

DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20250215002

引用格式: 冯俊富, 朱飞如, 梁国华, 等. 高效液相色谱法同时测定饮料中 19 种食品添加剂[J]. 食品安全质量检测学报, 2025, 16(15): 315–322.

FENG JF, ZHU FR, LIANG GH, *et al.* Simultaneous determination of 19 kinds of food additives in beverages by high performance liquid chromatography [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2025, 16(15): 315–322. (in Chinese with English abstract).

高效液相色谱法同时测定饮料中 19 种食品添加剂

冯俊富, 朱飞如*, 梁国华, 汤丽昌, 郑燕, 叶荣, 郑艳, 黄梓霞

(北海市公共检验检测中心, 北海 536000)

摘要: **目的** 建立高效液相色谱法(high performance liquid chromatography, HPLC)同时测定饮料中 19 种常见防腐剂、甜味剂和合成着色剂的分析方法。**方法** 采用 HPLC 测定, 色谱柱为 ACE Excel 5 C₁₈ (4.6 mm×250 mm, 5 μm), 流速为 1.0 mL/min, 以 20 mmol/L 乙酸铵(pH 7.5)和甲醇为流动相进行梯度洗脱, 并采用二极管阵列多波长检测。**结果** 19 种食品添加剂均得到有效分离; 方法线性范围为 0.5~50.0 μg/mL, 相关系数均在 0.9998 以上; 平均回收率在 92.26%~104.59%之间, 相对标准偏差(relative standard deviations, RSDs)在 0.45%~1.67%之间; 检出限为 0.07~0.29 mg/kg 和定量限为 0.23~0.96 mg/kg, 均低于国家标准, 满足检测要求。**结论** 该方法操作简便, 前处理时间短, 分离效果好, 数据准确, 灵敏度高, 适用于饮料中 19 种食品添加剂的同时检测。

关键词: 高效液相色谱法; 饮料; 防腐剂; 甜味剂; 合成着色剂

Simultaneous determination of 19 kinds of food additives in beverages by high performance liquid chromatography

FENG Jun-Fu, ZHU Fei-Ru*, LIANG Guo-Hua, TANG Li-Chang, ZHENG Yan,
YE Rong, ZHENG Yan, HUANG Zi-Xia

(Beihai Public Inspection and Testing Centre, Beihai 536000, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the simultaneous determination of 19 kinds of common preservatives, sweeteners and synthetic colorants in beverages by high performance liquid chromatography (HPLC). **Methods** HPLC was employed with an ACE Excel 5 C₁₈ column (4.6 mm×250 mm, 5 μm) at a flow rate of 1.0 mL/min. Gradient elution was performed using 20 mmol/L ammonium acetate (pH 7.5) and methanol as the mobile phases, and detection was carried out using a diode array multi-wavelength detector. **Results** Effective separation of all 19 kinds of food additives was achieved. The linear range of the method was 0.5–50.0 μg/mL, with correlation coefficients above 0.9998. The average recovery rates ranged from 92.26% to 104.59%, with relative standard deviations (RSDs) between 0.45% and 1.67%. The limits of detection were 0.07–0.29 mg/kg, and the limits of quantitation were 0.23–0.96 mg/kg, both of which were below the national standards and met the detection requirements. **Conclusion** This method is simple to operate, requires short pre-treatment time, provides good separation efficiency, accurate data, and high sensitivity, making it suitable for the simultaneous determination of 19

收稿日期: 2025-02-15

第一作者: 冯俊富(1982—), 男, 主管药师, 主要研究方向为食品药品检验检测。E-mail: 3529836361@qq.com

*通信作者: 朱飞如(1990—), 女, 工程师, 主要研究方向为食品检验检测。E-mail: 3529836361@qq.com

kinds of food additives in beverages.

KEY WORDS: high performance liquid chromatography; beverages; preservatives; sweeteners; synthetic colorants

0 引言

在现代食品工业中,为追求饮料口感的优化、保质期的延长及外观的美化,防腐剂、甜味剂和合成着色剂等食品添加剂的使用日益普遍,这在一定程度上丰富了食品市场的多样性^[1-3]。然而,值得注意的是,这些添加剂的过量使用可能对消费者的健康构成潜在威胁,如糖精钠过多食用会影响肠胃消化酶的正常分泌,使人食欲减退,大剂量使用苯甲酸、山梨酸等这些食品添加剂可以导致头痛、恶心、呕吐、呼吸困难,甚至能够损伤肝、肾,对人的健康有较大危害^[4-6],因此,对饮料中多种添加剂的含量进行准确、高效的测定显得尤为重要。

高效液相色谱法(high performance liquid chromatography, HPLC)作为一种先进的分离分析技术,凭借其高分离效能、高灵敏度及良好的重现性,在食品添加剂检测领域展现出显著优势,并逐渐成为该领域的首选方法^[7-9]。近年来,国内外学者围绕 HPLC 在食品中添加剂检测中的应用展开了大量研究,取得了一系列重要成果。例如,通过优化色谱条件,HPLC 已能够实现食品中苯甲酸、山梨酸等防腐剂的精确测定^[10-13];同时,该方法也被成功应用于糖精钠、安赛蜜等甜味剂的检测,并表现出令人满意的检测效果^[14-17]。此外,针对合成着色剂如胭脂红、诱惑红等的 HPLC 检测方法也已相继有报道^[18-23]。目前,检测食品中的防腐剂、甜味剂和合成着色剂主要依赖于国家标准方法,如 HPLC 和气相色谱法等。然而,这些方法存在前处理方法不一致以及检测对象相对单一的局限性。由于防腐剂、甜味剂和合成着色剂这 3 类添加剂具有不同的理化性质和光谱特性,国家尚未颁布一种能够同时检测它们的 HPLC 国标方法。为了提高现有检测技术的效率,本研究致力于建立一种 HPLC 同时测定饮料中 19 种食品添加剂的方法。

