

DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20240606001

直接浸入式固相微萃取-气相色谱法同时测定调味品中的山梨酸、苯甲酸和脱氢乙酸含量

冯 竞^{1*}, 杨 飞¹, 龚羽婷¹, 郭研研¹, 陈文豪¹, 董 浩^{2*}

(1. 广州市天河区疾病预防控制中心, 广州 510630; 2. 仲恺农业工程学院轻工食品学院, 农业农村部岭南特色食品绿色加工与智能制造重点实验室, 广州 510225)

摘 要: **目的** 建立直接浸入固相微萃取结合气相色谱法同时测定调味品中 3 种常见防腐剂(山梨酸、苯甲酸、脱氢乙酸)含量的分析方法。**方法** 本研究对直接浸入固相微萃取的多个关键参数, 包括萃取温度、萃取时间和盐酸添加量, 进行了系统优化, 以寻求最佳的萃取效率。采用气相色谱仪进行测定, 并利用外标法进行定量分析。对建立的直接浸入固相微萃取结合气相色谱法进行了全面的方法学评价, 并实际应用于调味品样品的检测。**结果** 3 种防腐剂在标准曲线范围内均呈现出优异的线性关系, 相关系数(r) ≥ 0.9960 , 方法的检出限为 0.08~0.96 mg/L, 定量限为 0.25~3.20 mg/L, 回收率为 92.8%~106.3%。**结论** 该方法操作简便、灵敏度高、结果准确可靠, 为同时检测调味品中山梨酸、苯甲酸、脱氢乙酸含量提供了有效技术手段, 在食品安全检测领域具有一定的应用价值和推广前景。

关键词: 直接浸入式固相微萃取; 气相色谱; 防腐剂; 调味品

Simultaneous determination of sorbic acid, benzoic acid and dehydroacetic acid content in condiments by direct immersion solid phase microextraction with gas chromatography

FENG Jing^{1*}, YANG Fei¹, GONG Yu-Ting¹, GUO Yan-Yan¹, CHEN Wen-Hao¹, DONG Hao^{2*}

(1. Guangzhou Tianhe District Center for Disease Control and Prevention, Guangzhou 510630, China; 2. Key Laboratory of Green Processing and Intelligent Manufacturing of Lingnan Specialty Food, Ministry of Agriculture and Rural Affairs, Zhongkai University of Agriculture and Engineering, Guangzhou 510225, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the simultaneous determination of 3 kinds of common preservatives (sorbic acid, benzoic acid, dehydroacetic acid) content in condiments by direct immersion solid phase microextraction combined with gas chromatography. **Methods** In this study, several key parameters of direct immersion solid-phase microextraction, including extraction temperature, extraction time and hydrochloric acid addition, were systematically optimized to maximize extraction efficiency. Gas chromatography was employed for the quantitative determination of the preservatives, utilizing the external standard method for analysis. A

*通信作者: 冯竞, 硕士, 主要研究方向为公共卫生、食品安全检测。E-mail: fengjing@thnet.gov.cn

董浩, 博士, 副教授, 主要研究方向为食品加工与质量安全控制。E-mail: donghao@zhku.edu.cn

*Corresponding author: FENG Jing, Master, Guangzhou Tianhe District Center for Disease Control and Prevention, Guangzhou 510630, China. E-mail: fengjing@thnet.gov.cn

DONG Hao, Ph.D, Associate Professor, College of Light Industry and Food Sciences, Zhongkai University of Agriculture and Engineering, No.24, Dongsha Street, Haizhu District, Guangzhou 510225, China. E-mail: donghao@zhku.edu.cn

comprehensive methodological evaluation of the direct immersion solid phase microextraction coupled with gas chromatography method was performed, and its application to condiment samples was demonstrated. **Results** The developed method exhibited excellent linearity for the three preservative (sorbic acid, benzoic acid, dehydroacetic acid) in the range of the standard curve, with correlation coefficient (r) was no less than 0.9960. The limits of detection ranged from 0.08 to 0.96 mg/L and the limits of quantitation were between 0.25 and 3.20 mg/L. The recovery rates of the developed method ranged from 92.8% to 106.3%. **Conclusion** The proposed method is simple, sensitive, accurate and reliable for simultaneous determination of sorbic acid, benzoic acid, and dehydroacetic acid in condiments. This method holds significant application potential and promotion prospects in the field of food safety testing.

