DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20260106003
引用格式: 何邵彤, 欧阳丽, 钟菲菲, 等. 固相萃取-超高效液相色谱法同时测定食品中单宁酸等 9 种食品添加剂[J]. 食品安全质量检测学报, 2026, 17(11): 206–213.
HE ST, OUYANG L, ZHONG FF, *et al*. Simultaneous determination of 9 kinds of food additives including tannic acid in food samples by solid-phase extraction-ultra performance liquid chromatography [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2026, 17(11): 206–213. (in Chinese with English abstract).

固相萃取-超高效液相色谱法同时测定食品中单宁酸等 9 种食品添加剂

何邵彤, 欧阳丽, 钟菲菲*, 尹芳平, 王 璐, 黄玉婷
(长沙市食品药品检验所, 长沙 410036)

摘 要: 目的 建立超高效液相色谱法同时测定食品中单宁酸等 9 种食品添加剂的分析方法。**方法** 样品经水超声提取, PWA-2 固相萃取柱净化后, 采用 Poroshell 120 EC-C_{18} 型色谱柱(150 mm×3.0 mm, 2.7 μm)进行分离, 以 25 mmol/L 磷酸二氢钾和乙腈为流动相进行梯度洗脱, 在 215 nm 波长下检测。**结果** 9 种目标物在 2.0~100.0 mg/L 质量浓度范围内线性关系良好, 相关系数(*r*)均不低于 0.999; 方法检出限为 0.0025~0.0050 g/kg, 定量限为 0.005~0.010 g/kg。在茶饮料、肉肠、牛奶、红酒 4 种基质中进行低、中、高 3 个浓度水平的加标回收实验, 平均回收率为 80.0%~118.0%, 相对标准偏差为 2.8%~8.5% (*n*=6)。**结论** 该方法灵敏度高、重现性好、准确度高, 适用于食品中单宁酸等 9 种食品添加剂的同时检测。

关键词: 单宁酸; 甜味剂; 防腐剂; 固相萃取; 超高效液相色谱法; 食品添加剂

Simultaneous determination of 9 kinds of food additives including tannic acid in food samples by solid-phase extraction-ultra performance liquid chromatography

HE Shao-Tong, OUYANG Li, ZHONG Fei-Fei*, YIN Fang-Ping, WANG Lu, HUANG Yu-Ting
(*Changsha Institute for Food and Drug Control*, *Changsha* 410036, *China*)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the simultaneous determination of 9 kinds of food additives in foods by ultra performance liquid chromatography. **Methods** The samples were subjected to ultrasonic extraction with water, purified by a PWA-2 solid-phase extraction cartridge, and then separated on a Poroshell 120 EC-C_{18} column (150 mm×3.0 mm, 2.7 μm) under gradient elution using a mobile phase composed of 25 mmol/L potassium dihydrogen phosphate solution and acetonitrile. Detection was carried out at 215 nm. **Results** The results showed good linearity for the 9 kinds of analytes in the mass concentration range of 2.0–100.0 mg/L, with correlation

收稿日期: 2026-01-06
基金项目: 湖南省市场监督管理局科技计划项目(2024KJJH33)
第一作者: 何邵彤(1994—), 女, 工程师, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: ltrn@qq.com
***通信作者:** 钟菲菲(1983—), 女, 博士, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: 154296471@qq.com

coefficients (r^2) not less than 0.999. The limits of detection and limits of quantitation ranged from 0.0025 to 0.0050 g/kg and from 0.005 to 0.010 g/kg, respectively. Recovery experiments were performed at low, medium and high spiked levels in 4 kinds of representative matrices (tea beverage, sausage, milk, red wine). The average recoveries were 80%–118%, with relative standard deviations in the range of 2.8%–8.5% (n=6). **Conclusion** The method exhibited high sensitivity, good reproducibility and high accuracy, and is applicable for the simultaneous determination of 9 kinds of food additives,including tannic acid, in food matrices.

KEY WORDS: tannic acid; sweeters; preservatives; solid-phase extraction; ultra performance liquid chromatography; food additives

0 引　言

食品添加剂是现代食品工业的重要组成部分, 在改善食品感官品质、优化加工性能和延长货架期等方面发挥着关键作用。然而, 在实际生产与流通中, 为掩盖原料缺陷、追求感官刺激或降低成本, 食品添加剂超范围与超限量使用(“双超”)日益突出[1–4]。近年来, 我国“双超”问题呈现持续攀升态势, 国家市场监督管理总局数据显示, 其在年度抽检不合格项目中的占比已从 2022 年的 9.42%[5]攀升至 2024 年的 15.03%[6], 凸显了监管形式的严峻性与发展高效检测技术的紧迫性。

单宁酸是一种天然的多酚化合物[7], 主要从五倍子等植物中提取, 其富含的酚羟基结构赋予其抗氧化性、蛋白质结合及金属离子络合等多种化学活性, 故在食品工业中被广泛用作抗氧化剂、保鲜剂、澄清剂和风味改良剂[8–10]。其作用机制主要基于酚羟基的化学特性: 一方面通过氢键与蛋白质、生物碱等大分子相互作用以改善食品品质与稳定性[11–13]; 另一方面通过清除自由基, 有效延缓食品氧化劣变[14]。然而, 单宁酸的生物活性具有双重性。其酚羟基等活性基团可与蛋白质、核酸发生非特异性结合, 干扰消化酶功能, 引起消化系统紊乱, 甚至诱发细胞毒性反应[15–17]。长期过量摄入则可能引发肝肾毒性, 甚至死亡[18]。此外, 单宁酸易与铁等金属离子形成稳定络合物[19], 降低铁元素的生物利用度, 增加缺铁性贫血风险。因此, GB 2760—2024《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》对其使用范围与使用原则进行了严格规定, 但实际生产中的违规添加风险依然存在[20]。人工合成甜味剂(如阿斯巴甜、纽甜、糖精钠、爱德万甜)和防腐剂(如山梨酸及其盐类、苯甲酸及其盐类)同样面临严格的管控与现实的滥用风险[21–23]。尤其值得注意的是, 为协同达到特定工艺要求, 多类别添加剂复合使用已成常态, 这对检测技术的覆盖广度与分析通量提出了更高要求。

