

DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20240620001

液相色谱-串联质谱法快速检测速冻调制食品中 7 种甜味剂与防腐剂含量

白向飞, 王思瑶*, 曹丹丹, 姜 锋, 周丽华

[正大食品企业(秦皇岛)有限公司, 秦皇岛 066000]

摘 要: **目的** 建立液相色谱-串联质谱法(liquid chromatography-tandem mass spectroscopy, LC-MS/MS)快速检测速冻调制食品中 7 种甜味剂与防腐剂的检测方法。**方法** 采用 Phenomenex Kinetex F5 色谱柱(50 mm×2.1 mm, 2.6 μm), 以 0.05%甲酸-10 mmol/L 乙酸铵和乙腈进行梯度洗脱, 电喷雾离子源(electrospray ionization, ESI)负离子模式、多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM)模式进行测定。**结果** 在 0.01~0.20 mg/kg 质量浓度范围内, 目标物的线性关系良好, 相关系数均大于 0.99, 方法检出限($S/N=3$)为 0.01~0.10 mg/kg; 在不同添加浓度(1.0、2.0、10.0 mg/kg)下, 其回收率为 81.2%~105.3%、相对标准偏差均不大于 10%。**结论** 该方法具有操作简便、快速、准确、灵敏等优点, 可满足速冻调制食品中 7 种甜味剂与防腐剂的定性定量分析, 为速冻调制食品中防腐剂与甜味剂的快速筛查和风险分析奠定基础。

关键词: 甜味剂; 防腐剂; 液相色谱-串联质谱法; 速冻调制食品

Rapid determination of 7 kinds of sweeteners and preservatives content in quick-frozen prepared food by liquid chromatogram-tandem mass spectrometry

BAI Xiang-Fei, WANG Si-Yao*, CAO Dan-Dan, JIANG Feng, ZHOU Li-Hua

[Chia Tai Food Enterprises (Qinhuangdao) Co., Ltd., Qinhuangdao 066000, China]

ABSTRACT: Objective To establish an analytical method for rapid detection of 7 kinds of sweeteners and preservatives in quick-frozen prepared foods by liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS). **Methods** Used Phenomenex Kinetex F5 column (50 mm×2.1 mm, 2.6 μm), and performed the gradient elution with 0.05% formic acid-10 mmol/L ammonium acetate and acetonitrile. Used the electrospray ionization (ESI) negative ion mode and multiple reaction monitoring (MRM) mode for detection. **Results** The target substance exhibits a good linear relationship within the concentration range of 0.01–0.20 mg/kg, as indicated by correlation coefficients greater than 0.99. The limits of detection ($S/N=3$) of the method were 10–50 μg/kg. At different concentrations (1.0, 2.0, 10.0 mg/kg), the recovery rate ranged from 81.2%–105.3%, and the relative standard deviation was not greater than 10%. **Conclusion** This method is straightforward to use, fast, highly accurate, and sensitive, and is capable of performing qualitative and quantitative analysis of 7 kinds of sweeteners and preservatives in quick-frozen prepared foods. It provides a basis for rapid screening and risk assessment of preservatives and sweeteners in these foods.

*通信作者: 王思瑶, 工程师, 主要研究方向为食品安全与检测。E-mail: 953325959@qq.com

*Corresponding author: WANG Si-Yao, Engineer, Chia Tai Food Enterprises (Qinhuangdao) Co., Ltd., No.20 Taichang Road, Shanhaiguan District, Qinhuangdao 066000, China. E-mail: 953325959@qq.com

KEY WORDS: sweeteners; preservatives; liquid chromatogram-tandem mass spectrometry; quick-frozen prepared food

0 引言

食品安全问题一直是全球关注的焦点, 事关民众的健康与社会的稳定。随着工业化进程的加速和食品生产技术的进步, 食品种类日益丰富, 供应链日益复杂, 食品安全面临的挑战也日益严峻。其中, 防腐剂和甜味剂的使用问题在食品安全领域中占据了重要地位^[1-2]。防腐剂作为一种能有效抑制微生物生长、延长食品保质期的添加剂, 在食品加工和保存过程中发挥着重要作用^[3]。然而, 过量或不当使用防腐剂可能对人体健康产生潜在风险, 如过敏反应、肝脏损伤等。与此同时, 甜味剂作为一类能够增加食品甜味的物质, 在糖果、饮料、糕点等食品中广泛应用。然而, 部分人工合成的甜味剂可能对人体健康产生负面影响, 如影响血糖水平、导致体重增加等。因此, 严格控制防腐剂和甜味剂的使用量和使用范围, 对于保障食品安全具有重要意义^[4-5]。