KEY WORDS: direct immersion solid phase microextraction; gas chromatography; preservative; condiments

0 引言

调味品在烹饪和食品制作中具有去腥、除膻、解腻、增香、增鲜等作用,能够提升食物的风味和口感层次。为确保调味品在保质和贮存过程中的稳定性和安全性,需要添加适量的防腐剂抑制微生物的生长,实现防腐、抑菌杀菌的效果,延长调味品的货架期^[1]。山梨酸、苯甲酸和脱氢乙酸作为广泛应用的防腐剂,因其强大的抗菌能力而备受青睐。然而有研究表明,山梨酸的过量摄入可能对骨骼生长产生抑制作用,并对肾脏和肝脏造成损伤^[2];苯甲酸的长期过量摄入可能导致慢性中毒,产生晕眩、头痛、记忆力急剧下降、乏力、神经衰弱、失眠等症状,甚至可能降低体内免疫细胞数量,从而增加再生障碍性贫血的风险^[3];脱氢乙酸在人体内能够迅速被吸收并广泛分布于血浆和多个器官中,具有抑制凝血和多种氧化酶的作用^[4]。因此,添加剂的使用需要受到严格的监管,达到保障消费者健康和确保调味品行业可持续发展。GB 2760—2024《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》规定复合调味料中山梨酸限量标准为 1.0 g/kg,苯甲酸限量标准为 0.6 g/kg,脱氢乙酸限量标准为 0.5 g/kg。

目前,检测防腐剂的主要方法有高效液相色谱法^[5-10]、气相色谱法(gas chromatography, GC)^[11-15]、离子色谱法^[16-17]等。这些方法的样品处理过程涉及有机溶剂萃取、浓缩等多个步骤,操作烦琐;同时,实验中有有机试剂消耗量大,不满足环境友好的绿色分析方法要求。而固相微萃取技术是色谱分析中常用的样品前处理手段,具有操作简便、无需有机试剂等优点。其中,直接浸入式固相微萃取(direct immersion solid phase microextraction, DI-SPME)技术是通过将萃取纤维浸入样品中吸附目标组分,因此适用于半挥发性和非挥发性的极性和离子型化合物的萃取^[18]。本研究采用 DI-SPME 技术,并结合 GC,建立了针对调味品中山梨酸、苯甲酸及脱氢乙酸的定性及定量分析方法,优化得到了最佳萃取条件,考察了灵敏度、稳定性、精确度方法学参数。以期对调味品中山梨酸、苯甲酸和脱氢乙酸的快

速检测提供一种有效技术手段,也为相关领域的研究提供有价值的技术参考。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

10 种复合调味品(半固体复合调味品和液体复合调味品)购买自当地超市。

二乙烯基苯、*N*-乙烯基吡咯烷酮(分析纯,国药集团化学试剂有限公司);2,2-偶氮二异丁腈(分析纯,上海阿拉丁生化科技股份有限公司);山梨酸(纯度 99%)、苯甲酸(纯度 99.5%)、脱氢乙酸(纯度 98%)、乙腈、无水乙醇(色谱纯)(美国 Sigma 公司);盐酸(纯度 36.0%~38.0%,分析纯,广州化学试剂厂)。

1.2 仪器与设备

8890 气相色谱仪、HP-5 型毛细管柱(30 m×0.32 mm, 0.25 μm)(美国 Agilent 公司);SW22 水浴锅[优莱博技术(北京)有限公司];SPME 装置手柄(美国 Supelco 公司);BSA423S-CW 电子分析天平[精度 1 mg,赛多利斯科学仪器(北京)有限公司]。

1.3 标准溶液的配制

准确称取 0.960 g 山梨酸、0.960 g 苯甲酸、0.080 g 脱氢乙酸,用无水乙醇定容至 10 mL,配制成混合标准溶液。

1.4 SPME 萃取头的制备

参照文献[19]制备亲水-亲脂平衡(hydrophilic-lipophilic balance, HLB)粒子及其固相微萃取(solid phase microextraction, SPME)萃取头。

1.5 方法

1.5.1 DI-SPME 条件

标准样品:取 11.75 mL 超纯水置于 20 mL 顶空瓶中,加入 2 μL 混合标准溶液和 0.25 mL 盐酸溶液(6 mol/L)和磁力搅拌子,密封好的顶空瓶等待加热和萃取吸附。HLB 萃取头在 250℃老化 0.5 h。密封好的顶空瓶放入 50℃水浴锅