鉴于此,本研究通过优化实验条件(包括流动相的选择及流动相 pH 的调节、色谱柱的选择、梯度洗脱程序的优化以及检测波长的选择等),建立同时检测饮料中 19 种常见食品添加剂的 HPLC,并对方法的准确性和可靠性进行验证,以期为饮料行业的质量控制提供思路。

1 材料与方 法

1.1 材料、试剂与仪器

1.1.1 材料与试剂

20 批饮料样品均来源于超市。

甲醇(色谱纯,上海安谱实验科技股份有限公司);乙酸铵(优级纯,天津市大茂化学试剂厂);氨水(分析纯,成都金山化学试剂有限公司);聚四氟乙烯(polytetrafluoroethylene,

PTFE)滤膜、聚偏氟乙烯(polyvinylidene fluoride, PVDF)滤膜(0.45 μm)、尼龙 66 (Nylon)滤膜、聚醚砜(polyethersulfone, PES)滤膜(0.22 μm)(天津津腾实验设备有限公司);苯甲酸、山梨酸、糖精钠(以糖精计)、乙酰磺胺酸钾(安赛蜜)标准溶液(质量浓度 1000 μg/mL,北京海岸鸿蒙标准技术有限责任公司);柠檬黄、新红、苋菜红、靛蓝、胭脂红、喹啉黄、日落黄、诱惑红、亮蓝、酸性红、赤藓红(质量浓度 1000 μg/mL,坛墨质检科技股份有限公司);对羟基苯甲酸乙酯(纯度 100.0%,中国食品药品检定研究院);对羟基苯甲酸甲酯(纯度 99.2%)、对羟基苯甲酸丙酯(纯度 100.0%)、对羟基苯甲酸丁酯(纯度 99.8%)(美国 Cato Research Chemicals Inc 公司)。

1.1.2 仪器与设备

Agilent 1260 高效液相色谱仪(配有二极管阵列检测器)、Agilent C₁₈ (4.6 mm×250 mm, 5 μm)(美国安捷伦科技有限公司);XA205DU 电子天平[MAX 81 g/220 g, d=0.01 mg/0.1 mg,梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司];ACE Excel 5 C₁₈ (4.6 mm×250 mm, 5 μm)(美国 Avantor 公司);Waters C₁₈ (4.6 mm×250 mm, 5 μm)(美国 Waters 公司)。

1.2 方 法

1.2.1 色谱条件

色谱柱:ACE Excel 5 C₁₈ (4.6 mm×250 mm, 5 μm),流速:1.0 mL/min,柱温:30 °C,进样量:20 μL;检测波长见表 1;流动相 A:20 mmol/L 乙酸铵(用氨水调 pH 至 7.5),流动相 B:甲醇,洗脱程序见表 2。

表 1 19 种添加剂检测波长
Table 1 Detection wavelengths for 19 kinds of additives

添加剂	波长/nm
安赛蜜	230
苯甲酸	230
山梨酸	230
糖精钠	230
柠檬黄	415
新红	520
苋菜红	520
靛蓝	610
胭脂红	520
喹啉黄	415
日落黄	520
诱惑红	520
对羟基苯甲酸甲酯	254
亮蓝	610
酸性红	520
对羟基苯甲酸乙酯	254
赤藓红	520
对羟基苯甲酸丙酯	254
对羟基苯甲酸丁酯	254

表 2 流动相梯度洗脱程序
Table 2 Program of mobile phase gradient elution

时间/min	A/%	B/%
0	96	4
12	96	4
15	85	15
25	65	35
28	65	35
40	10	90
44	10	90
45	96	4
52	96	4

1.2.2 标准溶液的配制

标准储备液: 分别精密称取对羟基苯甲酸甲酯、对羟基苯甲酸乙酯、对羟基苯甲酸丙酯和对羟基苯甲酸丁酯约 10 mg, 用甲醇溶解并分别定容至 10 mL。储备液质量浓度分别为: 对羟基苯甲酸甲酯 984.1 $\mu\text{g/mL}$; 对羟基苯甲酸乙酯 991 $\mu\text{g/mL}$; 对羟基苯甲酸丙酯 971 $\mu\text{g/mL}$; 对羟基苯甲酸丁酯 1052.9 $\mu\text{g/mL}$ 。

混合标准工作液: 分别准确吸取苯甲酸、山梨酸、糖精钠(以糖精计)和乙酰磺胺酸钾(安赛蜜)标准溶液(1000 $\mu\text{g/mL}$) 1 mL, 柠檬黄、新红、苋菜红、靛蓝、胭脂红、喹啉黄、日落黄、诱惑红、亮蓝、酸性红、赤藓红(质量浓度 1000 $\mu\text{g/mL}$) 1 mL, 对羟基苯甲酸甲酯储备液 1 mL, 对羟基苯甲酸乙酯储备液 1 mL, 对羟基苯甲酸丙酯储备液 1 mL, 对羟基苯甲酸丁酯储备液 1 mL 于 20 mL 容量瓶中, 用水稀释并定容至刻度, 摇匀作为混合标准工作液⑦。随后以混合标准工作液⑦为基体, 用 20% 甲醇逐级稀释得标准曲线溶液①~⑥, 标准曲线溶液①~⑦其质量浓度分别为 0.5、1.0、2.0、5.0、10.0、20.0、50.0 $\mu\text{g/mL}$ 混合系列标准工作溶液。