高效、精准的检测技术是有效遏制“双超”问题的技术基础。目前, 我国现行国家标准主要针对单一或少数同类甜味剂、防腐剂的独立检测, 分散的检测体系难以应对复杂基质中多组分同步分析的挑战。此外, 尽管新型人工合成甜味剂爱德万甜已于 2017 年 10 月 30 日被批准作为食品添加剂新品种使用, 但国内至今尚未出台相应的强制性食品安全国家标准[22]。相关检测标准的缺失, 加之现有方法效率不高, 共同制约了食品安全监管工作的时效性和执行效果。虽然近年来多种防腐剂和甜味剂的同步检测研究已取得显著进展[24–31], 但将单宁酸这一重要风险与功能指标纳入同步检测的方法尚鲜少见报道。在已有研究的基础上[29], 本研究通过系统优化检测条件, 建立了一种固相萃取-超高效液相色谱分析方法, 实现了对复杂食品基质中单宁酸、多种常用合成甜味剂和防腐剂的同步、准确测定, 为食品安全监管提供了一种高效的技术解决方案。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

实验中所用样品均为市售。

甲醇、乙腈(色谱纯, 德国默克公司); 磷酸二氢钾(优级纯, 天津市光复科技发展有限公司); 氨水(分析纯, 西陇科学股份有限公司); 磷酸(分析纯, 国药集团化学试剂有限公司); 单宁酸(纯度 100%, 上海麦克林生化科技有限公司); 苯甲酸、山梨酸(纯度 99.8%)、安赛蜜、糖精钠(纯度 99.9%)、阿斯巴甜、阿力甜(纯度 99.0%)、纽甜(纯度 99.3%)、爱德万甜(纯度 97.3%)(北京曼哈格生物科技有限公司); 实验用水均由 Direct-Q8R 超纯水仪制备。

1.2 仪器与设备

ACQUITY UPLC H-Class PLUS 超高效液相色谱仪(美国沃特世公司); BCE224I-1CCN 电子天平(精度 0.01 mg, 赛多利斯科学仪器有限公司); KQ5200DE 超声波清洗仪(昆山市超声仪器有限公司); Direct-Q8R 超纯水仪[默克化工技术(上海)有限公司]; HSE-24B 真空固相萃取装置(天津市恒奥科技发展有限公司); 7urbovap 氮吹仪(广州牛顿光学研究院有限公司); ST16R 高速冷冻离心机[赛默飞世尔科技(中国)有限公司]; Poroshell 120 EC-C_{18} 型色谱柱(150 mm×3.0 mm, 2.7 μm, 美国安捷伦公司); 混合型弱阴离子交换反相柱 PWA-2 固相萃取小柱(500 mg, 6 mL, 北京迪马科技有限公司); 0.22 μm 聚四氟乙烯针头式过滤器(天津市希波氏科技有限公司); B-广泛试纸(pH 1~14, 上海三

爱思试剂有限公司)。

1.3 实验方法

1.3.1 标准溶液配制

精密称取各标准品, 单宁酸、安赛蜜、糖精钠、阿力甜分别用水配制, 苯甲酸、山梨酸、爱德万甜、纽甜分别用甲醇配制, 阿斯巴甜用 50%甲醇水溶液配制, 均配制为 10 mg/mL 的单标储备液, 4 ℃下避光保存, 备用。分别准确吸取各单标储备液 1.00 mL, 用水稀释成质量浓度为 1 mg/mL 的混合标准中间溶液, 4 ℃下避光保存, 备用。

临用时将混合标准中间溶液逐级用水稀释成各目标化合物质量浓度分别为 2.0、5.0、10.0、20.0、40.0、50.0、80.0 和 100.0 mg/L 的混合标准系列工作溶液。

1.3.2 样品处理

(1)提取

酒类及茶饮料: 称取约 2 g(精确到 0.001 g)样品置于 100 mL 烧杯中, 加入约 40 mL 水, 超声提取 10 min, 冷却至室温, 转移至 50 mL 容量瓶中, 用水定容至刻度, 摇匀, 待净化。

牛奶及肉制品: 称取约 2 g(精确到 0.001 g)样品置于 50 mL 具塞离心管中, 加入约 40 mL 水, 超声提取 10 min, 冷却至室温, 10000 r/min 离心 5 min, 将上清液转移至 50 mL 容量瓶中, 用水定容至刻度, 摇匀, 待净化。

