 DOI: https://doi.org/10.12349/tie.v3i8.11549

Key Considerations for the Application of Liquid Chromatography in the Detection of Food Preservatives

Zhiming Li

Wuhan Huace Testing Technology Co., Ltd., Wuhan, Hubei, 430000, China

Abstract

In recent years, with the rapid development of China's economy, the government has placed increasing emphasis on food safety issues. Against this backdrop, food testing technologies have garnered growing attention. This article focuses on the application of liquid chromatography in the detection of food preservatives, providing an in-depth analysis of three key aspects: sample pretreatment, chromatographic condition optimization, and method validation with quality control. Through meticulous control throughout the entire process, liquid chromatography enables precise qualitative and quantitative determination of chemical preservatives, fully meeting the requirements of China's current national food safety standards and offering robust technical support for the regulatory compliance monitoring of preservatives in food products.

Keywords

liquid chromatography; food testing; preservative detection; key application points

探讨液相色谱法在食品中防腐剂检测中的应用要点

李智明

武汉市华测检测技术有限公司，中国·湖北 武汉 430000

摘　要

近年来，随着我国经济的快速发展，国家对食品安全问题愈来愈重视。在此背景下，食品检测技术愈来愈受关注。文章聚焦液相色谱法在食品防腐剂检测领域的应用，重点围绕样品前处理、色谱条件优化、方法学验证与质量控制三大核心应用要点展开深入分析。通过全流程的细节把控，液相色谱法可实现对化学防腐剂的精准定性定量，十分适配我国现行食品安国家标准的检测要求，能够为食品中防腐剂的合规性监管提供强大的、坚实的技术支撑。

关键词

液相色谱法；食品检测；防腐剂检测；应用要点

1 引言

食品在销售及存储过程中极易受到多种因素的影响，进而出现腐烂变质的问题，为保证其基本的状态，防腐剂成为了常用添加剂[1]。近些年，防腐剂的过量使用问题受到广泛关注，极易影响到食品安全，应高度重视食品防腐剂的检测检验，明确是否符合相应标准。液相色谱法是一种关键的检测技术，在食品检测中占据着重要地位，可详细分析食品防腐剂的应用情况。

2 样品前处理的技术要点

食品基质的复杂性是防腐剂检测过程中面临的首要挑战，也是必要挑战。食品的类型十分多样，不同类型的食品中含有不同的干扰物质，如脂肪、色素、蛋白质等干扰物质[2]。如果不能通过科学的前处理步骤将其去除，那么就会影响诸多方面，例如，可能会污染色谱柱、可能会缩短仪器使用寿命、可能会干扰目标物的分离与检测等，最直接的影响是可能导致最终结果的准确性不高。在检测实践中，针对不同特性的食品样品，通常采用差异化的前处理方案，这是保障检测结果可靠准确的至关重要的步骤，具体为：第一，如果样品为碳酸饮料、瓶装饮用水等液体基质的样品，那么前处理流程就相对简便。虽然处理流程简单，但检测人员仍需注意一些关键的操作细节，例如，碳酸饮料需要先在 40℃水浴中超声一段时间，通常为 15—20 分钟，这样做的目的是为了充分去除样品中的二氧化碳，避免后续定容、进样过程中产生气泡而影响体积精度；第二，如果样品为配制酒类样品，那么就需要通过水浴加热的方式去除乙醇，这样做的目的是为了防止高浓度乙醇进入反相色谱柱后破坏固定相的键合结构[3]。完成初步预处理后，样品需要用水相滤膜进行初步过滤，然后需要根据目标物的实际浓度用流动相或超纯水

【作者简介】李智明（1993–），男，中国湖北武汉人，本科，从事化学分析研究。

进行梯度稀释，最后需要做的工作是过 0.22 μ m 或 0.45 μ m 的水相微孔滤膜，之后就可以将这些样品待上机检测；第三，如果样品为糕点、肉制品、酱腌菜等半固体或固体基质，那么前处理的核心是实现防腐剂的高效提取与杂质净化[4]。在提取环节中，比较常用的是水相提取法，在提取的过程中充分利用苯甲酸、山梨酸等多数常用防腐剂易溶于碱性水溶液的特性，将样品与碱性水溶液按一定比例混合后，然后通过高速匀浆、超声提取 30 分钟，这样做的目的是为了使目标物充分释放到水相中；第四，如果样品为脂肪含量较高的样品，那么就需要加入亚铁氰化钾和乙酸锌作为沉淀剂，去除样品中的蛋白质和脂肪，避免其吸附在色谱柱柱头造成堵塞；第五，如果样品基质极为复杂，比如包含大量天然色素、风味物质的酱油、腐乳、发酵酒类产品时，在这种情况下，普通的沉淀过滤法无法完全去除干扰物质，那么就需要采用固相萃取(SPE)技术进行深度净化。在应用固相萃取技术时，检测人员需要根据目标防腐剂的极性选择合适的萃取小柱。