1.2.3 供试品溶液的制备

样品充分混匀, 精密称取样品 2.50 g, 调节 pH 至 7.5 左右, 加 20% 甲醇约 20 mL, 超声提取 30 min, 冷却至室温, 用 20% 甲醇定容至 25 mL, 摇匀, 用 0.45 μm PTFE 过滤即得。

1.3 数据处理

应用 Agilent 1260 色谱仪配置处理软件 OpenLAB CDS 采集分析数据, Excel 2010 软件进行数据处理。

2 结果与分析

2.1 方法优化

2.1.1 色谱柱的选择

在对色谱柱进行选择时, 综合评估 3 种不同品牌的色谱柱, 具体包括 ACE Excel 5 C₁₈ (4.6 mm×250 mm, 5 μm)、

Waters C₁₈ (4.6 mm×250 mm, 5 μm) 以及 Agilent C₁₈ (4.6 mm×250 mm, 5 μm)。实验结果显示, 使用 Waters 色谱柱时, 柠檬黄与新红之间的分离效果不佳, 难以达到理想的分离度; 而采用 Agilent 色谱柱时, 对羟基苯甲酸甲酯、亮蓝和酸性红等成分则出现了明显的重叠, 无法实现有效分离。在相同的实验条件下, ACE Excel 5 C₁₈ 色谱柱能够确保各成分之间的分离度均超过 1.5。因此, 最终选择 ACE Excel 5 C₁₈ 色谱柱作为本研究的优选色谱柱。

2.1.2 流动相、流动相 pH 及梯度洗脱条件的优化

根据现有文献报道, 防腐剂、甜味剂和合成着色剂的检测所采用的流动相体系多样, 主要包括甲醇与 20 mmol/L 乙酸铵溶液(磷酸调节 pH 6.0)的梯度洗脱^[24]、甲醇-乙腈-水-10 mmol/L 乙酸铵溶液的梯度洗脱^[25]、甲醇与 20 mmol/L 乙酸铵溶液的梯度洗脱^[26-29]、乙腈与 20 mmol/L 乙酸铵溶液的梯度洗脱^[30]、乙腈与 10 mmol/L 醋酸铵溶液的梯度洗脱^[31], 以及甲醇与含有 2 mmol/L 甲酸的 20 mmol/L 乙酸铵溶液的梯度洗脱^[32]等。

综合上述文献信息, 甲醇-20 mmol/L 乙酸铵系统因其广泛应用和良好效果而被多数研究采用。同时, 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 GB 5009.35—2023《食品安全国家标准 食品中合成着色剂的测定》中同样采用此系统, 本研究决定继续沿用甲醇-20 mmol/L 乙酸铵系统作为流动相。

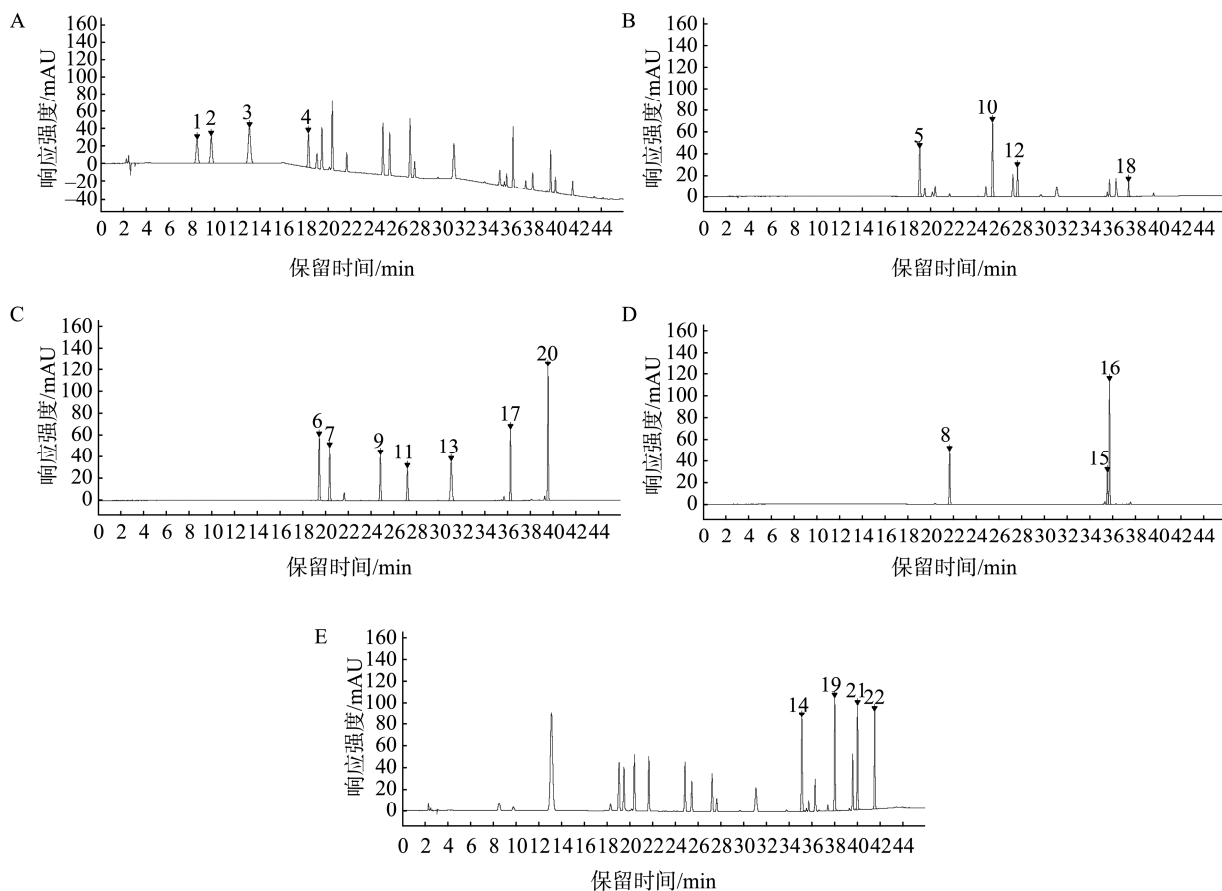
进一步地, 对 20 mmol/L 乙酸铵溶液的 pH 进行了考察, 通过乙酸或氨水调节其 pH 至 6.0、6.5、7.5、8.0 以及未调节 pH, 并结合不断优化的甲醇与乙酸铵比例进行梯度洗脱实验。实验结果显示, 当乙酸铵溶液的 pH 为 7.5 时, 各待测成分展现出最佳的分离效果, 分离度均超过 1.5(图 1)。因此, 本研究最终选定 pH 为 7.5 的 20 mmol/L 乙酸铵溶液作为流动相, 并确定了最佳的实验条件, 具体参数详见表 2。