(2)净化

取 PWA-2 固相萃取小柱, 用 5 mL 甲醇活化、5 mL 水平衡后, 准确吸取样品上清液 5 mL 过柱, 弃去流出液, 用 5 mL 0.1%磷酸溶液淋洗小柱, 待淋洗液完全通过小柱后, 以 5 mL 1%氨水甲醇溶液洗脱, 洗脱液用具刻度试管收集, 45 ℃水浴氮吹浓缩至近干, 残渣用 1 mL 水复溶, 涡旋混合 30 s, 用 50%的磷酸水溶液调 pH 至 3~4 后, 经聚四氟乙烯针头式过滤器(0.22 μm)过滤, 供超高效液相色谱仪分析。

1.3.3 色谱条件

色谱柱: Poroshell 120 EC-C_{18} 型色谱柱(150 mm×3.0 mm, 2.7 μm); 流速: 0.3 mL/min; 柱温: 30 ℃; 检测波长: 215 nm; 进样体积: 2 μL; 流动相: 25 mmol/L 磷酸二氢钾溶液(A)和乙腈(B), 梯度洗脱程序见表 1。

1.3.4 方法学考察

选择茶饮料、肉肠、牛奶、红酒样品, 分别加入不同含量水平的标准溶液, 每个水平重复测定 6 次, 进行精密度实验和加标回收实验。稀释加标样供试液, 以 3 倍信噪比确定检出限, 以 10 倍信噪比确定定量限。

1.4 数据处理

本研究采用沃特世 Empower 数据采集工作站进行数据的采集及定性定量分析, 用 Microsoft Excel 2024 对数据进行统计和分析, 用 Origin 2021 软件绘图。本研究中回收率的测定设置 6 组平行, 其余实验设置 3 组平行。

表 1 流动相梯度洗脱程序

Table 1 Gradient elution program of mobile phase

时间/min	A/%	B/%
0	95	5
4.0	95	5
6.0	80	20
12.0	80	20
12.1	60	40
16.0	60	40
16.1	95	5
20.0	95	5

2 结果与分析

2.1 色谱条件优化

2.1.1 检测波长的选择

为确定目标化合物的检测波长, 确保检测灵敏度, 本研究在已有研究[27]的基础上, 考察了爱德万甜和纽甜在 190~400 nm 的紫外吸收特征, 结果如图 1 所示。由图 1 可知, 爱德万甜和纽甜在 215 nm 处有较强的紫外吸收, 因此选用 215 nm 作为检测波长。

2.1.2 流动相的选择与优化

纽甜、爱德万甜与色谱柱固定相相互作用较大, 出峰时间较晚, 经查阅文献, 磷酸盐缓冲体系可通过离子对作用调控多酚类物质的保留特性[27]。本研究同时考察了 0.1%磷酸与乙腈作为流动相体系对目标化合物的分离效果。结果表明, 在该流动相体系下进行梯度洗脱, 单宁酸、安赛蜜的色谱峰峰形对称而尖锐, 但苯甲酸、糖精钠拖尾严重, 其余目标化合物在 20 min 内未见色谱响应。通过进一步实验改用 25 mmol/L 的磷酸二氢钾代替 0.1%磷酸溶液, 经流动相比例梯度优化, 9 种目标化合物在 20 min 内得到了最佳的分离效果, 如图 2 所示。

2.2 前处理条件优化

2.2.1 固相萃取柱的选择

本研究采用超声提取法, 以水作为提取溶剂, 提取后, 对牛奶和肉制品样品进行离心并取上清液, 用于后续固相萃取净化。

为优化复杂基质样品中目标分析物的净化与回收效果, 本研究系统考察了 C_{18} (60 mg, 3 mL)、C_{18} (500 mg, 6 mL)、PLS (200 mg, 6 mL)及 PWA-2 (500 mg, 6 mL) 4 种固相萃取小柱的性能。结果表明, C_{18} (60 mg, 3 mL)柱对全部 9 种目标物虽具有较好的回收效果, 但在处理牛奶、肉制品及红酒等复杂基质时净化能力不足, 净化后色谱图中仍存在明显的基质干扰峰。

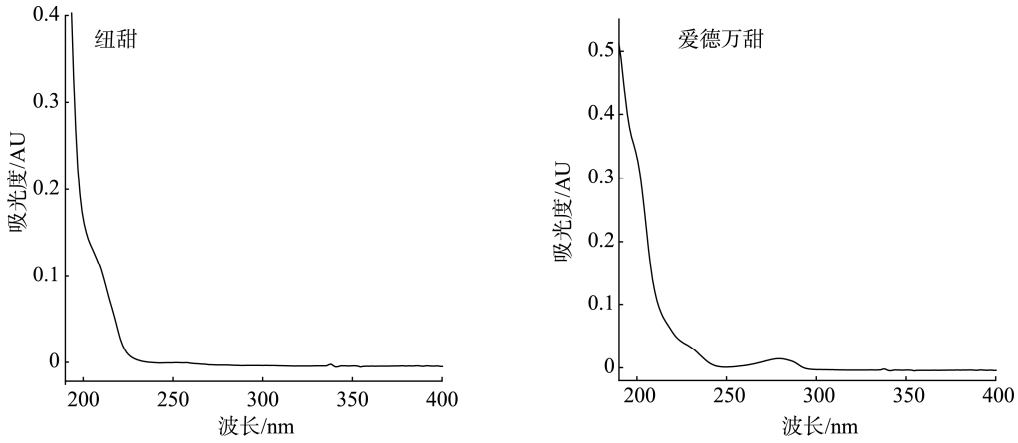
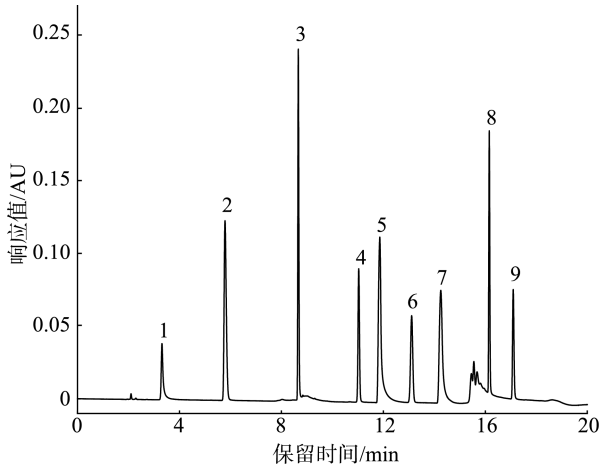