中, 将老化好的 SPME 萃取头插入顶空瓶的液面下, 萃取吸附 30 min 后, 用超纯水润洗萃取头 30 s, 以除掉萃取头表面的杂质, 用无尘纸擦拭萃取头表面水分, 等待 GC 进样。每个样品做 3 次平行。

实际样品: 取 0.500 g 样品置于 20 mL 顶空瓶中, 加入 11.25 mL 超纯水和 0.25 mL 盐酸溶液(6 mol/L)和磁力搅拌子。其余步骤同标准品。

1.5.2 GC 条件

SPME 萃取头的解吸时间为 10 min, 进样口温度为 250°C。色谱柱升温程序: 起始温度 35°C; 以 10°C/min 速率程序升温至 240°C, 保持 10 min。柱流量 1.53 mL/min; 载气为氮气; 检测器温度为 250°C。

1.6 数据处理

每个实验均重复 3 次, 实验结果以平均值±标准偏差来表示。用 SPSS 22.0 软件进行差异性分析。各组之间的显著性差异用单因素方差分析(one-way analysis of variance, one-way ANOVA), $P < 0.05$ 表示具有显著性差异。

2 结果与分析

2.1 DI-SPME 条件优化

本研究采用 DI-SPME 法对 3 种防腐剂进行萃取, 并通过 GC 进行检测与分析。结果表明(图 1), 3 种防腐剂在气相色谱柱上有良好的分离效果。为了达到 3 种防腐剂的萃取效果, 通过单因素设计实验进一步对 DI-SPME 的萃取温度、萃取时间以及盐酸添加量进行了优化。

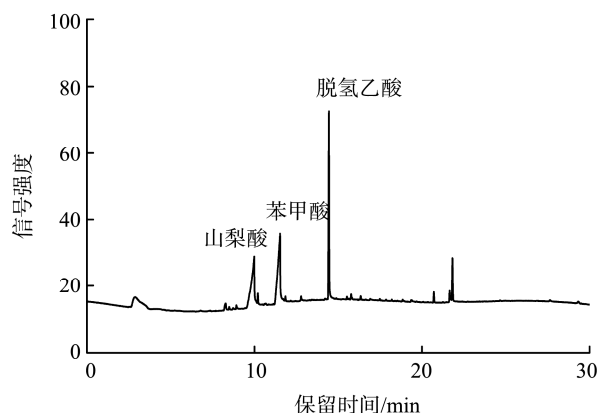


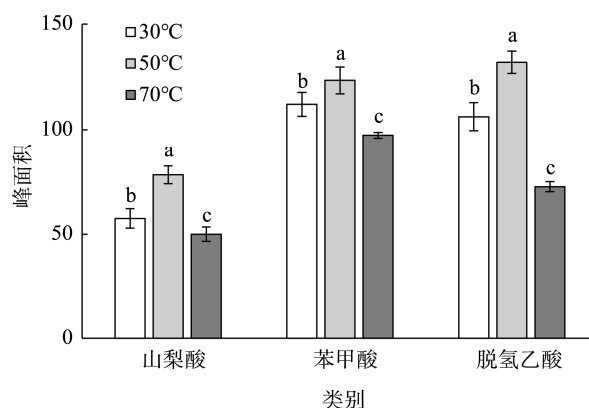
图1 山梨酸、苯甲酸和脱氢乙酸标准溶液的气相色谱图

Fig.1 GC chromatography of sorbic acid, benzoic acid, and dehydroacetic acid standard solution

2.1.1 萃取温度

萃取温度是影响 DI-SPME 萃取效率的重要因素之一。本研究在 30~70°C 范围内探究了萃取温度对 DI-SPME 法萃取 3 种防腐剂的影响。结果表明(图 2), 萃取温度由

30°C 升高至 50°C, 3 种防腐剂的萃取量显著提高($P < 0.05$); 萃取温度进一步升高(70°C), 3 种防腐剂的萃取量则呈显著下降($P < 0.05$)。由于吸附是一个放热过程, 温度过高会抑制萃取纤维对 3 种防腐剂的吸附^[20]。因此, 萃取温度选择 50°C。