2.1.3 检测波长的选择

采用二极管阵列检测器, 在 190~800 nm 波长范围内对各标准溶液进行扫描, 以确定各组分最大吸收波长。在满足各组分方法灵敏度要求的基础上, 并尽可能减少其他杂峰的干扰, 同时参考相关标准(GB 5009.28—2016、GB 5009.35—2023)及文献[29-30], 经综合考虑后确定: 安赛蜜、苯甲酸、山梨酸和糖精钠(以糖精计)的检测波长选定为 230 nm; 柠檬黄和喹啉黄的检测波长选定为 415 nm; 新红、苋菜红、胭脂红、日落黄、诱惑红、酸性红和赤藓红的检测波长选定为 520 nm; 靛蓝和亮蓝的检测波长选定为 610 nm; 对羟基苯甲酸甲酯、对羟基苯甲酸乙酯、对羟基苯甲酸丙酯和对羟基苯甲酸丁酯的检测波长选定为 254 nm。

2.1.4 pH 与提取溶剂的选择

在考察样品 pH 对实验结果的影响时, 分别将样品调节至 6.0、7.5、9.0 和未调节 pH。结果显示, 未调节 pH 的



注: A. 230 nm; B. 415 nm; C. 520 nm; D. 610 nm; E. 254 nm。1. 安赛蜜; 2. 苯甲酸; 3. 山梨酸; 4. 糖精钠(以糖精计); 5. 柠檬黄; 6. 新红; 7. 苋菜红; 8. 靛蓝; 9. 胭脂红; 10. 喹啉黄 1; 11. 日落黄; 12. 喹啉黄 2; 13. 诱惑红; 14. 对羟基苯甲酸甲酯; 15. 亮蓝 1; 16. 亮蓝 2; 17. 酸性红; 18. 喹啉黄 3; 19. 对羟基苯甲酸乙酯; 20. 赤藓红; 21. 对羟基苯甲酸丙酯; 22. 对羟基苯甲酸丁酯。

图 1 19 种混合标准溶液色谱图

Fig.1 Chromatograms of 19 kinds of mixed standard solutions

样品中赤藓红的回收率偏低,而在 6.0、7.5 和 9.0 这三个 pH 条件下,各检测成分回收率差异并不明显,为与流动相 pH 一致,本研究选择将样品的 pH 调节至 7.5。

再对提取溶剂进行考察,通过配制 10%、20%、30%、40%和 50%的甲醇水溶液,考察不同浓度的甲醇作为提取溶剂的效果。实验结果表明,当使用 10%和 20%的甲醇时,峰型清晰、尖锐,分离度良好。然而,随着甲醇浓度的增加,当超过 30%时,发现安赛蜜、柠檬黄和新红等成分的峰型开始变得扁平、拖尾,分离效果明显下降。在综合考虑峰型表现、各成分的溶解性,最终选择 20%的甲醇作为最优的提取溶剂。

2.1.5 滤膜的优化筛选

在探究滤膜对实验结果的影响时,对 PTFE 滤膜、PVDF 滤膜、尼龙 66 (Nylon)滤膜以及 PES 滤膜进行了全面的考察。实验结果显示,尼龙 66 (Nylon)滤膜对赤藓红存在较为明显的吸附作用,同时对其他色素成分也产生了不同程度的影响; PES 滤膜则对对羟基苯甲酸酯类物质表现

出不同程度的影响; PVDF 滤膜特定地影响了对羟基苯甲酸丙酯和对羟基苯甲酸丁酯这两种成分;相比之下,PTFE 滤膜对各成分基本没有影响。基于上述实验结果,最终选择 PTFE 滤膜作为最优的滤膜。