图 1　纽甜和爱德万甜的紫外吸收光谱图

Fig.1　Ultraviolet absorption spectra of neotame and advantame



注: 1. 单宁酸; 2. 安赛蜜; 3. 糖精钠; 4. 阿斯巴甜; 5. 苯甲酸; 6. 阿力甜; 7. 山梨酸; 8. 爱德万甜; 9. 纽甜。

图 2　9 种目标化合物的色谱图

Fig. 2　Chromatograms of 9 kinds of target analytes

进一步比对 C_{18} (500 mg, 6 mL)与 PLS (200 mg, 6 mL)柱净化效果, 在相同净化程序(5 mL 甲醇活化→5 mL 水平衡→5 mL 待净化液上样→5 mL 水淋洗→5 mL 2%甲酸甲醇溶液洗脱, PLS 柱为甲醇洗脱)下, 两种小柱对安赛蜜均无保留, 且单宁酸、糖精钠与山梨酸的回收率仅为 10%~55%, 表明其对目标物的吸附选择性不理想, 无法满足预期要求。

选用 PWA-2 (500 mg, 6 mL)柱, 净化程序为: 5 mL 甲醇活化、5 mL 水平衡后 5 mL 待净化液上样, 经 5 mL 50%甲醇水溶液淋洗, 再以 5 mL 2%氨水甲醇洗脱。结果显示, 该条件下 9 种目标物的回收率均不足 30%, 但对茶饮料、红酒、牛奶、肉制品等不同基质样品均表现出良好的净化效果。为探究回收率偏低的原因, 对过柱后的样品液及淋洗液进行检测, 在淋洗液中检出部分目标物。初步判断: 目标物未被洗脱液完全洗脱是主要因素, 其次为淋洗液提前洗脱出部分目标物, 净化条件需进一步优化。

因此, 本研究选择 PWA-2 (500 mg, 6 mL)固相萃取柱作为净化柱, 并在此基础上对其淋洗与洗脱程序进一步展开系统优化, 以提高目标物的整体回收率。

2.2.2　淋洗与洗脱溶液的优化

为优化 PWA-2 (500 mg, 6 mL)固相萃取小柱对目标分析物的富集与回收效率, 本研究系统比较了不同淋洗溶液的回收效果, 结果如图 3 所示。由图 3 可知, 当采用 20%甲醇水溶液淋洗时, 阿斯巴甜、山梨酸和纽甜均无回收, 单宁酸、安赛蜜、爱德万甜及苯甲酸的回收率均低于 50%。使用 50%甲醇水溶液淋洗时, 所有目标化合物的回收率均低于 30%。以纯甲醇为淋洗液时, 阿斯巴甜、山梨酸和纽甜仍无回收, 其余目标化合物除阿力甜外, 回收率均低于 60%, 其中爱德万甜回收率不足 10%。进一步对淋洗液进行分析发现, 采用上述甲醇体系淋洗时, 目标物在淋洗步骤中被不同程度洗脱, 导致回收率显著降低。

相比之下, 采用 0.1%磷酸水溶液淋洗时, 除单宁酸和阿斯巴甜的回收率低于 80%外, 其余 7 种目标物的回收率维持在 80%~101%之间, 且淋洗液中未检出目标物, 表明单宁酸和阿斯巴甜回收率偏低主要源于后续洗脱步骤中洗脱不充分。基于上述结果, 本研究确定选用 0.1%磷酸水溶液作为固相萃取过程的淋洗液, 并在此基础上进一步对洗脱溶液进行优化。

为考察洗脱溶剂中氨水浓度对目标物回收效率的影响, 本研究对比了甲醇、1%及 2%氨水-甲醇溶液(*V*:*V*)的洗脱效果, 结果如图 4 所示。结果表明, 当采用甲醇作为洗脱液时, 阿斯巴甜、阿力甜和纽甜的回收率均不足 35%, 其余 6 种目标化合物均无回收; 采用 1%氨水甲醇溶液洗脱时, 全部目标物的回收率均在 80%~120%范围; 当氨水浓度由 1%提升至 2%时, 单宁酸、阿斯巴甜和山梨酸的回收率均呈现不同程度的降低, 其中单宁酸回收率下降最显著, 约降低 40%。