注: 字母(a~c)表示具有显著性差异($P < 0.05$), 图3、4同。

图2 萃取温度对峰面积的影响

Fig.2 Effects of extraction temperatures on peak area

2.1.2 萃取时间

选择合适的萃取时间对提高 3 种防腐剂的效率至关重要, 本研究探究了 10~50 min 萃取时间对 DI-SPME 法萃取 3 种防腐剂的影响。如图 3 所示, 当萃取时间从 10 min 延长至 30 min, DI-SPME 对 3 种防腐剂的萃取量显著升高($P < 0.05$), 而萃取时间从 30 min 延长至 50 min 时, 其萃取量则显著降低($P < 0.05$)。因此, 本研究选择 30 min 作为 DI-SPME 法的萃取时间。

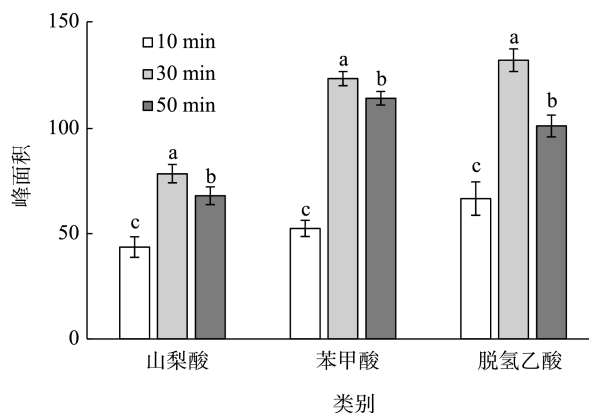


图3 萃取时间对峰面积的影响

Fig.3 Effects of extraction times on peak area

2.1.3 盐酸添加量

样品的 pH 对于 3 种防腐剂(山梨酸、苯甲酸、脱氢乙酸)是至关重要的, 因为只有非电离形式的山梨酸、苯甲酸

和脱氢乙酸才能被 SPME 纤维提取^[21]。山梨酸通常以钾盐的形式存在于水相中, 苯甲酸、脱氢乙酸通常以钠盐的形式存在于水相中, 当用盐酸调节溶液的酸性时, 3 种防腐剂则会以酸的形式存在于溶液中。因此, 盐酸添加量对 DI-SPME 法萃取 3 种防腐剂的效率有显著影响。本研究探究了不同盐酸溶液(6 mol/L)添加量(0、0.25、0.50 mL)对 DI-SPME 法萃取 3 种防腐剂的影响。结果表明(图 4), 与不添加盐酸(0 mL)相比, 添加盐酸能够显著提高 3 种防腐剂的萃取效率($P<0.05$)。但是 0.25 mL 与 0.50 mL 的盐酸添加量对 3 种防腐剂的萃取效率无显著性影响。因此, 本研究选择加入 0.25 mL 盐酸溶液。

2.2 方法性能评估

2.2.1 线性范围与灵敏度

在最优条件(萃取温度 50℃、萃取时间 30 min、盐酸添加量 0.25 mL)下, 采用 DI-SPME 结合 GC 对 3 种防腐剂进行测定。通过在空白样品中加入混合标准溶液来分析该方法的线性关系、检出限和精密度, 根据气相色谱峰面积和浓度绘制标准曲线。结果如表 1 所示, 山梨酸在 3.20~120.00 mg/L 范围内具有良好的线性关系, 相关系数 r 为 0.9960; 苯甲酸在 3.20~120.00 mg/L 范围内具有良好的线性关系, 相关系数 r 为 0.9983; 脱氢乙酸在

0.25~10.00 mg/kg 范围内具有良好的线性关系, 相关系数 r 为 0.9975。山梨酸、苯甲酸和脱氢乙酸的 LOD 分别为 0.96、0.96、0.08 mg/L, LOQ 分别为 3.20、3.20、0.25 mg/L。该方法的灵敏度与已报道的结果^[22-25]处于同一数量级, 验证了本方法的高灵敏度, 适用于样品中 3 种防腐剂的微量或痕量分析。该方法的日内精密度的 3.7%~6.2%, 日间精密度的 2.9%~4.5%, 表明该方法在 3 种防腐剂的的分析中是稳定的。