2.2 线性范围和灵敏度

在 1.2.1 的色谱条件下,对混合系列标准溶液进行测定,在 0.5~50.0 $\mu\text{g/mL}$ 范围内,线性关系良好,各成分标准色谱图见图 1。以 3 倍信噪比计算检出限,以 10 倍信噪比计算定量限,回归方程、相关系数、检出限及定量限见表 3,结果表明 19 种食品添加剂在 0.5~50.0 $\mu\text{g/mL}$ 范围内,相关系数均在 0.9998 以上,检出限为 0.07~0.29 mg/kg ,定量限为 0.23~0.96 mg/kg 。安赛蜜的检出限和定量限均低于 GB 5009.140—2023《食品安全国家标准 食品中乙酰磺胺酸钾的测定》规定的检出限 0.6 mg/kg ,定量限 2 mg/kg 。苯甲酸、山梨酸、糖精钠(以糖精计)的检出限和定量限均低于 GB 5009.28—2016 规定的检出限 5 mg/kg ,定量限 10 mg/kg 。柠檬黄、新红、胭脂红、日落黄、喹啉黄、

赤鲜红、苋菜红、诱惑红、亮蓝、酸性红、靛蓝的检出限和定量限均低于 GB 5009.35—2023 规定的柠檬黄、新红、胭脂红、日落黄、喹啉黄、赤鲜红检出限均为 0.5 mg/kg, 定量限均为 1.5 mg/kg, 苋菜红、诱惑红、亮蓝、酸性红、靛蓝检出限均为 0.3 mg/kg, 定量限均为 1.0 mg/kg。对羟基苯甲酸甲酯、对羟基苯甲酸乙酯、对羟基苯甲酸丙酯、对羟基苯甲酸丁酯的检出限和定量限均低于 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》规定的检出限 0.6 mg/kg, 定量限 2.0 mg/kg, 灵敏度高。

表 3 19 种食品添加剂的回归方程、相关系数、检出限及定量限
Table 3 Regression equations, correlation coefficients, limits of detection and limits of quantitation for 19 kinds of food additives

添加剂种类	回归方程	相关系数	检出限 (mg/kg)	定量限 (mg/kg)
安赛蜜	$Y=61.9495X+4.4852$	0.99986	0.22	0.75
苯甲酸	$Y=68.7675X-2.7634$	0.99995	0.20	0.68
山梨酸	$Y=116.6885X+0.6715$	0.99992	0.16	0.52
糖精钠 (以糖精计)	$Y=59.6163X-1.5256$	0.99995	0.16	0.53
柠檬黄	$Y=59.9927X-0.4930$	0.99990	0.22	0.74
新红	$Y=65.9678X-4.2813$	0.99997	0.13	0.43
苋菜红	$Y=51.0524X-3.4899$	0.99996	0.17	0.56
靛蓝	$Y=48.6136X-6.8009$	0.99997	0.18	0.61
胭脂红	$Y=45.4141X-3.0433$	0.99996	0.20	0.67
喹啉黄	$Y=112.9484X-6.7293$	0.99996	0.17	0.57
日落黄	$Y=32.5300X-1.9285$	0.99996	0.29	0.96
诱惑红	$Y=63.9775X-4.7202$	0.99996	0.24	0.79
对羟基苯 甲酸甲酯	$Y=123.9769X+0.7757$	0.99992	0.13	0.44
亮蓝	$Y=114.0322X-9.2209$	0.99996	0.07	0.24
酸性红	$Y=54.3796X-4.4880$	0.99997	0.13	0.43
对羟基苯 甲酸乙酯	$Y=119.4506X+3.5323$	0.99991	0.11	0.36
赤鲜红	$Y=107.2851X-0.4011$	0.99993	0.07	0.23
对羟基苯 甲酸丙酯	$Y=107.0979X+5.9734$	0.99993	0.11	0.36
对羟基苯 甲酸丁酯	$Y=97.1992X+4.3117$	0.99991	0.12	0.42

2.3 重复性实验

取添加 5 μg/mL 的混合标准溶液的空白饮料样品按 1.2.1 项下色谱条件进行检测, 分别连续进样 6 次, 6 次测定的相对标准偏差(relative standard deviations, RSDs)结果见表 4,

表 4 19 种食品添加剂的重复性实验结果($n=6$)
Table 4 Repeatability test results for 19 kinds of food additives ($n=6$)

添加剂种类	RSDs/%
安赛蜜	0.05
苯甲酸	0.04
山梨酸	0.02
糖精钠(以糖精计)	0.17
柠檬黄	0.06
新红	0.07
苋菜红	0.05
靛蓝	0.25
胭脂红	0.03
喹啉黄	0.04
日落黄	0.09
诱惑红	0.05
对羟基苯甲酸甲酯	0.07
亮蓝	0.04
酸性红	0.06
对羟基苯甲酸乙酯	0.14
赤鲜红	0.04
对羟基苯甲酸丙酯	0.07
对羟基苯甲酸丁酯	0.06

RSDs 为 0.02%~0.25%, 结果表明, 本方法的重复性良好。

2.4 加标回收实验

准确称取空白饮料样品, 分别精密加入混合标准工作液⑦ 0.5、1.0、2.5 mL 依法提取, 3 个浓度水平的溶液各 3 份, 按 1.2.1 项下色谱条件进行检测, 其回收率见表 5, 结果表明 19 种食品添加剂平均回收率在 92.26%~104.59%之间, RSDs 在 0.45%~1.67%之间, 回收率良好。