在当前食品安全监管的背景下, 能同时检测防腐剂和甜味剂的使用情况显得尤为重要^[6-7]。通过对食品中防腐剂和甜味剂的检测, 可以了解其在食品中的实际含量和分布情况, 进而评估其对人体健康的影响。这有助于监管部门制定更加科学合理的食品安全标准和管理措施, 为消费者提供更加安全、健康的食品。此外, 同时检测防腐剂和甜味剂还有助于推动食品行业的可持续发展。通过提高食品生产企业的质量控制意识和水平, 促进食品行业的技术创新和产业升级, 从而为消费者提供更加优质的食品产品^[8]。

综上所述, 食品安全问题的重要性不言而喻, 而同时检测食品中的防腐剂和甜味剂是保障食品安全、维护公众健康的重要举措。目前, 防腐剂和甜味剂的检测方法包括超高效液相色谱-串联质谱法(ultra performance liquid chromatogram-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS)以及液相色谱法(liquid chromatogram, LC)^[9-12], 但这些方法依照检测标准往往需要分别进行多次检测, 耗费时间长, 且无法保证及时性。

本研究采用 LC-MS/MS 系统构建多反应检测(multiple reaction monitoring, MRM)图谱检索的分析检测模式, 实现对食品中 7 种添加剂的快速、准确分析, 通过获得 MRM 离子对色谱图, 建立 7 种添加剂的 LC-MS/MS 质谱库, 建立可同时定性和定量分析的检测方法, 以期解决食品中 7 种添加剂检测时间长且成本高等问题。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

泰香 Q 卷、美味鸡块、爆浆鸡排均为正大食品企业(秦

皇岛)有限公司生产。

甜蜜素、安赛蜜、糖精钠、阿斯巴甜、纽甜、山梨酸、苯甲酸(1000 mg/kg, 上海安谱瑾世标准技术有限公司); 乙腈、甲醇、正己烷、乙酸铵、甲酸(色谱纯, 北京迪马科技有限公司); 亚铁氰化钾、乙酸锌(分析纯, 天津市科密欧化学试剂有限公司)。

1.2 仪器与设备

Triple Quad™3500 液相色谱-串联质谱仪(上海爱博才思分析仪器贸易有限公司); AX423ZH 电子天平[感量千分之一, 奥豪斯仪器(常州)有限公司]; VORTEX-5 漩涡混合器(江苏其林贝尔仪器制造有限公司); KQ-500DE 数控超声清洗器(中国昆山市超声仪器有限公司); Phenomenex Kinetex® F5 色谱柱(50 mm×2.1 mm, 2.6 μm, 美国 Phenomenex 公司)。

1.3 实验方法

1.3.1 标准溶液的配制

标准储备液: 各项目单一储备液购买于上海安谱瑾世标准技术有限公司, 浓度均为 1000 mg/kg。

混合标准中间溶液: 分别吸取 0.1 mL 各项目单组份储备液, 用甲醇水(1:1, V:V)配制成 100 mg/kg 的标准混合溶液, 4 °C 下避光保存, 可稳定 3 个月以上。

标准工作溶液的配制: 吸取适量的混合标准中间溶液, 用空白样品基质配制成适当浓度的混合标准工作液, 使用前配制。

1.3.2 样品前处理

准确称取 2 g(精确到 0.001 g)试样于 50 mL 离心管中, 加入 20 mL 甲醇水(1:1, V:V), 漩涡混匀, 在 50 °C 水浴条件下超声提取 30 min, 取出冷却至室温后依次向样品中加入亚铁氰化钾溶液(92 g/L) 2 mL 和乙酸锌溶液(183 g/L) 2 mL, 漩涡混匀, 于 4000 r/min 离心 10 min, 将上清液转移至 50 mL 容量瓶中, 于残渣中加入水 20 mL, 漩涡混匀后置于 50 °C 水浴重复超声提取 10 min, 冷却至室温后 4000 r/min 离心 10 min, 合并上清液至同一 50 mL 容量瓶中, 并用水定容至刻度, 混匀。取适量上清液过 0.22 μm 滤膜, 供液相色谱-串联质谱仪检测。对于脂肪含量较高试样取定容后上清液 1 mL, 加入 2 mL 正己烷溶液, 漩涡混匀, 超声 5 min, 于 12000 r/min 离心 5 min, 取下层水相过 0.22 μm 滤膜, 供液相色谱-串联质谱仪检测。

1.3.3 色谱条件

色谱柱: Phenomenex Kinetex® F5 色谱柱(50 mm×2.1 mm, 2.6 μm); 流动相 A: 0.05%甲酸-10 mmol/L 乙酸铵;