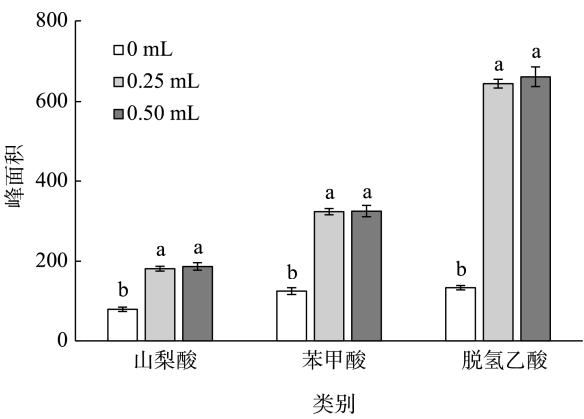


图4 盐酸浓度对峰面积的影响
Fig.4 Effects of hydrochloric acid concentration on peak area

表 1 山梨酸、苯甲酸和脱氢乙酸的线性关系、相关系数 r 、方法检出限、定量限及精密度
Table 1 Linear equation, r , LOD, LOQ and precision of sorbic acid, benzoic acid, and dehydroacetic acid

化合物名称	线性方程	相关系数(r)	LOD/(mg/L)	LOQ/(mg/L)	日内精密度 ($n=6$, %)	日间精密度 ($n=6$, %)
山梨酸	$Y=19.893X+0.32$	0.9960	0.96	3.20	6.2	3.3
苯甲酸	$Y=24.78X+0.65$	0.9983	0.96	3.20	3.7	2.9
脱氢乙酸	$Y=52.917X+0.61$	0.9975	0.08	0.25	4.2	4.5

注: 检出限(limit of detection, LOD); 定量限(limit of quantification, LOQ)。

2.2.2 回收率

在样品 6(半固体样品)中加混合标准溶液, 以评估 DI-SPME 结合 GC 测定 3 种防腐剂的回收率。每个水平重复测定 6 次。结果表明(表 2), 3 种防腐剂的回收率为 92.8%~106.3%。这一结果与已报道^[26-30]的结果基本一致, 验证了本研究方法在调味品中山梨酸、苯甲酸、脱氢乙酸测定中的准确性和可靠性。

2.3 实际样品测定

在最优条件下, 采用 DI-SPME 结合 GC 测定市售 10 种复合调味料中山梨酸、苯甲酸、脱氢乙酸的含量。结果表明(图 5 和表 3), 在 8 种调味品中检出防腐剂, 山梨酸的含量在 0.25~0.56 g/kg 范围内, 苯甲酸的含量在 0.22~0.42 g/kg 范围内, 脱氢乙酸的含量在 0.11~0.23 g/kg 范围内, 另外 2 种调味品中未检出这 3 种防腐剂。因此, 10 种复合调味料

的防腐剂含量均符合要求。

表 2 方法的回收率
Table 2 Recovery tests of the method

化合物名称	加标质量浓度 (mg/L)	回收率/%	相对标准 偏差/%
山梨酸	4.8	92.8	5.2
	48.0	97.6	3.1
	96.0	104.3	5.9
苯甲酸	4.8	103.6	2.7
	48.0	99.2	1.9
	96.0	106.3	4.4
脱氢乙酸	0.4	105.6	2.9
	4.0	103.8	4.6
	8.0	99.1	3.5

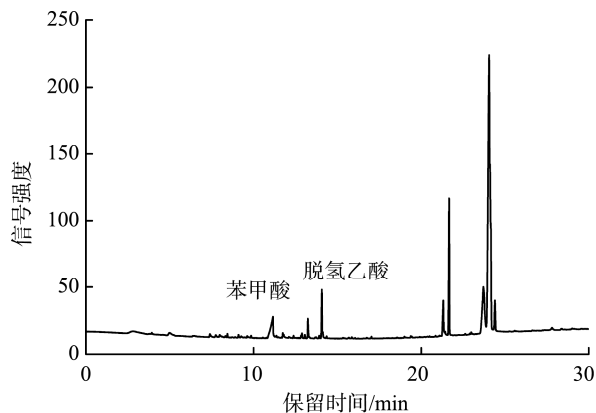


图 5 实际样品(样品 10)的气相色谱图
Fig.5 Gas chromatogram of actual sample (sample 10)

表 3 复合调味料中山梨酸、苯甲酸、脱氢乙酸的检测
Table 3 Determination of sorbic acid, benzoic acid, and dehydroacetic acid in compound condiments

调味品	山梨酸/(g/kg)	苯甲酸/(g/kg)	脱氢乙酸/(g/kg)
1	0.35±0.02	-	0.18±0.01
2	-	0.27±0.01	0.11±0.01
3	0.56±0.03	-	-
4	0.44±0.03	-	-
5	0.25±0.01	0.28±0.01	-
6	-	-	-
7	0.31±0.01	-	0.19±0.01
8	-	0.42±0.02	-
9	-	-	-
10	-	0.22±0.02	0.23±0.01