2.5 实际样品检测

选择 20 批饮料按方法进行检测, 有 7 批检出不同成分, 结果为样品 1 检出安赛蜜为 54.4 mg/kg, 苯甲酸为 141.8 mg/kg, 柠檬黄为 5.8 mg/kg 和日落黄为 16.9 mg/kg; 样品 2 检出安赛蜜为 61.9 mg/kg, 苯甲酸为 141.7 mg/kg, 诱惑红为 46.6 mg/kg 和亮蓝为 2.0 mg/kg; 样品 3 检出安赛蜜为 23.1 mg/kg; 样品 4 检出安赛蜜为 15.3 mg/kg 和苯甲酸为 141.3 mg/kg; 样品 5 检出安赛蜜为 26.8 mg/kg 和山梨酸为 120.7 mg/kg; 样品 6 检出安赛蜜为 55.7 mg/kg, 苯甲酸为 144.9 mg/kg, 柠檬黄为 6.0 mg/kg 和日落黄为 17.3 mg/kg; 样品 7 检出苯甲酸为 121.0 mg/kg, 柠檬黄为 2.1 mg/kg 和苋菜红为 5.5 mg/kg, 其余样品为未检出, 所检出成分均未超过国家标准限量要求。

表 5 19 种食品添加剂加标回收率实验结果($n=3$)
Table 5 Spike recovery test results for 19 kinds of food additives ($n=3$)

添加剂种类	添加水平/ $(\mu\text{g/mL})$	平均回收率/%	RSDs/%	添加剂种类	添加水平/ $(\mu\text{g/mL})$	平均回收率/%	RSDs/%	添加剂种类	添加水平/ $(\mu\text{g/mL})$	平均回收率/%	RSDs/%
安赛蜜	1	97.85	1.08	靛蓝	1	98.36	0.80	亮蓝	1	103.29	0.45
	2	99.91	1.08		2	98.95	0.97		2	101.45	1.03
	5	99.55	1.10		5	92.26	0.64		5	99.06	1.61
苯甲酸	1	100.62	0.70	胭脂红	1	103.04	0.69	酸性红	1	104.59	0.52
	2	100.01	1.16		2	100.89	1.00		2	101.97	0.92
	5	99.02	1.54		5	99.15	1.56		5	99.27	1.34
山梨酸	1	96.54	0.67	喹啉黄	1	102.63	0.65	对羟基苯甲酸乙酯	0.991	95.35	0.56
	2	98.58	1.12		2	100.82	1.05		1.982	98.27	0.99
	5	99.00	1.67		5	99.14	1.61		4.955	99.04	1.49
糖精钠 (以糖精计)	1	99.56	1.45	日落黄	1	102.48	0.57	赤藓红	1	97.71	0.49
	2	99.44	1.30		2	100.77	1.11		2	99.40	1.09
	5	98.98	1.43		5	99.14	1.60		5	99.35	1.58
柠檬黄	1	97.32	0.69	诱惑红	1	104.00	0.64	对羟基苯甲酸丙酯	0.971	97.26	0.53
	2	97.99	1.07		2	101.49	1.08		1.942	98.79	1.14
	5	97.95	1.64		5	99.31	1.43		4.855	99.29	1.32
新红	1	102.93	0.53	对羟基苯甲酸甲酯	0.9841	95.90	0.46	对羟基苯甲酸丁酯	1.0529	96.31	0.65
	2	100.98	1.10		1.9682	99.32	1.61		2.1058	98.41	1.19
	5	99.10	1.64		4.9205	99.05	1.48		5.2645	98.87	1.11
苋菜红	1	103.16	0.53								
	2	101.14	1.07								
	5	99.21	1.57								

注: 相对标准偏差(relative standard deviations, RSDs)。

3 结 论

本研究建立了 HPLC 用于同时测定饮料中的 19 种常见食品添加剂, 包括防腐剂(如苯甲酸、山梨酸及对羟基苯甲酸酯类)、甜味剂[如安赛蜜、糖精钠(以糖精计)]、合成着色剂(如柠檬黄、新红、胭脂红等)。通过对实验条件的优化, 包括流动相的选择与 pH 调节、梯度洗脱程序的设定以及检测波长的选择等, 实现了对饮料中 19 种食品添加剂的同时检测, 实验结果显示, 每种食品添加剂的检出限和定量限均低于国家相关标准, 充分证明了本方法的实用性。采用此方法, 19 种食品添加剂均得到有效分离, 确保了检测结果的准确性。同时, 利用二极管阵列检测器在特定波长下对各目标物进行检测, 进一步提高了方法的灵敏度和选择性。此外, 本方法具有操作简便、准确度高、重复性好等优点, 适用于大批量样品的快速筛查和定量分析。

参考文献

[1] 谭环慧, 谢宏斌, 周武雄. 超高效液相色谱法同时测定饮料中的 10 种食品添加剂[J]. 中国食品添加剂, 2020, 31(6): 99-104.