综上, 本研究确定以 0.1%磷酸溶液作为淋洗液, 以 1%氨水甲醇溶液作为洗脱液。

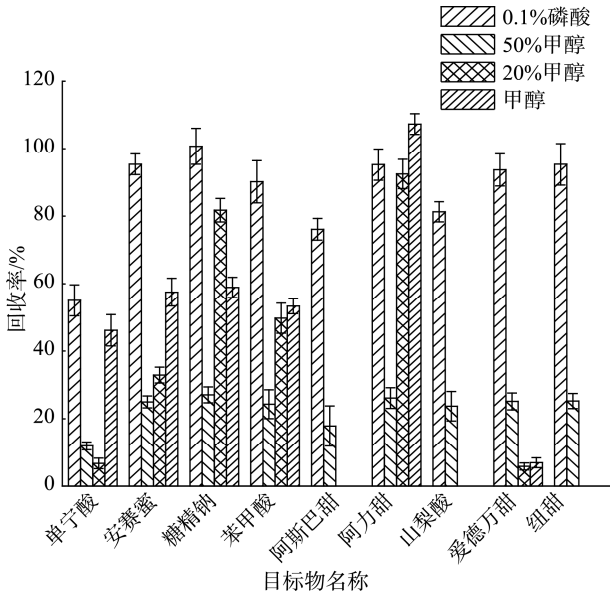


图 3 不同淋洗液对目标物回收效率的影响
(洗脱溶液为 2%氨水甲醇)

Fig.3 Effects of different elution solutions on the recovery efficiency of target analytes (eluent: 2% ammonia-methanol solution)

2.2.3 复溶方法的优化

为选择合适的复溶溶液, 本研究考察了超纯水、25 mmol/L 的磷酸二氢钾溶液及初始流动相[25 mmol/L 的磷酸二氢钾溶液:乙腈=95:5 (*V*:*V*)] 3 种溶液复溶经固相萃取净化洗脱氮吹浓缩近干的样品, 以比对不同复溶溶剂对目标物色谱峰峰形及响应值的影响。结果表明, 3 种复溶溶剂对目标物的色谱峰面积无显著影响。然而, 在峰形方面存在差异: 当采用超纯水或 25 mmol/L 的磷酸二氢钾溶液复溶时, 单宁酸色谱峰明显展宽(理论塔板数小于 5000), 可能是由于与氨水-甲醇洗脱体系残留的碱性环境导致其分子结构发生变化; 而采用初始流动相复溶时, 糖精钠色谱峰前端出现干扰峰。

进一步实验后发现, 若使用超纯水复溶后, 采用 50%磷酸溶液将样品 pH 调节至 3~4, 单宁酸色谱峰峰形得到显著改善, 所有目标物峰形均呈良好对称分布。因此, 本研究最终确定采用“超纯水复溶后, 采用 50%磷酸溶液调 pH 至 3~4”作为样品前处理的复溶方法。

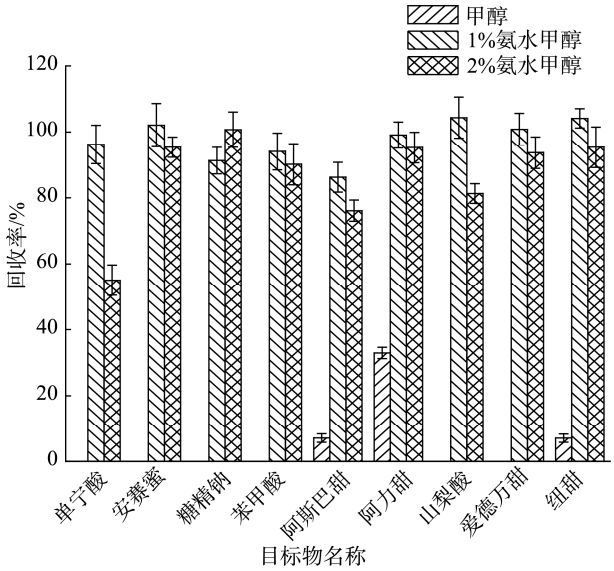


图 4 不同洗脱液对目标物回收效率的影响

Fig.4 Effects of different elution solutions on the recovery efficiency of target analytes

2.3 方法学指标验证

2.3.1 线性范围、检出限和定量限

取 1.3.1 项下的混合标准系列工作溶液, 在 1.3.3 色谱条件下进行检测, 以目标化合物质量浓度为横坐标(*X*, mg/L), 色谱峰面积为纵坐标(*Y*)绘制标准曲线。结果表明, 9 种目标化合物在 2.00~100.00 mg/L 范围内线性关系良好, 线性相关系数(*r*)均不低于 0.999。分别以色谱峰信噪比为 3 和 10 对应的目标化合物含量确定检出限和定量限, 根据前处理方法中的取样量和定容体积, 计算得到各目标化合物的方法检出限和定量限。各组分的线性方程及线性相关系数、检出限与定量限如表 2 所示。由表 2 可看出 9 种目标化合物方法检出限为 0.0025~0.0050 g/kg, 定量限为 0.005~0.010 g/kg, 检出限和定量限均较低, 优于现有的气相色谱法、液相色谱法等标准方法, 符合食品监督检测要求。

表 2 9 种目标组分的曲线方程及线性相关系数、检出限与定量限

Table 2 Curve equations, linear correlation coefficients, limits of detection and limits of quantitation of 9 kinds of target components

名称	线性方程	相关系数(*r*)	检出限/(g/kg)	定量限/(g/kg)
单宁酸	*Y*=2139*X*–3591.3	0.9990	0.0050	0.010
安赛蜜	*Y*=15595*X*–295.89	0.9991	0.0025	0.005
糖精钠	*Y*=28260*X*–8384.1	0.9992	0.0025	0.005
阿斯巴甜	*Y*=8006.8*X*+2564.8	0.9991	0.0050	0.010
苯甲酸	*Y*=21233*X*–6450	0.9991	0.0025	0.005
阿力甜	*Y*=7033*X*+2497.4	0.9991	0.0050	0.010
山梨酸	*Y*=14881*X*+2034.9	0.9991	0.0050	0.010
爱德万甜	*Y*=11985*X*–18528	0.9991	0.0025	0.005
纽甜	*Y*=6572.6*X*–4917.8	0.9991	0.0050	0.010