流动相 B: 乙腈; 流速: 0.2 mL/min; 柱温: 40 ℃; 进样量: 10 μL; 洗脱梯度程序如表 1 所示。

表 1 流动相洗脱梯度程序
Table 1 Procedures of gradient elution

时间/min	A/%	B/%
0.00	90	10
4.00	10	90
6.00	10	90
6.01	90	10
8.00	90	10

1.3.4 质谱条件

离子源: 电喷雾离子源(electrospray ionization, ESI); 扫描方式: 负离子模式; 扫描模式: MRM; 气帘气: (curtaingas, CUR): 40 psi; 雾化气(ion source gas1, GS1): 40 psi; 辅助加热气(ion source gas2, GS2): 40 psi; 碰撞气 (collision gas, CAD): 中等 (medium); 电喷雾电压 (ionspray voltage, IS): -4500 V; 离子源温度: 550 ℃; MRM 参数见表 2。定量分析采用外标法。

表 2 7 种添加剂的 MRM 参数
Table 2 Optimized MRM parameters for 7 kinds of food additive

化合物	母离子 (<i>m/z</i>)	子离子 (<i>m/z</i>)	DP/V	CE/eV
安赛蜜	162.0	78.0*	-50	-40
	162.0	82.1	-50	-20
甜蜜素	178.0	80.0*	-70	-40
	178.0	178.0	-70	-15
糖精钠	181.9	42.1*	-69	-46
	181.9	106.1	-69	-24
阿斯巴甜	293.2	200.0*	-82	-23
	293.2	146.0	-82	-22
纽甜	377.2	200.1*	-110	-26
	377.2	301.2	-110	-26
山梨酸	111.0	67.0*	-40	-12
	111.0	80.0	-40	-30
苯甲酸	121.0	77.0*	-45	-16
	121.0	92.0	-45	33

注: *代表定量离子; 去簇电压(declustering potential, DP); 碰撞能量(collision energy, CE)。

1.4 数据处理

采集的数据经过 MultiQuantTM3.0.1 版本软件处理获得 7 种添加剂的定量结果, 再采用 Excel 2016 对实验数据进行整理和统计分析^[13-14]。

2 结果与分析

2.1 仪器条件优化

2.1.1 色谱柱的选择

参考文献[15-17]中对于两种防腐剂和 5 种甜味剂检测所选用色谱柱均为 C₁₈ 柱, 所以本研究选择与 C₁₈ 柱相当的 Phenomenex Kinetex® F5 色谱柱(50 mm×2.1 mm, 2.6 μm)。

2.1.2 质谱条件选择

通过查阅文献[18-20], 山梨酸、苯甲酸、糖精钠、安赛蜜、纽甜的 pK_a 值均小于 7, 在水中主要以负离子形式存在, 在液相色谱-质谱联用仪检测过程中更适合负离子模式检测, 而阿斯巴甜和甜蜜素在正负离子模式下均有响应, 综合考虑, 在检测过程中, 液相色谱-串联质谱仪扫描模式选择负离子模式。将 7 种添加剂混合标准溶液配制成 1.0 mg/kg 的中间液, 利用针泵进样直接注入质谱仪中, 通过扫描将高强度的一级离子作为母离子, 经过二级质谱扫描, 选出丰度强、干扰小的子离子, 将扫描结果中响应较高的质荷比 *m/z* 作为定量离子对, 响应较弱的质荷比 *m/z* 作为定性离子对, 并对 CE、DP 等参数进行优化, 最终建立 7 种添加剂的 MRM 方法(表 2)。

2.1.3 流动相选择

基于添加剂的物理性质, 结合文献[21-23], 首先以乙酸铵-乙腈体系作为流动相体系, 结果显示, 山梨酸、苯甲酸、阿斯巴甜、纽甜结果良好, 但安赛蜜、甜蜜素、糖精钠出现峰拖尾和分岔现象, 为了改善目标化合物的峰形, 本研究在 10 mmol/L 乙酸铵溶液种加入 0.05%甲酸溶液^[24-25], 结果发现, 7 种添加剂对应各组分的色谱峰形完好未出现拖尾和分叉现象, 并且各组分响应值、分离度均能满足检测要求。最终确定以 0.05%甲酸 10 mmol/L 乙酸铵-乙腈作为流动相进行梯度洗脱, 优化后梯度见表 1, 7 种添加剂混合标准溶液总离子色谱图(total ion chromatogram, TIC)见图 1, 各项目 MRM 色谱图见图 2。

