食品中防腐剂的检测技术探讨

周鹏飞
五家渠质量技术监督综合检测检验所，新疆昌吉　831300

【摘要】食品安全问题是社会重点关注的话题之一，也是和普通百姓生活休戚相关的社会性讨论内容。在现阶段我国食品安全检测逐渐走向规范化、标准化和严格化的背景下，检测技术升级是推动食品检测发展的重要保障。食品防腐剂的问题显然是全社会关注的重点内容之一，合法、适量的防腐剂能够帮助食品维持新鲜，且对人体不会造成任何危害。但过量或者非法的防腐剂则会严重危害人的身体健康，甚至引发一系列严重疾病。本文从食品防腐剂的原理、种类和应用现状出发，介绍现阶段食品防腐剂的检测技术。

【关键词】食品安全；防腐剂检测；检测技术；技术分析
【中图分类号】TS207.3　【文献标识码】A　【DOI】10.12325/j.issn.1672- 5336.2022.04.013

食品安全问题是关注民生能否端稳饭碗、填饱肚子的重大社会保障问题。我国的食品安全保障是极为重要的，庞大的人口基数势必导致极大的食品需求，且在物质生活水平快速发展的过程中，食品种类的大幅增加也极大考验着食品安全检测的工作效率和工作质量。从过去食品安全隐患的经验总结，借助现代科技成果开展高效食品安全检测是大势所趋，相关检测技术精度的提升研究也取得了空前成果。以目前我国食品安全检测标准而言，现有技术完全可以满足一般性食品安全检测工作需要。

1　食品防腐剂的原理、种类与应用现状

从食品防腐剂的工作原理角度分析，现有食品防腐剂的保鲜功能实现主要有 3 种路径：一是借助干扰微生物的酶系生存状态实现保险目的。包括破坏微生物的正常新陈代谢功能或者其他途径压制酶的活动作用；二是通过破坏微生物的蛋白质性质，使得微生物的蛋白质结构发生凝固或者变性，使得微生物无法正常生存与繁殖，进而实现保鲜目的；三是以改变细胞浆膜的方式改变细胞膜的渗透功能，使得食物内部的酶系被抑制，同时减少食物本身的代谢反应，最终迫使酶系失活，以此实现防腐保鲜目的。

从食品防腐剂的获取途径角度分析，主要分为化学防腐剂和生物防腐剂（也称天然防腐剂）。化学防腐剂的制备主要是借助化学反应进行人工合成，常见化学防腐剂包括山梨酸、硝酸盐、亚硝酸盐以及苯甲酸等；生物防腐剂则主要从微生物或者动植物中进行分离和提取，国内食品安全认证中（以 GB 2760 为准）主要包含乳酸链球菌素和纳他霉素等。

2　食品防腐剂检测的样品前处理

从技术检测工作内容的角度分析，分析食品中的所有成分是一项极为复杂的工作，尤其是各种原材料和添加剂的混合使得各种成分的检测与分析变得更加困难。因此，在进行食品防腐剂检测工作前，必须对检测样品进行预处理，包括分离和提纯等步骤。

2.1　超声波提取

超声波提取处理食物样本的过程中，主要是借助超声波的机械效应、热效应和空化效应，促使样本中的分子运动被加速，在提高食物样本内介质穿透力的同时完成对生物成分的有效提取。

由于超声波的特殊物理性能，能够大幅度提高内部有效成分的提取率，且相比而言提取工作的时间需求更低，更有助于多样本的大批量检测工作。除此之外，超声波的应用也能够极大避免样本成分提取时的高温操作问题，不会破坏内部成分。实践表明，使用超声波进行蜜饯中防腐剂的提取时，回收率可以保持在 92% 以上，对蜜饯中的防腐剂苯甲酸和山梨酸的提取效率极高。

2.2　溶剂萃取

溶剂萃取的方式是化学萃取提纯反应中的一种常见方式，主要原理是由于不同物质在不同溶剂中的溶解度不同，使用溶解度差异较大的两种溶剂对目标成分进行定向萃取提纯，能够高效得到想要的成分组成分析结果。

通常情况下，食品防腐剂检测中应用溶剂萃取技术

作者简介：周鹏飞（1986.06—）男，汉族，陕西乾县人，本科，五家渠质量技术监督综合检测检验所副所长、助理工程师，研究方向：质量技术监督。

时，其目的在于提升萃取操作的效率。因此，在实际操作中常使用高分配系数的萃取剂，或者也可以通过增加萃取剂剂量、增加萃取次数等操作完成既定目标。

2.3 固相萃取

固相萃取是指借助固体吸附剂的物理性能，完成对检测食物样本中既定成分的吸附目标，从而对防腐剂的成分和剂量进行检测。从工作原理的角度分析，固相萃取是使食物样本中的防腐剂和基体干扰物之间进行分离，再借助洗脱液的淋洗操作完成防腐剂成分分离、提纯和富集的任务。