2.3.2　加标回收率和精密度

为评价加标回收率与重复性情况, 选取茶饮料、肉肠、牛奶、红酒样品进行加标回收与精密度实验, 9 种目标化合物的加标浓度均为 0.04 g/kg(低水平)、0.08 g/kg(中水平)和 0.40 g/kg(高水平), 每个浓度水平平行检测 6 次, 结果如表 3 所示。结果显示, 9 种目标组分的回收率为 80.0%~118.0%, 精密度为 2.8%~8.5%, 表明该方法的准确度和精密度良好, 满足定量检测要求。

2.3.3　日内精密度与日间精密度

取 50 mg/L 质量浓度的标准溶液, 分别于 0、12、24 h 进行测定, 以考察各目标组分的日内精密度; 另分别于 0、48、96 h 进行测定, 以考察其日间精密度。结果显示, 9 种目标组分的日内 RSD 为 0.24%~1.24%, 日间 RSD 为 0.13%~7.91%, 表明所测组分在 96 h 内基本保持稳定。

2.3.4　实际样品的测定

为验证所建立方法的适用性, 将本方法用于实际样品的检测分析。共测定市售茶饮料 17 批次、啤酒 34 批次、红酒 32 批次、肉制品 14 批次、牛奶 20 批次、果汁 11 批次中 9 种目标化合物含量。结果表明, 其中 16 批次茶饮料样品中检出单宁酸, 含量范围为 0.018~0.106 g/kg; 红酒样品中有 30 批次检出单宁酸, 含量范围为 0.006~0.053 g/kg。在啤酒、牛奶、果汁及肉制品样品中, 所有 9 种目标物质均为未检出。

表 3　回收率和相对标准偏差(n=6)

Table 3　Recoveries and relative standard deviations (n=6)

目标化合物	加标水平/(g/kg)	茶饮料		肉肠		牛奶		红酒	
		回收率/%	RSDs/%	回收率/%	RSDs/%	回收率/%	RSDs/%	回收率/%	RSDs/%
单宁酸	0.04	103.6	5.2	118.0	7.8	83.2	8.5	102.2	7.2
	0.08	105.5	3.9	82.5	6.2	85.5	7.7	99.4	6.0
	0.40	98.1	4.6	86.3	6.3	80.9	7.1	92.1	5.9
安赛蜜	0.04	98.2	6.0	115.8	6.4	85.1	5.4	89.1	6.7
	0.08	96.6	3.7	89.3	6.9	93.0	4.0	99.6	4.0
	0.40	92.1	4.5	95.3	5.5	86.1	4.5	90.4	6.1
糖精钠	0.04	112.1	5.2	107.5	8.3	115.6	6.3	90.4	5.8
	0.08	107.6	3.3	97.1	7.4	103.9	5.4	102.2	4.6
	0.40	92.3	2.8	112.2	5.9	92.2	5.5	104.7	4.2
阿斯巴甜	0.04	83.8	5.8	93.2	7.1	89.9	5.7	88.5	3.6
	0.08	85.9	5.1	97.5	7.2	86.7	4.3	95.4	4.5
	0.40	85.5	6.4	90.5	6.8	81.3	4.1	99.7	3.9
苯甲酸	0.04	86.5	4.0	80.2	6.9	81.5	5.0	88.9	5.2
	0.08	88.2	4.6	82.2	6.0	89.2	4.2	94.1	4.4
	0.40	87.0	3.8	86.4	6.4	83.2	4.5	90.2	3.9
阿力甜	0.04	90.7	5.9	106.3	6.6	81.5	5.1	87.3	6.4
	0.08	82.5	4.3	88.1	5.7	93.8	6.3	101.1	5.5
	0.40	86.5	4.7	80.3	4.5	85.8	5.7	98.5	5.1
山梨酸	0.04	91.7	6.8	80.0	4.3	88.0	6.9	90.4	5.8
	0.08	92.5	5.3	87.9	5.0	80.6	5.2	104.6	4.6
	0.40	95.0	6.0	83.5	4.6	85.8	4.3	98.8	4.0
爱德万甜	0.04	112.2	4.9	112.0	5.7	115.0	4.8	109.4	6.0
	0.08	108.6	5.3	112.0	5.0	112.3	5.6	97.7	5.7
	0.40	100.3	5.0	100.9	6.2	110.9	3.8	92.4	4.3
纽甜	0.04	114.4	4.4	104.2	7.5	116.0	5.5	100.1	3.9
	0.08	110.1	4.1	92.8	6.1	112.6	6.7	105.6	5.5
	0.40	101.8	3.7	96.0	5.4	105.5	5.0	99.7	4.8

注: 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)。

3 结 论

本研究通过系统优化样品前处理及色谱分析条件，建立了一种同时测定食品中单宁酸、2 种常用防腐剂及 6 种人工合成甜味剂的超高效液相色谱分析方法。实验表明，采用 PWA-2 固相萃取柱净化、优化淋洗与洗脱方式，结合 EC-C_{18} 色谱柱与磷酸盐-乙腈梯度洗脱体系，可在 215 nm 检测波长下实现对单宁酸、苯甲酸、山梨酸、糖精钠、纽甜、阿斯巴甜等多种食品添加剂的良好分离与准确定量。方法验证结果表明，该方法灵敏度高、重现性好、准确度与稳定性好，适用于饮料、肉制品、牛奶及酒类等复杂食品基质中上述多种添加剂的同时测定，可为食品安全监管及相关检测工作提供可靠的分析技术支撑。

参考文献

[1] 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]. The Food Industry, 2021, 42(9): 329–333.