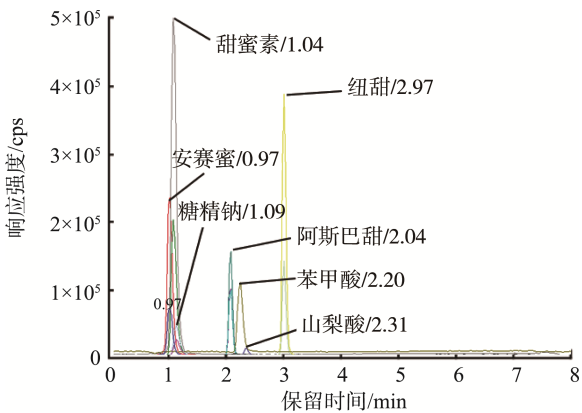
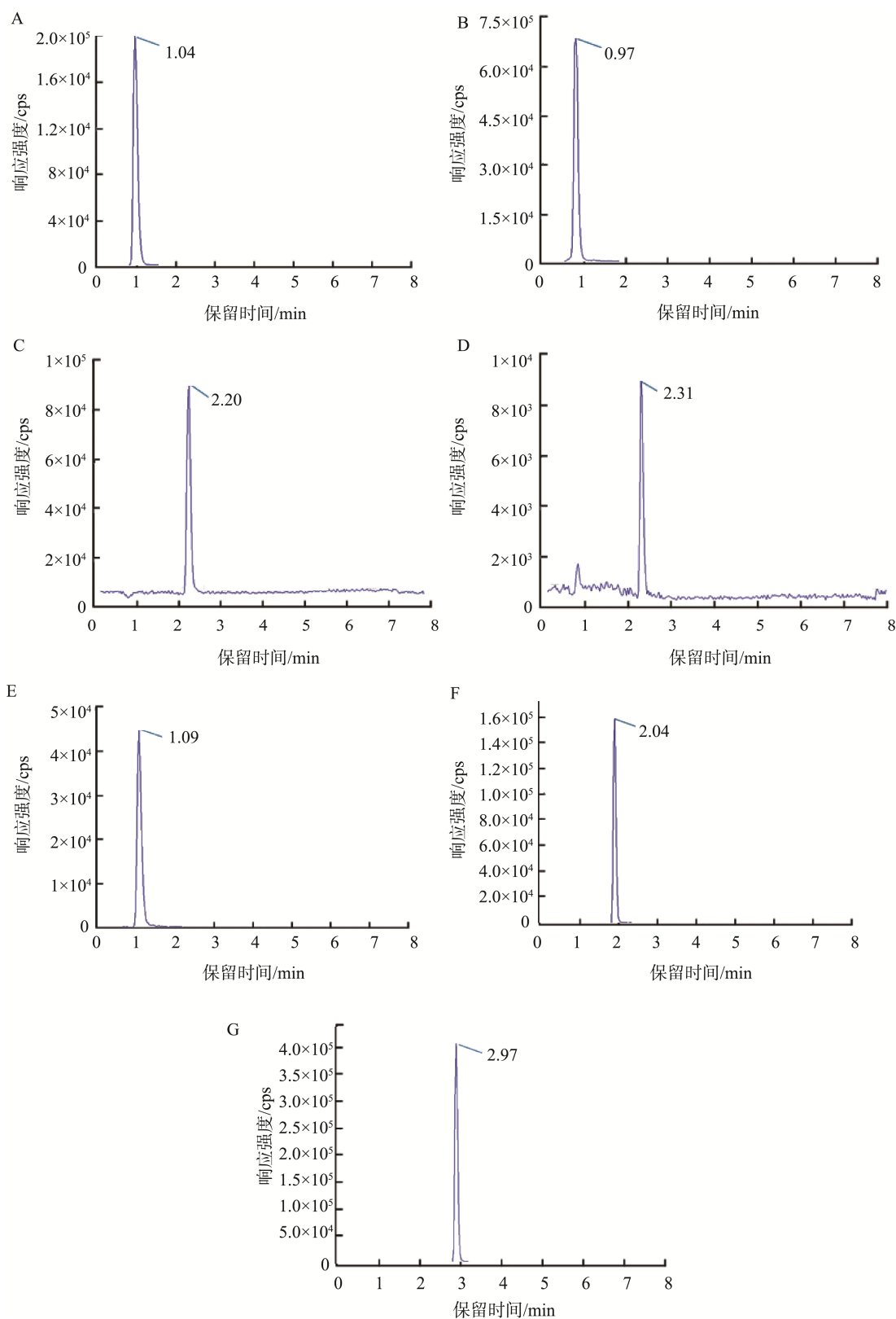


图1 7种添加剂的TIC色谱图
Fig.1 TIC chromatograms of 7 kinds of food additive



注: A为甜蜜素(178/80); B为安赛蜜(162/78); C为苯甲酸(121/77); D为山梨酸(111/67); E为糖精钠(181.9/42.1); F为阿斯巴甜(293.2/200); G为纽甜(377.2.2/200.1); 括号内为对应物质的离子对信息。