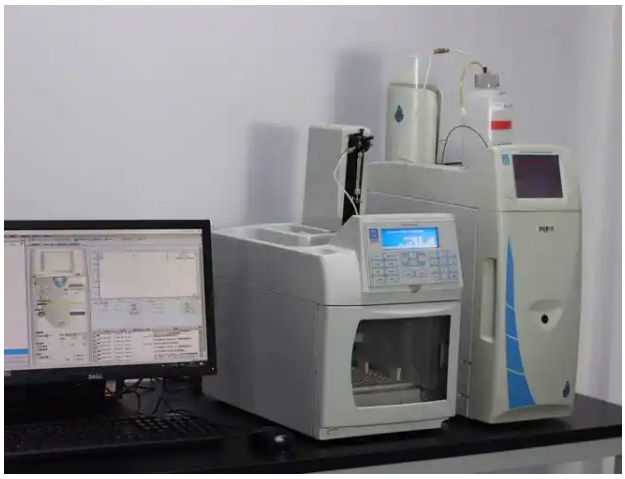


图 1 液相色谱法

3 色谱条件的优化要点

色谱条件的科学优化是实现多种防腐剂高效分离的重要环节，反相高效液相色谱体系中，流动相的组成、pH 值、洗脱梯度、色谱柱参数等多种因素都会直接影响各组分的分离度、峰形和保留时间，任何一个参数设置不当都可能出现峰重叠、拖尾、保留时间漂移等多种问题。因此，流动相体系的选择是色谱条件优化的首要步骤[5]。目前，食品防腐剂检测中比较常用的流动相组合是甲醇 - 乙酸铵缓冲溶液体系，相较于纯甲醇 - 水体系，该体系能够有效地抑制苯甲酸、山梨酸等酸性防腐剂的解离，同时能够有效地改善峰形拖尾问题。在应用的过程中，检测人员需要将缓冲溶液的 pH 值控制作为关键细节，通常情况下，需要将 pH 值调节至 6.0—7.0 区间，这样一方面可以保证酸性防腐剂以分子形态稳定存在，另一方面又能够避免过低 pH 值对普通 C18 色谱柱的固定相造成腐蚀，进而延长色谱柱使用寿命。在检测实践中，部分检测人员也会使用乙腈作为有机相，这是因为乙腈的洗脱强度更强、体系粘度更低，能够降低系统压力，同时对多种对羟基苯甲酸酯类的分离效果优于甲醇，但检测人员需要注意：乙腈的毒性相对较高，所以实验过程中需要做好相应的安全防护。当需要同时检测 3 种及以上多种防腐剂组分时，等度洗脱往往无法实现所有组分的完全分离[6]。因此，必须采用梯度洗脱程序。梯度洗脱的核心思路是在分析过程中逐步提升流动相中有机相的比例，让极性差异较大的多种防腐剂按照极性从强到弱的顺序依次出峰，这样一方面可以保证极性强的苯甲酸、山梨酸等组分获得良好的分离度，另一方面又能够使极性较弱的对羟基苯甲酸辛酯等大分子组分快速出峰，避免分析周期过长。在设置梯度程序时，需要在目标组分出峰集中的时间段放缓有机相比例的上升速度，给相邻组分留出足够的分离空间，在所有目标物出峰完成后，将有机相比例提升至 90% 并保持一定的时间，通常需要保持的实践为 5—10 分钟，这样做的目的是为了彻底冲洗色谱柱中残留的强保留杂质，避免其残留在柱内影响后续样品检测。