- TAN JH, XIE HB, ZHOU WX. Simultaneous determination of 10 food additives in beverages by ultra performance liquid chromatography [J]. China Food Additives, 2020, 31(6): 99-104.
- [2] 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]. Modern Food, 2023, 29(20): 205-207.
- [3] 郑云华, 张会, 蒋文隆. 高效液相色谱法同时测定饮料中 13 种食品添加剂[J]. 食品安全导刊, 2022(25): 109-111.
- ZHENG YH, ZHANG H, JIANG WL. Simultaneous determination of 13 food additives in beverages by high performance liquid chromatography [J]. China Food Safety Magazine, 2022(25): 109-111.
- [4] 宋星仪, 翟玲玲. 食品添加剂对食品安全及人体健康的影响及对策[J]. 现代食品, 2024, 30(23): 149-151.
- SONG XY, ZHAI LL. The Impact of food additives on food safety and human health and corresponding countermeasures [J]. Modern Food, 2024, 30(23): 149-151.
- [5] 方晓丽. 超高效液相色谱同时测定饮料中 5 种食品添加剂[J]. 食品工业, 2018, 39(12): 314-318.
- FANG XL. Simultaneous determination of five food additives in

- beverages by ultra performance liquid chromatography [J]. *Food Industry*, 2018, 39(12): 314–318.
- [6] 张飞, 杨涛, 刘长勇, 等. 高效液相色谱法测定奶制品中 5 种食品添加剂[J]. *化学研究与应用*, 2022, 34(11): 2778–2782.
- ZHANG F, YANG T, LIU CY, *et al.* Determination of five food additives in dairy products by high performance liquid chromatography [J]. *Chemical Research and Application*, 2022, 34(11): 2778–2782.
- [7] 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 种防腐剂及 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 foods by high performance liquid chromatography based on a novel hydrophilic C₁₈ column [J]. *Chinese Journal of Food Hygiene*, 2023, 35(10): 1448–1453.
- [8] 叶舟方. 高效液相色谱法在食品添加剂含量检测中的应用研究[J]. *现代食品*, 2024, 30(20): 173–175.
- YE ZF. Application of high performance liquid chromatography in the determination of food additive contents [J]. *Modern Food*, 2024, 30(20): 173–175.
- [9] 梁晶晶, 徐潇颖, 丁宇琦, 等. 全自动固相萃取-液相色谱法测定高脂食品中多种合成着色剂及铝色淀[J]. *食品科技*, 2020, 45(8): 286–292.
- LIANG JJ, XU XY, DING YQ, *et al.* Determination of multiple synthetic colorants and aluminum lakes in high-fat foods by automated solid-phase extraction combined with liquid chromatography [J]. *Food Science and Technology*, 2020, 45(8): 286–292.
- [10] 毋修远, 高海军, 张红云, 等. 高效液相色谱法同时测定冷饮中 12 种食品添加剂[J]. *现代食品*, 2023, 29(10): 185–187.
- WU XY, GAO HJ, ZHANG HY, *et al.* Simultaneous determination of 12 food additives in cold drinks by high performance liquid chromatography [J]. *Modern Food*, 2023, 29(10): 185–187.
- [11] 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 beverages by high performance liquid chromatography [J]. *Journal of Anhui Agricultural Sciences*, 2021, 49(15): 185–187.
- [12] 陈森森, 赵昕, 李东辉, 等. 高效液相色谱法测定饮料和冰淇淋中 18 种添加剂[J]. *食品科技*, 2024, 49(5): 307–313.
- CHEN MM, ZHAO X, LI DH, *et al.* Determination of 18 kinds of additives in beverages and ice creams by high performance liquid chromatography [J]. *Food Science and Technology*, 2024, 49(5): 307–313.
- [13] 邓迎春, 徐晓楠, 郭旭光, 等. 高效液相色谱法同时测定食品中安赛蜜、苯甲酸(钠)、山梨酸(钾)、脱氢乙酸(钠)和糖精钠[J]. *中国卫生检验杂志*, 2020, 30(8): 918–921.
- DENG YC, XU XN, GUO XG, *et al.* Simultaneous determination of acesulfame potassium, benzoic acid (sodium benzoate), sorbic acid (potassium sorbate), dehydroacetic acid (sodium dehydroacetate), and sodium saccharin in foods by high performance liquid chromatography [J]. *Chinese Journal of Health Laboratory Technology*, 2020, 30(8): 918–921.
- [14] 李婷, 区硕俊, 王强, 等. 高效液相色谱法同时测定酱腌菜中 15 种食品添加剂的含量[J]. *食品安全质量检测学报*, 2016, 7(9): 3788–3793.
- LI T, OU SJ, WANG Q, *et al.* Simultaneous determination of 15 food additives in pickled vegetables by high performance liquid chromatography [J]. *Journal of Food Safety & Quality*, 2016, 7(9): 3788–3793.
- [15] 卫星华, 李荣, 董曼曼, 等. 高效液相色谱法同时测定饮品中 8 种食品添加剂[J]. *食品研究与开发*, 2017, 38(24): 137–140.
- WEI XH, LI R, DONG MM, *et al.* Simultaneous determination of 8 kinds of food additives in beverages by high performance liquid chromatography [J]. *Food Research and Development*, 2017, 38(24): 137–140.
- [16] 刘仲义, 李锦清, 伍尚森, 等. 高效液相色谱法测定运动饮料中 13 种食品添加剂[J]. *食品安全质量检测学报*, 2018, 9(3): 506–511.
- LIU ZY, LI JQ, WU SS, *et al.* Determination of 13 food additives in sports drinks by high performance liquid chromatography [J]. *Journal of Food Safety & Quality*, 2018, 9(3): 506–511.
- [17] 张小芳, 付大友. 高效液相色谱法同时测定食醋和酱油中的 6 种防腐剂和甜味剂[J]. *中国调味品*, 2018, 43(9): 147–150.
- ZHANG XF, FU DY. Simultaneous determination of 6 preservatives and sweeteners in vinegar and soy sauce by high performance liquid chromatography [J]. *China Condiment*, 2018, 43(9): 147–150.
- [18] 李广, 李琪, 顾敏, 等. 高效液相色谱法同时检测葡萄酒中 11 种人工合成着色剂[J]. *中国酿造*, 2024, 43(7): 246–250.
- LI G, LI Q, GU M, *et al.* Simultaneous detection of 11 artificial synthetic colorants in wine by high performance liquid chromatography [J]. *China Brewing*, 2024, 43(7): 246–250.
- [19] 何林飞, 刘常凯, 唐文武, 等. 固相萃取-高效液相色谱法测定自制饮料中 10 种合成色素的含量[J]. *食品科技*, 2019, 44(2): 339–343.
- HE LF, LIU CK, TANG WW, *et al.* Determination of 10 synthetic pigments in homemade beverages by solid-phase extraction and high performance liquid chromatography [J]. *Food Science and Technology*, 2019, 44(2): 339–343.
- [20] 周六军, 曹赵云, 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.
- ZHOU LJ, CAO ZY, ZHOU R, *et al.* Simultaneous determination of 12 additives in 5 kinds of food by high performance liquid chromatography [J]. *Journal of Agricultural Quality and Safety*, 2018(5): 69–73.
- [21] 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 nine food additives in beverages and jellies by high performance liquid chromatography [J]. *Journal of Food Safety & Quality*, 2021, 12(4): 1524–1530.
- [22] 江生, 敖菊梅, 潘正, 等. 高效液相色谱法同时快速测定饮料中的 12 种食品添加剂[J]. *分析试验室*, 2017, 36(6): 729–731.
- JIANG S, AO JM, PAN Z, *et al.* Rapid simultaneous determination of 12 food additives in beverages by high performance liquid chromatography [J]. *Chinese Journal of Analysis Laboratory*, 2017, 36(6): 729–731.
- [23] 方晓丽. 超高效液相色谱法测定饮料中 6 种合成色素[J]. *食品研究与开发*, 2017, 38(18): 166–171.
- FANG XL. Determination of 6 synthetic pigments in beverages by ultra