图2 7种添加剂的MRM色谱图

Fig.2 MRM chromatograms of 7 kinds of food additive

2.2 样品前处理优化

参考文献[26–28]中对于防腐剂、甜味剂的提取方法,均采用温水超声提取目标化合物,高蛋白样品经亚铁氰化钾和乙酸锌溶液沉淀蛋白,高脂肪样品通过正己烷去脂后检测。

本研究首先使用纯水作为提取液,在 50 °C 条件下超声提取 30 min,经亚铁氰化钾和乙酸锌溶液沉淀蛋白后,重复提取后定容,高脂肪样品经正己烷去脂后过 0.22 μm 滤膜,供液相色谱-串联质谱仪检测,检测结果对于低蛋白低脂肪样品 7 种添加剂结果均良好;对于高脂肪样品山梨酸、苯甲酸、安赛蜜、甜蜜素、糖精钠结果良好,纽甜回收率偏低,阿斯巴甜几乎无检出。为改善纽甜和阿斯巴甜检出结果,改用甲醇水(1:1, V:V)溶液作为提取液,在 50 °C 条件下超声提取 30 min,经亚铁氰化钾和乙酸锌溶液沉淀蛋白后,加纯水重复提取,合并两次提取液用纯水进行定容,高脂肪样品经正己烷去脂后过 0.22 μm 滤膜,供液相色谱-串联质谱仪检测,7 种添加剂检测结果均良好。

2.3 方法学验证

2.3.1 线性范围、检出限和定量限

按照各目标组分的质谱响应特性,制备 7 种添加剂混合标准溶液,并以其质量浓度作为横坐标以各组分及其代谢物的峰面积作为纵坐标绘制标准曲线^[29–31],7 种添加剂的线性范围、线性方程和相关系数见表 3。由表 3 中数据

可看出,各分析物在各自的质量浓度范围内,其标准曲线的相关系数在 0.99 以上,从仪器上读取对应定量离子对信息和信噪比(S/N),以 3 倍信噪比作为方法检出限(limit of detections, LODs),10 倍信噪比作为方法定量限(limit of quantitations, LOQs)。该方法的 LODs 和 LOQs 均低于 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》和 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》中防腐剂和甜味剂 LODs 和 LOQs 要求(分别为: LODs=5 mg/kg, LOQs=10 mg/kg; LODs=1.0 mg/kg, LOQs=3.0 mg/kg),表明该方法具有较高的灵敏度,能够准确测量样品中 7 种添加剂的含量。

2.3.2 方法回收率及重现性

分别在空白样品泰香 Q 卷,美味鸡块和爆浆鸡排中添加 1.0、2.0、10.0 mg/kg 3 个浓度的 7 种添加剂混合标准溶液,进行低、中、高 3 个浓度水平的 6 平行样品添加回收实验,对实验结果进行分析,验证其正确度和重复性精密密度^[32–34]。结果表明,在不同浓度下,不同基质的回收率范围为 81.2%~105.3%,重复性相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)范围为 1.12%~6.17%;均满足标准要求,即各目标物回收均在 80%~110%之间,重复性 RSD 均不大于 10%,综上所述,本研究正确度和重复性精密密度满足速冻调制食品中 7 种添加剂的测定要求,结果见表 4。

表 3 7 种添加剂的线性范围、标准曲线、检出限及定量限
Table 3 Linear ranges, standard curves, limits of detection and limits of quantification for 7 kinds of food additive

化合物	线性范围/(mg/kg)	线性方程	相关系数	检出限/(mg/kg)	定量限/(mg/kg)
安赛蜜	0.01~0.20	$Y=5.48443e^5X+565.38649$	0.99906	0.01	0.03
甜蜜素	0.01~0.20	$Y=1.45862e^6X+350.84337$	0.99960	0.01	0.03
糖精钠	0.01~0.20	$Y=3.60277e^5X+377.97137$	0.99970	0.01	0.03
阿斯巴甜	0.01~0.20	$Y=7.25760e^5X+11.59045$	0.99990	0.01	0.03
纽甜	0.01~0.20	$Y=1.78891e^6X+1973.63715$	0.99983	0.01	0.03
苯甲酸	0.05~2.00	$Y=7.22077e^5X+17147.69290$	0.99977	0.05	0.15
山梨酸	0.10~2.00	$Y=4.77250e^5X+20565.93435$	0.99955	0.10	0.30

表 4 7 种添加剂的回收率和精密度结果(n=6)
Table 4 Recovery and precision for 7 kinds of food additive (n=6)

化合物	添加量/(mg/kg)	泰香 Q 卷		美味鸡块		爆浆鸡排	
		RSD/%	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%	回收率/%
安赛蜜	1.0	6.17	91.5~104.9	3.51	88.9~98.8	5.52	90.3~103.7
	2.0	2.18	90.8~96.2	3.21	89.7~98.2	3.67	86.8~97.2
	10.0	2.65	86.6~92.5	3.07	87.5~95.7	4.62	90.8~102.3
甜蜜素	1.0	1.12	89.6~92.2	2.53	89.7~96.2	2.64	87.6~94.8
	2.0	2.42	90.8~92.3	2.09	91.6~96.9	2.41	90.9~97.5
	10.0	2.95	92.8~103.0	2.55	91.7~97.7	3.66	93.4~102.8
糖精钠	1.0	4.85	92.5~105.3	3.12	89.4~98.3	3.45	90.4~97.7
	2.0	2.55	91.5~99.2	2.72	90.4~101.1	2.41	88.9~96.8
	10.0	3.15	90.2~102.4	2.86	91.5~98.8	3.11	92.5~100.8