注: -表示未检出。

3 结 论

本研究建立了 DI-SPME 结合 GC 用于测定调味品中山梨酸、苯甲酸和脱氢乙酸含量。在最优萃取条件下,该方法在标曲范围内具有良好的线性关系($r \geq 0.9960$),灵敏度高(LOD: 0.08~0.96 mg/L),满足了痕量分析的需求。在方法的稳定性评估中,相对标准偏差保持在 10%以下,彰显了其优异的重现性和可靠性,为实验结果的准确性提供了坚实保障。同时,回收率在 92.8%~106.3%之间,进一步证实了该方法在实际样品分析中的有效性和适用性。本研究所采用的前处理方法极大地简化了操作流程,减少了有机溶剂的使用和烦琐的样品前处理步骤,不仅提高了分析效率,也符合当前绿色化学的发展趋势。此外,该方法的成功建立,为调味品行业食品安全监管与质量控制提供了一项强有力的技术支撑,有助于精准监测防腐剂含量,保障消费者的健康权益。

参考文献

- [1] 刘智慧,王若男,钟建权,等. 高效液相法测定食品中脱氢乙酸的含量[J]. 山西化工, 2023, 43(6): 77-78, 88.
LIU ZH, WANG RN, ZHONG JQ, *et al.* Determination of dehydroacetic acid in food by high performance liquid chromatography [J]. Shanxi Chem Ind, 2023, 43(6): 77-78, 88.
- [2] 周远华,伍良涌,张立雯,等. 高效液相色谱法测定儿童口服液体剂中抑菌剂苯甲酸钠和山梨酸钾的含量[J]. 中国药物警戒, 2023, 20(4): 365-369.
ZHOU YH, WU LY, ZHANG LW, *et al.* Determination of bactericidal sodium benzoate and potassium sorbate in pediatric oral liquid preparations by HPLC [J]. Chin J Pharm, 2023, 20(4): 365-369.
- [3] 薛林科. 高效液相色谱测定碳酸饮料中苯甲酸的含量[J]. 云南化工, 2019, 46(5): 75-76.
XUE LK. Determination of benzoic acid in carbonated beverage by high performance liquid chromatography [J]. Yunnan Chem Technol, 2019, 46(5): 75-76.
- [4] 邵立君,王锡宁,王国玲,等. 食品中脱氢乙酸检测方法的研究[J]. 食品科技, 2014, 39(4): 292-295.
SHAO LJ, WANG XN, WANG GL, *et al.* Determination on dehydroacetic acid in food [J]. Food Sci Technol, 2014, 39(4): 292-295.
- [5] 王承业,谭高好,吴基任,等. 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[J]. 食品安全质量检测学报, 2022, 13(18): 5924-5932.
WANG CY, TAN GH, WU JR, *et al.* Rapid determination of 6 kinds of food additives in pastry by ultra performance liquid chromatography with variable wavelength [J]. J Food Saf Qual, 2022, 13(18): 5924-5932.
- [6] 马晓年,陈俊秀,农蕊瑜,等. 高效液相色谱法快速测定酱油中四种防腐剂[J]. 中南农业科技, 2023, 44(7): 39-42.
MA XN, CHEN JX, NONG RY, *et al.* Rapid determination of four preservatives in soy sauce by high performance liquid chromatography [J]. South Cent Agric Sci Technol, 2023, 44(7): 39-42.
- [7] 黄程,叶小萱,董红兵. 高效液相色谱法同时测定糕点中的苯甲酸、山梨酸、脱氢乙酸[J]. 食品安全导刊, 2023, (15): 115-118, 124.
HUANG C, YE XX, DONG HB. Simultaneous determination of benzoic acid, sorbic acid and dehydroacetic acid in pastries by the high performance liquid chromatography [J]. Chin Food Saf Magaz, 2023, (15): 115-118, 124.
- [8] 付慧,张森. 高效液相色谱法测定化妆品中苯氧乙醇、4-羟基苯甲酸甲酯和 4-羟基苯甲酸丙酯[J]. 环境卫生学杂志, 2024, 14(5): 448-452.
FU H, ZHANG M. Determination of phenoxyethanol, methyl 4-hydroxybenzoate, and propyl 4-hydroxybenzoate in cosmetics by high-performance liquid chromatography [J]. J Environ Hyg, 2024, 14(5): 448-452.
- [9] 陈艳. 高效液相色谱法快速检测食品中 12 种添加剂[J]. 食品安全导刊, 2024, (9): 59-62.
CHEN Y. Rapid detection of 12 additives in food by HPLC [J]. China Food Saf Magaz, 2024, (9): 59-62.
- [10] 张丰. 高效液相色谱法测定市售月饼中的三种防腐剂[J]. 食品安全导刊, 2023, (34): 96-99.
ZHANG F. Determination of three preservatives in mooncakes by HPLC [J]. China Food Saf Magaz, 2024, (9): 59-62.
- [11] 王辉,王潇,陈小丽,等. 气相色谱质谱法同时检测食品中多种防腐剂含量[J]. 农产品加工, 2023, (11): 61-65.
WANG H, WANG X, CHEN XL, *et al.* Simultaneous determination of multiple preservatives in food by gas chromatography mass spectrometry [J].

