, 12(5): 1725–1730.
- [30] MA K, LI XJ, WANG HF, *et al.* Rapid and sensitive method for the determination of eight food additives in red wine by ultra-performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *Food Anal Methods*, 2014, 8(1): 203–212.
- [31] 孙成行, 张福娟, 王廷平. 纳他霉素的应用与检测方法研究进展[J]. *中国食品添加剂*, 2017, (3): 178–182.
- SUN CX, ZHANG FJ, WANG YP. Research progress of application and detection method of natamycin [J]. *China Food Addit*, 2017, (3): 178–182.
- [32] 刘琦, 高志莹, 洪霞, 等. 高效液相色谱法同时测定糕点中富马酸二甲酯与纳他霉素[J]. *中国酿造*, 2016, 35(5): 182–186.
- LIU Q, GAO ZY, HONG X, *et al.* Simultaneous determination of dimethyl fumarate and natamycin in cake by HPLC [J]. *China Brew*, 2016, 35(5): 182–186.
- [33] 王然然, 王楠楠, 苗育可, 等. 高效液相色谱法同时测定食品中 8 种食品添加剂[J]. *现代食品*, 2021, (5): 148–150.
- WANG RR, WANG NN, MIAO YK, *et al.* Simultaneous determination of eight food additives in food by high performance liquid chromatography [J]. *Mod Food*, 2021, (5): 148–150.

(责任编辑: 张晓寒 郑 丽)

作者简介



王承业, 助理工程师, 主要研究方向为食品质量与安全检测技术、功能食品研究。
E-mail: Chengye-Wang@outlook.com



高云慨, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品质量与安全检测技术。
E-mail: 827951452@qq.com