表 4(续)

化合物	添加量 (mg/kg)	泰香 Q 卷		美味鸡块		爆浆鸡排	
		RSD/%	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%	回收率/%
阿斯巴甜	1.0	2.45	84.2~89.7	2.74	85.7~92.9	2.98	83.8~91.6
	2.0	3.11	81.2~93.6	3.61	84.8~92.8	3.57	83.2~94.5
	10.0	3.49	85.7~94.8	3.75	86.6~96.2	3.56	86.2~95.3
纽甜	1.0	2.95	85.4~92.8	3.05	86.2~96.7	3.64	86.7~95.5
	2.0	2.45	89.6~98.2	2.02	91.7~95.5	3.17	88.6~97.4
	10.0	2.35	90.5~95.4	2.94	88.6~97.8	2.71	89.9~98.6
山梨酸	1.0	2.24	87.5~95.2	3.11	87.2~96.8	2.86	86.8~95.6
	2.0	3.18	90.2~99.5	2.57	88.6~97.3	2.69	90.7~98.9
	10.0	3.08	89.2~97.8	2.66	91.2~98.7	2.34	90.4~97.3
苯甲酸	1.0	3.44	84.4~93.5	2.15	87.8~92.7	3.03	86.4~94.2
	2.0	2.78	87.8~95.6	2.18	88.2~93.7	3.17	86.5~95.8
	10.0	4.01	85.7~96.4	3.45	86.2~94.9	3.27	86.0~95.2

3 结 论

本研究建立了 LC-MS/MS 测定速冻调制食品中 7 中添加剂,即山梨酸、苯甲酸、安赛蜜、甜蜜素、糖精钠、阿斯巴甜、纽甜的方法,该检测方法具有简便、快捷、科学、高可靠性、高稳定性的特点,且该方法的检出限和检测范围均能够满足 GB 2760—2024《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》对以上添加剂使用量添加要求,为速冻调制食品行业对于添加剂的监管和检测提供了高效、快捷、准确的检测方法,为速冻调制食品安全工作提供有效的技术支持和数据支撑。

参考文献

[1] 孙裴健. 食品添加剂对食品安全的影响分析[J]. 现代食品, 2023, 29(20): 157–159.
SUN PJ. Analysis of the influence of food additives on food safety [J]. Mod Food, 2023, 29(20): 157–159.

[2] 闫晓梅, 王烁, 朱颖. 我国食品添加剂与食品质量安全探讨[J]. 食品安全导刊, 2020, 21: 37–38.
YAN XM, WANG S, ZHU Y. Discussion on food additives and food quality and safety in China [J]. Chin Food Saf Magaz, 2020, 21: 37–38.

[3] 王帅, 周丰婕. 新消费时代—线城市预制食品消费的影响因素分析[J]. 粮食科技与经济, 2023, 48(4): 53–57.
WANG S, ZHOU FJ. Analysis on influencing factors of pre-made foods consumption in first-tier cities under the new consumption era [J]. Food Sci Technol Econ, 2023, 48(4): 53–57.

[4] CAMILA DP, CLARA DA, FAGUNDES GM, *et al.* Impact of the use of food ingredients and additives on the estimation of ultra-processed foods and beverages [J]. Front Nutr, 2023, 9: 1046463.

[5] 宋文婷. 食品添加剂使用安全与合规性问题初探[J]. 食品安全导刊, 2024, 15: 35–37.
SONG WT. Exploration of safety and compliance issues in the use of food additives [J]. China Food Saf Magaz, 2024, 15: 35–37

[6] 余春平, 许春芳. 食品防腐剂的应用及发展建议[J]. 江苏调味副食品, 2022, 171(4): 7–9.

YU CP, XU CF. Application and development suggestions of food preservatives [J]. Jiangsu Cond Subs Food, 2022, 171(4): 7–9.

[7] SAYURI T, TOMONORI S, KOUICHI A. Simultaneous determination of twelve sweeteners and nine preservatives in foods by solid-phase extraction and LC-MS/MS [J]. J Jpn Soc Food Sci, 2013, 54(3): 204–212.

[8] MOLOGNONI L, DAGUER H, LEANDRO AS, *et al.* A multi-purpose tool for food inspection: Simultaneous determination of various classes of preservatives and biogenic amines in meat and fish products by LC-MS [J]. Talanta, 2018, 178(1): 1053–1066.