- Farm Prod Process, 2023, (11): 61–65.
- [12] 李芳芳, 梁秀清, 张卉, 等. 分散液液微萃取-气相色谱法同时测定食醋中常用防腐剂和抗氧化剂[J]. 中国食品卫生杂志, 2023, 35(3): 367–373.
- LI FF, LIANG XQ, ZHANG H, *et al.* Simultaneous determination of common preservatives and antioxidants in vinegar by gas chromatography combined with dispersive liquid-liquid microextraction [J]. Chin J Food Hyg, 2023, 35(3): 367–373.
- [13] 王冰洁, 李灿, 王峰, 等. 气相色谱法同时测定眼药水中 7 种防腐剂[J]. 化学分析计量, 2024, 33(4): 44–48.
- WANG BJ, LI C, WANG F, *et al.* Simultaneous determination of 7 preservatives in eye drops by gas chromatography [J]. Chem Anal Meter, 2024, 33(4): 44–48.
- [14] 李玉丽, 肖瑞娜, 李亚楠, 等. 气相色谱-质谱联用法测定婴幼儿化妆品中 18 种防腐剂[J]. 日用化学工业, 2023, 53(3): 349–354.
- LI YL, XIAO RN, LI YN, *et al.* Determination of 18 preservatives in infant cosmetics by gas chromatography-mass spectrometry [J]. Chin Surfact Deterg Cosmet, 2023, 53(3): 349–354.
- [15] 李健华, 黄锦波. 气相色谱法同时测定日化工业废水中 16 种防腐剂[J]. 化学分析计量, 2023, 32(6): 74–79.
- LI JH, HUANG JB. Simultaneous determination of 16 kinds of preservatives in waste water from daily chemical industry by gas chromatography [J]. Chem Anal Meter, 2023, 32(6): 74–79.
- [16] 何成, 张丽娟, 张颖, 等. 离子色谱法同时测定化妆品中亚硝酸盐、苯甲酸和山梨酸的含量[J]. 中国口岸科学技术, 2021, 3(6): 26–30.
- HE C, ZHANG LJ, ZHANG Y, *et al.* Simultaneous determination of nitrite benzoic acid and sorbic acid in cosmetics by ion chromatography [J]. Chin Port Sci Technol, 2021, 3(6): 26–30.
- [17] D'AMORE T, DI TA, BERARDI G, *et al.* Going green in food analysis: A rapid and accurate method for the determination of sorbic acid and benzoic acid in foods by capillary ion chromatography with conductivity detection [J]. LWT, 2021, 141: 110841.
- [18] GHIASVAND A, HEIDARI N, ABDOLHOSSEINI S. Magnetic field-assisted direct immersion SPME of endogenous aldehydes in human urine [J]. Chromatographia, 2018, 81: 1579–1587.
- [19] VASILJEVIC T, SINGH V, PAWLISZYN J. Miniaturized SPME tips directly coupled to mass spectrometry for targeted determination and untargeted profiling of small samples [J]. Talanta, 2019, 199: 689–697.
- [20] TANKIEWICZ M, MORRISON C, BIZIUK M. Multi-residue method for the determination of 16 recently used pesticides from various chemical groups in aqueous samples by using DI-SPME coupled with GC-MS [J]. Talanta, 2013, 107: 1–10.
- [21] SU QZ, VERA P, NERÍN C. Direct immersion-solid-phase microextraction coupled to gas chromatography-mass spectrometry and response surface methodology for nontarget screening of (semi-) volatile migrants from food contact materials [J]. Anal Chem, 2020, 92(7): 5577–5584.
- [22] 刘康连, 梁晓玲, 黎强, 等. 高效液相色谱法同时测定明胶空心胶囊中苯甲酸和山梨酸[J]. 化学分析计量, 2024, 33(1): 46–52.