- performance liquid chromatography [J]. Food Research and Development, 2017, 38(18): 166–171.
- [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 WJ, WANG Z, *et al.* Rapid determination of 19 additives in sugar and candies by HPLC and its application [J]. Chemical Research and Application, 2022, 34(12): 2988–2994.
- [25] 赵昕, 张静, 李东辉, 等. 高效液相色谱法同时检测水果加工品中 18 种食品添加剂[J]. 食品安全质量检测学报, 2024, 15(20): 297–306.
ZHAO X, ZHANG J, LI DH, *et al.* Simultaneous detection of 18 food additives in processed fruits by high performance liquid chromatography [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2024, 15(20): 297–306.
- [26] 黄丽娟, 李道霞, 余晓琴, 等. 高效液相色谱法测定食品中 11 种合成着色剂及其铝色淀[J]. 理化检验(化学分册), 2020, 56(12): 1254–1260.
HUANG LJ, LI DX, YU XQ, *et al.* Determination of 11 kinds of synthetic colorants and their aluminum lakes in food by high performance liquid chromatography [J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Part B: Chemical Analysis), 2020, 56(12): 1254–1260.
- [27] 王婷, 程国栋, 李娜, 等. 高效液相色谱法同时测定食品中 9 种合成着色剂[J]. 食品安全质量检测学报, 2022, 13(2): 483–491.
WANG T, CHENG GD, LI N, *et al.* Simultaneous determination of nine synthetic colorants in foods by high performance liquid chromatography [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2022, 13(2): 483–491.
- [28] 黎秋燕, 李金星, 曲霏, 等. 高效液相色谱法同时测定奶茶和果茶中的十种添加剂[J]. 现代预防医学, 2020, 47(15): 2733–2738.
LI QY, LI JX, QU F, *et al.* Simultaneous determination of ten additives in milk tea and fruit tea by high performance liquid chromatography [J]. Modern Preventive Medicine, 2020, 47(15): 2733–2738.
- [29] 刘芸, 刘红, 李志全. 超高效液相色谱法测定饮料中的 25 种常见和新型食品添加剂[J]. 理化检验(化学分册), 2021, 57(11): 1017–1021.
LIU Y, LIU H, LI ZQ. Determination of 25 common and novel food additives in beverages by ultra performance liquid chromatography [J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Part B: Chemical Analysis), 2021, 57(11): 1017–1021.
- [30] 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 food additives in 4 kinds of food by high performance liquid chromatography [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2021, 12(10): 4188–4194.
- [31] 孙稚菁, 任国杰, 王灵芝, 等. 果脯蜜饯和果冻中 10 种食品添加剂的同时测定[J]. 食品研究与开发, 2017, 38(7): 133–137.
SUN ZJ, REN GJ, WANG LZ, *et al.* Simultaneous determination of 10 food additives in preserved fruits, candied fruits, and jellies [J]. Food Research and Development, 2017, 38(7): 133–137.
- [32] 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 detection of six food additives in pastries by ultra performance liquid chromatography with variable wavelength [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2022, 13(18): 5924–5932.

(责任编辑: 于梦娇 安香玉)