[9] SANTOS JN, MOLOGNONI L, VIEIRA TA. Scope extension validation of a LC-MS method for the inspection of preservatives in butter [J]. Food Control, 2016, 67: 209–215.

[10] ROMINA S, SAMANTHA F, LOWRI SDJ, *et al.* A novel method for the simultaneous determination of 14 sweeteners of regulatory interest using UHPLC-MS/MS [J]. Food Addit Contam A, 2015, 32(6): 808–816.

[11] 汤丽昌, 陈高健, 梁国华. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定食醋、酱油及料酒中的 13 种甜味剂和防腐剂[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(6): 2181–2188.
TANG LC, CHEN GJ, LIANG GH. Simultaneous determination of 13 sweeteners and preservatives in vinegar, soy sauce, and cooking wine using ultra-high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2021, 12(6): 2181–2188.

[12] 陈洁. 高效液相色谱法测定市售自制饮料中多种色素、防腐剂及甜味剂[J]. 中国食品添加剂, 2021, 32(1): 92–95.
CHEN J. Simultaneous determination of various pigments, preservatives and sweeteners in vendor-made beverages by HPLC [J]. Chin Food Addit, 2021, 32(1): 92–95.

[13] EVA G, MAGNUS M, SOFIE S, *et al.* Development and validation of an LC-MS/MS method for quantification of artificial sweeteners in human matrixes [J]. Biomed Chromatogr, 2022, 36(6): 5350.

[14] LIM HS, PARK SK, KWAK IS, *et al.* HPLC-MS/MS analysis of 9 artificial sweeteners in imported foods [J]. Food Sci Biotechnol, 2013, 22(1): 233–240.

[15] SUN SJ, BIN LS, HYE LJ, *et al.* Simultaneous determination of dehydroacetic acid, benzoic acid, sorbic acid, methylparaben and ethylparaben in foods by high-performance liquid chromatography [J]. Food Sci Biotechnol, 2023, 32(9): 1173–1183.