- LIU KL, LIANG XL, LI Q, *et al.* Simultaneous determination of benzoic acid and sorbic acid in vacant gelatin capsules by high performance liquid chromatography [J]. Chem Anal Meter, 2024, 33(1): 46–52.
- [23] 马永青, 杜高锋, 李小盼. 高效液相色谱法双波长测定川贝枇杷糖浆中 8 种防腐剂含量[J]. 沈阳药科大学学报, 2022, 39(12): 1439–1446.
- MA YQ, DU GF, LI XP. Simultaneous determination of 8 preservatives in Chuanbei Pipa syrup by dual wavelengths of high performance liquid chromatography [J]. J Shenyang Pharm Univ, 2022, 39(12): 1439–1446.
- [24] 苏晓明, 刘文菁, 王征, 等. HPLC 法快速测定食糖和糖果中 19 种添加剂及应用[J]. 化学研究与应用, 2022, 34(12): 2988–2994.
- SU XM, LIU WQ, WANG Z, *et al.* Rapid determination of 19 additives in sugar and candy by high performance liquid chromatography and its application [J]. Chem Res Appl, 2022, 34(12): 2988–2994.
- [25] 杨鲁琼, 孙志伟, 汪腊云, 等. 固相萃取-液相色谱法同时测定复杂食品中的 5 种添加剂[J]. 现代食品, 2024, 30(5): 134–139.
- YANG LQ, SUN ZW, WANG LY, *et al.* Determination of 5 kinds additives in complex food by solid phase extraction combined with liquid chromatography [J]. Mod Food, 2024, 30(5): 134–139.
- [26] 刘志鹏, 黄敏兴, 林继钦, 等. 分散固相萃取-气相色谱-三重四级杆串联质谱法同时测定沙拉酱中 3 种防腐剂[J]. 中国酿造, 2022, 41(11): 245–249.
- LIU ZP, HUANG MX, LIN JQ, *et al.* Simultaneous determination of 3 preservatives in salad dressing based on dispersive solid phase extraction-gas chromatography-triple quadrupole tandem mass spectrometry [J]. China Brew, 2022, 41(11): 245–249.
- [27] 付志明, 黄小芳, 刘贤标, 等. 高效液相色谱法同时测定食品中 7 种防腐剂的研究[J]. 现代食品, 2022, 28(23): 161–163.
- FU ZM, HUANG XF, LIU XB, *et al.* Simultaneous determination of seven preservatives in food by HPLC [J]. Mod Food, 2022, 28(23): 161–163.
- [28] 薛昆鹏, 俞灵钰, 任兴发, 等. 基于新型亲水型 C₁₈ 色谱柱的高效液相色谱法测定食品中 3 种防腐剂和 2 种甜味剂[J]. 中国食品卫生杂志, 2023, 35(10): 1448–1453.
- XUE KP, YU LY, REN XF, *et al.* Determination of three preservatives and two sweeteners in food by high-performance liquid chromatography based on a new hydrophilic C₁₈ column [J]. Chin J Food Hyg, 2023, 35(10): 1448–1453.
- [29] 陈金余, 李贝贝. 一种同时测定饮料中 11 种添加剂的高效液相色谱法[J]. 现代食品, 2023, 29(20): 205–207.
- CHEN JY, LI BB. A high performance liquid chromatography method for simultaneous determination of 11 additives in beverages [J]. Mod Food, 2023, 29(20): 205–207.
- [30] 魏宇涛, 温泉, 唐维英, 等. UPLC-MS/MS 法同时测定蛋白饮料和液体调味品中 36 种防腐剂[J]. 食品与发酵工业, 2024, 50(1): 279–285.
- WEI YT, WEN Q, TANG WY, *et al.* Simultaneous determination of 36 preservatives in protein drinks and liquid condiments by UPLC-MS/MS [J]. Food Ferment Ind, 2024, 50(1): 279–285.

(责任编辑: 于梦娇 蔡世佳)

作者简介



冯 竟, 硕士, 主要研究方向为公共卫生、食品安全检测。
E-mail: fengjing@thnet.gov.cn



董 浩, 博士, 副教授, 主要研究方向为食品加工与质量安全控制。
E-mail: donghao@zhku.edu.cn