[2] 黄燕, 李政, 徐文泱, 等. 2021—2022 年长沙市市售饮料中防腐剂和甜味剂的含量监测分析[J]. 现代食品, 2023, 29(21): 148–150.
HUANG Y, LI Z, XU WY, *et al*. Monitoring and analysis of the content of preservatives and sweeteners in commercially available beverages in Changsha from 2021 to 2022 [J]. Modern Food, 2023, 29(21): 148–150.

[3] 焦锡涛, 胡云, 张二豪, 等. 基于《中华人民共和国食品安全法》的食品添加剂现状研究[J]. 食品工业, 2023, 44(11): 334–337.
JIAO XT, HU Y, ZHANG ERH, *et al*. Research on the current situation of food additives based on the *Food safety law of the people*'s *republic of China* [J]. The Food Industry, 2023, 44(11): 334–337.

[4] 惠寒冰, 任莉, 刘文, 等. 食品添加剂使用现状及其安全性评价[J]. 现代食品, 2025(20): 115–117.
HUI HB, REN L, LIU W, *et al*. Current status of food additive use and its safety evaluation [J]. Modern Food, 2025(20): 115–117.

[5] 市场监管总局关于 2022 年第三季度市场监管部门食品安全监督抽检情况的通告. 2022 年 第 23 号[EB/OL]. (2022-11-01) [2026-01-04]. https://www.samr.gov.cn/spcjs/xxfb/art/2022/art_f620fe2c2b5f43128ea98846d75c5bae.html
Notice of the state administration for market regulation on the food safety supervision and inspection results conducted by market supervision departments in the third quarter of 2022. No.23, 2022 [EB/OL]. (2022-11-01) [2026-01-04]. https://www.samr.gov.cn/spcjs/xxfb/art/2022/art_f620fe2c2b5f43128ea98846d75c5bae.html

[6] 2024 年市场监管部门食品安全监督抽检情况通报[EB/OL]. (2025-07-11) [2026-01-04]. https://www.samr.gov.cn/spcjs/xxfb/art/2025/art_56ce6823a2194af4b2e652b425b316d9.html
2024 annual report on food safety supervision and inspection by market supervision departments [EB/OL]. (2025-07-11) [2026-01-04]. https://www.samr.gov.cn/spcjs/xxfb/art/2025/art_56ce6823a2194af4b2e652b425b316d9.html

[7] ZHOU SY, QU Y, YANG B, *et al*. Bio-based tannic acid as a raw material for membrane surface modification [J]. Desalination, 2023, 555: 116535.

[8] CHOI J, LIU G, GOO D, *et al*. Effects of tannic acid supplementation on growth performance, gut health, and meat production and quality of broiler chickens raised in floor pens for 42 days [J]. Frontiers in Physiology, 2022, 13: 1082009.

[9] TABKE MC, SARTURI JO, GALYEAN ML, *et al*. Effects of tannic acid on growth performance, carcass characteristics, digestibility, nitrogen volatilization, and meat lipid oxidation of steers fed steam-flaked corn-based finishing diets [J]. Journal of Animal Science, 2017, 95(11): 5124–5136.

[10] ZHANG X, LI X, ZHANG H, *et al*. Self-supporting noncovalent choline alginate/tannic acid/ag antibacterial films for strawberry preservation [J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2024, 265(P1): 130936.

[11] MOLINA-RAMÍREZ B, CABRAL-HIPÓLITO N, CASTILLO-MALDONADO I, *et al*. Tannic acid, as a structural moiety coupled to a protein antigen, exhibiting a molecular-structure adjuvant activity for antibody specificity enhancement [J]. Protein and Peptide Letters, 2022, 29(11): 925–936.

[12] MAIA GS, MARANGONI-JÚNIOR L, VIEIRA RP. Tannic acid as a multifunctional additive in polysaccharide and protein-based films for enhanced food preservation: A comprehensive review [J]. Advances in Colloid and Interface Science, 2025, 339: 103428.

[13] AEWIRI T, GANESAN P, THONGZAI H. Whey protein tannic acid conjugate stabilized emulsion-type pork sausages: a focus on lipid oxidation and physicochemica features [J]. Foods, 2023, 12(14): 2766.

[14] CASADEY R, CHALLIER C, SENZ A, *et al*. Antioxidant ability of tyrosol and derivative-compounds in the presence of $O_2(^1\Delta_g)$-species. Studies of synergistic antioxidant effect with commercial antioxidants [J]. Food Chemistry, 2019, 285: 275–281.

[15] ZHAO XL, WANG SZ, ZHANG L, *et al*. Mn, N co-doped CDs as a fluorescent nanosensing platform for the detection of tannic acid and hafnium ion and *in vitro* fluorescence imaging of U2OS osteosarcoma cells [J]. Mikrochim Acta, 2024, 192(1): 13.

[16] LIU B, YIN Y, LI Q, *et al*. Dual-signal detection of tannic acid in red wines based on the peroxidase activity of carbon dots [J]. Analytical Methods: Advancing Methods and Applications, 2024, 16: 2948–2958.