4 方法学验证与质量控制要点

完整的方法学验证是确保检测结果科学、准确、可溯源的必要环节。因此，在正式开展大批量样品检测之前，必须按照国家标准要求完成全套验证工作，全面评估方法的各项性能指标。首先需要完成标准曲线的建立，标准工作溶液需要采用与样品前处理最终定容溶剂一致的溶液进行梯度稀释，避免出现溶剂效应导致的峰形异常。标准曲线的浓度点需要覆盖方法的定量限到样品中可能出现的最高限值范围。因此，检测人员需要至少设置 5—7 个不同浓度的梯度点，这样做的目的是为了保证目标样品的检测浓度完全落在曲线的线性区间内。另外，检测人员还需要特别注意：完成进样后，标准曲线的相关系数 R^2 必须大于 0.999，才能满足定量分析的基本要求，若相关系数低于 0.999，需要检查标准溶液是否出现降解、进样针是否存在堵塞、色谱峰积分是否准确，排除所有异常因素后重新建立标准曲线。检出限和定量限的验证是评估方法灵敏度的核心指标，通常采用逐级稀释标准溶液进样分析的方式，将信噪比 S/N=3 对应的浓度确定为方法的检出限，将信噪比 S/N=10 对应的浓度确定为方法的定量限。针对食品中防腐剂的检测，方法的定量限必须远低于 GB 2760-2014《食品添加剂使用标准》中规定的各类防腐剂在对应食品中的最大使用限量，才能保证即使样品中防腐剂含量接近限量值，也能实现准确的定量检测。精密度和准确度验证是衡量方法可靠性的关键步骤。精密度验证需要通过重复性试验完成，取同一份均匀的空白样品，分别添加低、中、高三个不同浓度水平的标准物质，每个浓度水平平行制备 6 份样品，在相同的仪器条件下连续进样分析，最终结果的相对标准偏差（RSD）需要控制在 5% 以内，证明方法的重复性良好。准确度验证则通过加标回收试

验实现，不同基质中目标防腐剂的加标回收率需要稳定在90%—110% 的范围内，对于复杂基质样品，回收率的允许范围可适当放宽至 80%—120%，但超出该范围则说明前处理或色谱条件存在缺陷，需要重新优化方法[7]。在日常批量样品检测过程中，检测人员还需要建立完善的全程质量控制体系。每 20 个样品为一个检测批次，每批次样品中必须同步插入空白试剂样、空白基质加标样、有证标准物质样品三个质控样，具体为：空白试剂样中不得检出任何目标防腐剂，证明实验过程中使用的试剂、器皿不存在污染；空白基质加标样的回收率必须落在合格范围内，证明本批次样品的前处理操作没有出现系统性偏差；有证标准物质的检测结果必须在标准值的不确定度范围内，证明仪器的分析状态稳定可靠。只有所有质控样品全部合格，该批次样品的检测结果才具备有效性。



图 2 液相色谱法

5 结语

综上所述，液相色谱法作为当前食品中防腐剂检测领域发展较为成熟、应用较为广泛的重要技术，其应用过程是一个从样品前处理、色谱条件优化、方法学验证到全程质量控制的系统性工程。所以，检测人员对每一个环节的细节把控都会直接影响最终检测结果的准确性与可靠性。当前，我国食品添加剂监管要求在不断地提升，食品基质的类型在不断地丰富，新型防腐剂的种类在不断地增加。因此，液相色谱技术也在与时俱进，朝着更高灵敏度、更快分析速度、更强抗干扰能力的方向不断发展。作为食品检测行业的从业人员，需要全面地、深入地掌握液相色谱法在防腐剂检测中的各项应用要点，在检测过程中严格遵循标准化的操作流程，这样才能够充分地发挥该技术的天然优势，精准识别出食品中防腐剂的违规添加、超量超范围等使用问题，从而为我国食品安全监管工作提供坚实的、可靠的技术支撑。

参考文献

[1] 轩辉, 程敏, 田军杰. 高效液相色谱法同时测定学生餐中山梨酸、苯甲酸、脱氢乙酸优化研究[J]. 罕少疾病杂志, 2026, 33 (6): 141-143.

[2] 何邵彤, 欧阳丽, 钟菲菲, 尹芳平, 王璐, 黄玉婷. 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.

[3] 欧阳丽, 杨韵, 周探春, 陈叶童. 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.

[4] 陆覃庆. 三种前处理技术在液相色谱法测定饮料中防腐剂的适用性对比研究[J]. 中外食品工业, 2025, (13): 88-90.

[5] 李毅. 高效液相色谱法在食品中多种防腐剂和人工合成色素检测中的应用[J]. 现代食品, 2025, (7): 87-89+98.

[6] 张思然. 高效液相色谱法测定传统奶食品中的苯甲酸、山梨酸和脱氢乙酸的含量[J]. 化学与粘合, 2025, 47 (1): 91-95.

[7] 王晔, 谢剑晨, 黄灵洁, 夏志骋. 三相中空纤维-液相微萃取-高效液相色谱法快速测定烟用香精中9种防腐剂[J]. 色谱, 2024, 42 (8): 749-757.