相比于液相萃取的技术路线，固相萃取对样本的预处理要求较低，使得针对样本的定量偏差被控制在合理范围内，且减少了含有毒性的有机溶剂带来的安全威胁和环境污染问题。实践结果证明，固相萃取在处理防腐剂提纯工作室，回收率在 92.8% ～ 102.5% 之间，能够针对黄油、奶酪等制品中的苯甲酸和山梨酸进行高精度提取。

2.4 气体萃取

食品安全检测中，部分物质会在适当的温度条件下被挥发出来，借助这一性质可以实现对某些特定物质的高效检测。一般来说，食物样品中的挥发性物质会和凝聚相处于一种平衡分配的状态，并且只受温度的影响进行分离。

在气体萃取中，顶空法和气相色谱联用是最为常见的检测方式，且该检测技术的可靠性相对较高，回收率可以控制在 96% ～ 108% 之间。实践证明，该检测技术对肉类食品中亚硝酸盐使用情况的检测极为高效。

2.5 超临界流体萃取

超临界流体萃取主要是将超临界流体作为萃取剂，将食物样品中的各种复杂成分进行组分分离。由于超临界流体自身的物理性质，能够实现多组分的同时分离与萃取功能。在技术方式上，主要有动态萃取、静态萃取和循环萃取三种路径可以选择。值得注意的是，超临界流体萃取的应用范围存在一定限制，主要针对非极性和低极性的化合物进行分离提取。

3 食品中防腐剂的检测技术

目前，国内食品安全检测中针对防腐剂的分析主要有 6 种技术手段：薄层色谱法、分光光度法、毛细管电泳法、高效液相色谱法、气相色谱法和液相色谱－质谱连用法。随着前沿科技的探索程度加深，更多新科技手段也将被挖掘出来并应用于实践中。

3.1 薄层色谱法（TLC）

薄层色谱法是一种具有快速物质定性和半定量分析的食品检测技术手段。其突出的优势在于设备的组成相对简单、综合检测成本较低和检测效率高等。目前而言，是食品和保健品中防腐剂检测的重要手段。

其工作原理是借助特定的吸附薄层进行样品成分吸收，再进行色谱分离检测。由于食物各成分在薄膜上的吸附能力不同，使得在萃取过程中溶剂和吸附剂可以针对不同的成分进行定向提取，最终实现对食物样品中各组成成分的全吸收与检测。

国内学者黄惠华以肉桂醛和磷酸混合液为荧光衍生剂，配合一定成分的展开剂，在薄层色谱板上尝试建立起了色谱半定量检测方法，最终准确测定出发酵食品以及酒精制品中的氨基甲酸甲酯的组成比例。

3.2 分光光度法

分光光度法的工作原理在于，通过测定食物样品中不同的成分的波长反馈数据和发光强度表征数据，实现对食物中所含成分的定性与定量测定。以目前实验结果分析，使用分光光度法进行食品防腐剂检测时主要有 3 种路径：紫外分光光度法、红外分光光度法和荧光分光光度法。

由于分光光度法的灵敏度极高且操作相对便捷，是实验室研究的重要检测技术手段。在国内食品防腐剂检测中，最常使用紫外分光光度法进行食品成分的定性和定量检测。

肖清燕的研究团队研究了关于以盐酸萘乙二胺为基础，借助紫外分光光度法测定食品中的硝酸盐和亚硝酸盐的定量分析研究。经过大量实验验证后，最终得出该检测方法对硝酸盐和亚硝酸盐检测的相关系数能够维持在 0.999 以上。其中亚硝酸盐的回收率可以控制在 98.8%，RSD 为 0.4%；硝酸亚的回收率可以控制在 99.4%，RSD 为 0.5%。

3.3 毛细管电泳法（CE）

毛细管电泳法是一种借助高压直流电的能量供给，以毛细管为分离提纯载体，使得食物样品中的各组分之间在能量驱动下不断流动和自我差异分配的分析技术。由此可见，毛细管电泳法是一种物理分离技术，其检测对象通常是液体食物的防腐剂定量分析。

代语林等人，在毛细管电泳法的基础上进行技术升级，将软件分析加入到食品成分检测中。该实验项目的检测对象是国内市场上流通的 6 种饮料，包括鸡尾酒和苹果醋等，实验目的是准确测定这些饮料制品中的苯丙氨酸、苯甲酸、山梨酸、肉桂酸和抗坏血酸等添加剂成分的实际使用剂量。实验结果证明，在 12kV、PH 为 9.0 的环境中，对测定成分的回收率可以控制在 97.3% ～ 103.0% 之间。

3.4 高效液相色谱法（HPLC）

高效液相色谱法的技术优势极为明显，如灵敏度高、检测效率高以及分析速度快等。除此之外，高效液相色谱法还能够与光谱法相结合，实现针对食品内所含物质元素进行定性色谱峰属性分析作用，该检测方案是现阶段国内食品和保健品防腐剂检测的主要手段。