[16] HEE ML, YANG JS, HEA WL, *et al.* Simultaneous determination of

- preservatives, artificial sweeteners, and synthetic dyes in kimchi by ultra-performance liquid chromatography electrospray ionization tandem mass spectrometry (UPLC-ESI-MS/MS) [J]. *Anal Lett*, 2019, 52(16): 2472–2483.
- [17] 胡梅, 王骏, 祝建华. HPLC/MS 测定食品中的苯甲酸、山梨酸、甜蜜素、糖精钠[J]. *粮食与食品工业*, 2010, 17(3): 60–62.
HU M, WANG J, ZHU JH. Determination of benzoic acid, sorbic acid, sodium cyclamate and saccharin sodium in food by HPLC/MS [J]. *Cere Food Ind*, 2010, 17(3): 60–62.
- [18] 张柏瑀, 赵颖, 刘瑜, 等. 超高效液相色谱—串联四极杆—线性加速离子阱复合质谱法对加工肉制品中防腐剂、甜味剂的筛查检测[J]. *中国卫生检验杂志*, 2017, 27(15): 2155–2157.
ZHANG BY, ZHAO Y, LIU Y, *et al.* Determination of preservatives and sweeteners in processed meat by ultra performance liquid chromatography - tandem quadrupole-linear accelerated ion trap mass spectrometry [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2017, 27(15): 2155–2157.
- [19] 王露露, 罗娇依, 冯赛赛, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法快速检测预制调理羊肉串中 15 种杂环胺[J]. *食品安全质量检测学报*, 2024, 15(4): 49–58.
WANG LL, LUO JY, FENG SS, *et al.* Rapid determination of 15 kinds of heterocyclic amines in prefabricated mutton kebabs by ultra performance liquid chromatogram-tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2024, 15(4): 49–58.
- [20] 蔡琼, 余文琴, 李小琴, 等. 高效液相色谱-三重四极杆/复合线性离子阱质谱法同时测定液态发酵食品中 14 种生物胺及其代谢物[J]. *食品安全质量检测学报*, 2024, 15(4): 87–97.
CAI Q, YU WQ, LI XQ, *et al.* Simultaneous determination of 14 kinds of biogenic amines and their metabolites in liquid fermented food by high performance liquid chromatography-triple quadrupole/composite linear ion trap mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2024, 15(4): 87–97.
- [21] 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.
- [22] 袁河, 肖晓义, 刘佳, 等. 高效液相色谱法测定食用槟榔中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的不确定度评定[J]. *食品与机械*, 2020, 36(8): 77–81.
YUAN H, XIAO XY, LIU J, *et al.* Evaluation of uncertainty in determination of benzoic acid, sorbic acid and saccharin sodium in edible betel nut by HPLC [J]. *Food Mach*, 2020, 36(8): 77–81.
- [23] 陈宁周, 王海波, 莫紫梅, 等. 高效液相色谱-串联质谱法同时检测饮料中 16 种添加剂[J]. *食品安全质量检测学报*, 2019, 10(15): 5137–5147.
CHEN NZ, WANG HB, MO ZM, *et al.* Simultaneous detection of 16 kinds of additives in beverages by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(15): 5137–5147.
- [24] 李小晶, 陈旻实, 戴金兰, 等. 固相萃取高效液相色谱-质谱法同时检测啤酒中 5 种痕量防腐剂[J]. *分析测试学报*, 2013, 32(8): 973–977.
LI XJ, CHEN WS, DAI JL, *et al.* Simultaneous determination of five trace preservatives in beer by solid phase extraction/high performance liquid chromatography-mass spectrometry [J]. *J Instrum Anal*, 2013, 32(8): 973–977.
- [25] 孙文军, 杜振霞, 于文莲, 等. 三相中空纤维液相微萃取/超高效液相色谱-串联质谱法检测饮品中的苯甲酸与山梨酸[J]. *分析测试学报*, 2012, 31(12): 1487–1492.
SUN WJ, DU ZX, YU WL, *et al.* Three-phase hollow fiber membrane liquid phase microextraction/ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry for determination of benzoic and sorbic acid in drinks [J]. *J Instrum Anal*, 2012, 31(12): 1487–1492.
- [26] HIROAKI S, AZUSA Y, MASAYOSHI T, *et al.* Simultaneous determination of sweeteners in beverages by LC-MS/MS [J]. *Food Addit Contam A*, 2015, 32(6): 808–16.
- [27] 李梅, 陈浩明, 关智维. 液相色谱串联质谱仪对食品中 10 种甜味剂和防腐剂的检测[J]. *广东化工*, 2021, 48(8): 271–274.
LI M, CHEN HM, GUAN ZW. Determination of 10 sweeteners and preservatives in food by liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *Guangdong Chem Ind*, 2021, 48(8): 271–274.
- [28] 许秀敏, 吴西梅, 梁春德, 等. 液相色谱-质谱联用检测食品中苯甲酸、山梨酸、糖精钠[J]. *中国卫生检验杂志*, 2005, 15(9): 1057–1059.
XU XM, WU XM, LIANG CD, *et al.* Determination of benzoic, sorbic acid, sodium saccharin in food by LC-MS [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2005, 15(9): 1057–1059.
- [29] 郭良起, 师敬敬, 汤苗苗, 等. 液相色谱串联质谱法同时测定调味面制品中 15 种食品添加剂[J]. *现代食品*, 2023, 29(1): 168–173.
GUO LQ, SHI JJ, TANG MM, *et al.* Simultaneous determination of 15 kinds of additive in seasoned flour-made foods by using LC-MS/MS [J]. *Mod Food*, 2023, 29(1): 168–173.
- [30] 李川冰. 用 LC/MS 法同时测定食品中 5 种甜味剂[J]. *食品与发酵科技*, 2017, 53(5): 106–108.
LI CB. Simultaneously determining 5 sorts of sweet taste agent with LC/MS method [J]. *Food Ferment Sci Technol*, 2017, 53(5): 106–108.
- [31] 杨林. 液相色谱法在食品防腐剂检测中的应用[J]. *食品安全导刊*, 2022, (1): 147–149.
YANG L. Application of liquid chromatography in the detection of food preservatives [J]. *China Food Saf Magaz*, 2022, (1): 147–149.
- [32] YIN H. Simultaneous determination of 6 kinds of food additives in drink by HPLC-MS/MS [J]. *J Hyg Res*, 2017, 46(6): 971–980.
- [33] 孙熠, 高翠. 高效液相色谱法原理及在食品防腐剂检测中的应用[J]. *中国食品工业*, 2021, (8): 42–43.
SUN Y, GAO C. The principle of high performance liquid chromatography and its application in the detection of food preservatives [J]. *China Food Ind*, 2021, (8): 42–43.
- [34] 国振, 李秀琴, 陈小桐, 等. 高效液相色谱法同时检测酱油中 8 种防腐剂[J]. *食品科技*, 2017, 42(11): 316–321.
GUO Z, LI XQ, CHEN XT, *et al.* Simultaneous determination of 8 preservatives in soy sauce using high performance liquid chromatography [J]. *Food Sci Technol*, 2017, 42(11): 316–321.

(责任编辑: 蔡世佳 于梦娇)

作者简介



白向飞, 工程师, 主要研究方向为食品安全与检测。

E-mail: 1091357688@qq.com



王思瑶, 工程师, 主要研究方向为食品安全与检测。

E-mail: 953325959@qq.com