[17] ARUL P, NANDHINI C, HUANG ST, *et al*. Development of water-dispersible Dy(III)-basedorganic frame work as afluorescentandelectro chemical probefor quantitative detection of tannicacidinreal alcoholic and fruit beverages [J]. Analytica Chimica Acta, 2023, 1274: 341582.

[18] LI Y, YANG Y, JIANG Y, *et al*. Detection of tannic acid exploiting carbon dots enhanced hydrogen peroxide/potassium ferricyanide chemiluminescence [J]. Microchemical Journal, 2020, 157. DOI: 10.1016/j.microc.2020.105113.

[19] LIU J, CHEN Y, ZHANG X, *et al*. Hop tannins as multifunctional tyrosinase inhibitor: Structure characterization, inhibition activity, and mechanism [J]. Antioxidants, 2022, 11(4): 772.

[20] 茅秋燕. 单宁酸响应型碳点的制备及其在食品检测中的应用[D]. 扬州: 扬州大学, 2025.
MAO QY. Preparation of tannic acid-responsive carbon dots and their

applications in food detection [D]. Yangzhou: Yangzhou University, 2025.

[21] 刘钰洁, 徐林, 龚玲, 等. 安顺市校园周边市售饮料中防腐剂与甜味剂使用现状[J]. 中国学校卫生, 2025, 46(7): 1051–1054, 1059.
LIU YJ, XU L, GONG L, *et al*. Current situation of preservatives and sweeteners usage in beverages sold near schools in Anshun City [J]. Chinese Journal of School Health, 2025, 46(7): 1051–1054, 1059.

[22] 王佩, 周小琦, 孙言凤, 等. 2021—2024 年武汉市市售糖醋渍菜中防腐剂和甜味剂暴露风险评估[J]. 现代预防医学, 2025, 52(20): 3698–3704.
WANG P, ZHOU XL, SUN YF, *et al*. Expoeure risk assessment of presevatives and sweeteners in sweet and sour pickled vegetables for sale, Wuhan City, 2021—2024 [J]. Modern Preventive Medicine, 2025, 52(20): 3698–3704.

[23] 吴鹏, 张成云, 朱旭丽, 等. 人工甜味剂对人体的影响及国内外标准现状探讨[J]. 食品科学, 2024, 45(15): 383–392.
WU P, ZHANG CY, ZHU XL, *et al*. Effect of artificial sweeteners on human body and current domestic and foreign standards on artificial sweeteners: A review [J]. Food Science, 2024, 45(15): 383–392.

[24] 方聪, 刘怡雪, 黎四芳. 新型超高甜度二肽甜味剂爱德万甜的研究进展[J]. 中国食品添加剂, 2021, 32(2): 128–136.
FANG C, LIU YX, LI SF. Research progress in new ultra-high potency dipeptide sweetener advantame [J]. China Food Additives, 2021, 32(2): 128–136.

[25] 林腾奕, 陈思敏, 梁旭霞, 等. 超高效液相色谱法同时测定饮料中 20 种食品添加剂[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(2): 500–506.
LIN TY, CHEN SM, LIANG XX, *et al*. Simultaneous determination of 20 food additives in beverages by ultra performance liquid chromatography [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2020, 11(2): 500–506.

[26] 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.

[27] 陈凯, 周海燕, 魏巍, 等. 基于超高效液相色谱-串联质谱技术检测白酒中 18 种甜味剂[J]. 中国酿造, 2025, 44(12): 277–285.
CHEN K, ZHOU HY, WEI W, *et al*. Determination of 18 sweeteners in Baijiu based on ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry technology [J]. China Brewing, 2025, 44(12): 277–285.

[28] 白向飞, 王思瑶, 曹丹丹, 等. 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[J]. 食品安全质量检测学报, 2024, 15(16): 300–306.
BAI XF, WANG SY, CAO DD, *et al*. Rapid determination of 7 kinds of sweeteners and preservatives content in quick-frozen prepared food by liquid chromatogram-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2024, 15(16): 300–306.

[29] 欧阳丽, 杨韵, 周探春, 等. 超高效液相色谱法同时测定茶饮料中单宁酸、4 种甜味剂和 2 种防腐剂[J]. 现代食品, 2025(15): 188–193.
OUYANG L, YANG Y, ZHOU TC, *et al*. Determination of tannic acid, four sweeteners and two preservatives in tea beverages by ultra high performance liquid chromatography [J]. Modern Food, 2025(15): 188–193.

[30] 洪晓峰. 超高效液相色谱串联质谱法测定自制奶茶中 7 种防腐剂和 7 种甜味剂[J]. 食品安全导刊, 2024(32): 75–79.
HONG XF. Determination of 7 preservatives and 7 sweeteners in homemade milk tea beverages by ultra-high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. China Food Safety Magazine, 2024(32): 75–79.

[31] 芦慧, 胡海山, 张云伟, 等. 超高效液相色谱法同时测定糕点中的安赛蜜、苯甲酸、山梨酸、糖精钠、脱氢乙酸的方法研究[J]. 江西化工, 2024, 40(4): 37–41.
LU H, HU HS, ZHANG YW, *et al*. Research on simultaneous determination of acesulfame, benzoic acid, sorbic acid, saccharin sodium, and dehydroacetic acid in pastries using ultra-high performance liquid chromatography [J]. Jiangxi Chemical Industry, 2024, 40(4): 37–41.

(责任编辑: 蔡世佳　韩晓红)