高效液相色谱法的工作原理，是利用了被检测物质在流动相和固定相之间的分配系数不同，使得分离组分中能够捕获和检测的数据信号存在差异。该技术手段的优势在于重复使用过程中的分析稳定性好、信号响应灵敏度高和检测成分的回收效率高等。

宋利军的研究团队尝试研究关于使用二极管阵列完成对熟肉制品中苯甲酸和山梨酸含量的高效液相色谱测定。通过乙腈和磷酸二氢钾溶液的混合制备流动相，最终测定最低检出为 1.2 ～ 1.8mg/kg，最低定量为 3.6 ～ 5.4mg/kg，检测物质的回收率为 94.8% ～ 96.9% 之间。

3.5 气相色谱法（GC）

气相色谱法的优势在于分析效率高、分离过程简便、定量定性分析结果精准、仪器灵敏度高和应用范围广等，是国内食品安全检测中最为常见的检测手段之一。其工作原理在于，因为检测物质在气相和固相中的分配系数存在差异，在适当加热后，部分组成成分的挥发会被仪器捕获和测定，分析结果将被转换为数字信号以供定性和定量分析。

一般来说，气相色谱法在食品防腐剂检测中，初始温度一般设定在 50℃左右，根据待检测物质的物理性质和仪器的承载能力进行加热。这意味着气相色谱法在液体食物的防腐剂检测中更为实用。

3.6 液相色谱－质谱联用法（HPLC － MS）

高效液相色谱－串联质谱联用仪主要由三部分组成：LC、接口和 MS。从各部分工作职能分析，LC 是控制检测物进行液相分离和相关分析的工作部分，可以在一般环境中进行工作，但 MS 却必须保持在高度真空条件下才能正常运行。因此，接口部分的技术要求和制造工艺就成为高效液相色谱－串联质谱联用仪制作阶段需要重点攻关的部分。

在经过一系列实践总结和技术升级后，接口技术已经能够借助大气压电离化技术实现 LC 和 MS 的高效联动功能。换句话说，现阶段该仪器已经可以在常规条件下承担食品安全检测分析的工作任务。以目前相关技术的发展情况分析，含电喷雾离子化、大气压化学离子化以及大气压光离子化等核心技术都已经取得了重大突破，这意味着在 高效液相色谱－串联质谱联用仪制作过程中有更多的技术路线选择。不同技术和工艺也极大扩充了设备的应用途径，实现食品安全检测范围的全面覆盖。

4 结束语

综上所述，食品防腐剂检测技术是维系食品安全的重要保障，也是构建规范化、高效率和高标准食品安全检测体系的关键技术支撑。凭借着检测速度快、检测结果准确和定性、定量分析稳定等优势，食品成分检测技术在未来很长一段时间都将是食品安全检测相关单位的重要技术依靠。尽管现阶段的食品检测技术已经能够覆盖大部分食品安全检测工作，但国民经济的增长、物质需求的增加将带来更多的食品安全检测工作，还需要相关技术研发人员能够立足社会发展的实际需求进行技术整合、技术升级和技术创新等工作，以此作为进一步扩充食品安全检测保障体系的有效依靠。

参考文献：

[1] 覃艳淑，周芳华，杨健，等．广西部分食品中防腐剂检测结果分析 [J]. 食品安全质量检测学报 ,2020,11(17):6028-6033.

[2] 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.

[3] 刘星，谢鹏，廖夏云，等．不同方法检测食品中对羟基苯甲酸酯类防腐剂 [J]. 食品安全质量检测学报 ,2020,11(17):6034-6039.

[4] 赵娅鸿．气相色谱法测定食品中的防腐剂 1,2- 丙二醇 [J]. 食品工程 ,2021(1):51-53.

[5] 胡思嘉，李新福，熊强．ε－聚赖氨酸作为天然防腐剂在食品中的应用研究进展 [J]. 食品工业科技 ,2022,43(6):452-459.

[6] 消基会检验部．葱油饼，葱抓饼及蛋饼检测报告 1 件样品防腐剂不合规定 [J]. 消费者报道杂志 ,2020(466):18-21.

[7] 成祝，刘洁，冉琴，等．发酵食品中多种防腐剂检测方法的建立 [J]. 中国酿造 ,2020,39(4):190-193.

[8] 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.

[9] 杨明，邵鹏，陈啟荣，等．固相萃取－气相色谱 / 质谱联用－内标法测定食品中 9 种防腐剂 [J]. 分析试验室 ,2020,39(7):834-838.

[10] 佟芳荻，公绪芳，伍金华，等．超高效液相色谱法同时测定食品中 4 种防腐剂和 5 种甜味剂 [J]. 食品安全质量检测学报 ,2020,11(7):2273-2280.