

2017~2018 年常熟市饮料中 6 种食品添加剂 监测分析

尹 华*, 陆卫明

(常熟市疾病预防控制中心, 常熟 215500)

摘 要: 目的 了解常熟市市场上饮料中苯甲酸、山梨酸、糖精钠、安赛蜜、甜蜜素和咖啡因 6 种食品添加剂的含量情况。**方法** 2017~2018 年采集常熟市各大超市、农贸市场、街头饮料铺采集各类饮料, 采用高效液相色谱-串联质谱法进行检测。**结果** 苯甲酸在碳酸、果蔬类、茶类、咖啡类、蛋白饮料中的检出率分别为 33.3%、10%、10%、6.7%、20%, 其中, 碳酸饮料超标率为 3.3%, 蛋白饮料超标率为 6.7%; 山梨酸在碳酸、果蔬类、茶类、咖啡类、蛋白饮料中的检出率分别为 70%、18%、16.7%、10%、33.3%, 其中, 碳酸饮料超标率为 10%, 蛋白饮料超标率为 3.3%; 糖精钠在碳酸、果蔬类、茶类、咖啡类、蛋白类饮料中均未检出; 安赛蜜在碳酸、果蔬类、茶类、咖啡类、蛋白饮料中的检出率分别为 91.7%、10%、0%、20%、40%, 其中, 碳酸饮料超标率为 20%; 甜蜜素在碳酸、果蔬类、茶类、咖啡类、蛋白饮料中的检出率分别为 10%、0%、10%、16.7%、6.7%; 咖啡因在碳酸、果蔬类、茶类、咖啡类、蛋白饮料中的检出率分别为 58.3%、0%、40%、100%、0%, 其中, 碳酸饮料超标率为 25%。**结论** 常熟市市场上销售的饮料还存在一定的安全风险, 需要监管部门加大监管力度, 保证食品安全, 保障老百姓身体健康。

关键词: 饮料; 食品添加剂; 监测分析; 食品安全

Monitoring and analysis of six food additives in drinks in Changshu from 2017 to 2018

YIN Hua*, LU Wei-Ming

(Changshu Center for Disease Control and Prevention, Changshu 215500, China)

ABSTRACT: Objective To investigate the contents of six food additives, benzoic acid, sorbic acid, saccharin sodium, acesulfame potassium, sodium cyclamate and caffeine in drinks in Changshu market. **Methods** From 2017 to 2018, all kinds of beverages were collected from supermarkets, farmers' markets and street beverage shops in Changshu, and detected by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry. **Results** The detection rates of benzoic acid in carbonated, fruits and vegetables, tea, coffee and protein beverages were 33.3%, 10%, 10%, 6.7% and 20%, respectively. Among them, the exceeding rates of carbonated beverages and protein beverages were 3.3% and 6.7%, respectively. The detection rates of sorbic acid in carbonated, fruits and vegetables, tea, coffee and protein beverages were 70%, 18%, 16.7%, 10% and 33.3%, respectively. The detection rates of sodium saccharin in carbonated, fruit and vegetable, tea, coffee and protein drinks were 91.7%, 10%, 0%, 20% and 40% respectively, and the exceeding rates of carbonated beverages were 20%. The detection rates of sodium

*通讯作者: 尹华, 副主任技师, 主要研究方向为食品安全检验。E-mail: yinhua970@163.com

*Corresponding author: YIN Hua, Associate Chief Technician, Center for Disease Control and Prevention of Changshu, No.6, Fuyang Road, Changshu 215500, China. E-mail: yinhua970@163.com

cyclamate in carbonated, fruit and vegetable, tea, coffee and egg drinks were 91.7%, 10%, 0%, 20% and 40%, respectively. The detection rates of caffeine in white drinks were 10%, 0%, 10%, 16.7% and 6.7% respectively. The detection rates of caffeine in carbonated drinks, fruits and vegetables, tea, coffee and protein drinks were 58.3%, 0%, 40%, 100% and 0%, respectively. Among them, the exceeding standard rate of carbonated drinks was 25%.

Conclusion There are still some safety risks in drinks sold in Changshu market. It is necessary for regulatory authorities to strengthen supervision to ensure food safety and health of the people.

KEY WORDS: beverage; food additives; monitoring and analysis; food safety

1 引言

食品添加剂是指为改善食品品质和色、香、味, 以及为防腐和加工工艺的需要而加入食品中的化学合成或天然物质。在食品添加剂的使用中, 除保证其发挥应有的功能和作用外, 最重要的是应保证食品的安全卫生^[1]。但是在经济利益的驱使下, 一些不法商贩非法添加和滥用食品添加剂, 给老百姓的身体健康带来了危害^[2-7]。马淑青等^[8]2013 年对潍坊市饮料、雪糕和果冻中食品添加剂含量进行调查分析, 60 份样品防腐剂和甜味剂的检出率分别为 78.3% 和 81.7%, 超标率分别为 5.0% 和 26.7%; 孙晓峰等^[9]2016 年对义乌市学校周边现做饮料中甜味剂和防腐剂监测结果分析, 现做饮料防腐剂检出率 41.25%, 甜味剂检出率 43.13%; 郭蓉等对陕西省 8 类市售食品中防腐剂和甜味剂含量调查分析, 334 份样品检测防腐剂, 总合格率为 99.4%, 肉与肉制品的山梨酸最大检出值是国标限量的 5.7 倍, 429 份样品检测甜味剂, 总合格率为 95.8%, 餐饮食品的甜蜜素最大检出值是国标限量的 4.6 倍^[10]。调查表明, 防腐剂和甜味剂的检出率较高, 复合添加现象普遍, 必须加强监督管理。

自 2011 年开始, 卫生部陆续公布了《食品中可能违法添加的非食用物质和易滥用的食品添加剂名单》, 对食品添加剂进行全面监督监测, 有效扼制了食品添加剂的违法添加和滥用。常熟市也积极开展食品安全风险监测。2017~2018 年对常熟市市场上饮料中苯甲酸、山梨酸、糖精钠、安赛蜜、甜蜜素和咖啡因 6 种食品添加剂进行监测和风险评估, 以期对食品添加剂的安全使用提供参考。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

1200 分析型高效液相色谱仪、6420 Triple Quad LC/MS, 配有 ESI 源和 MassHunter B 05.00 质谱数据系统(美国 Agilent 公司); GilsonGX-271ASPEC, 配有 406 single syringe pump (美国吉尔森公司); 萃取小柱为 ProElutC18 500 mg/6 mL 30/PK(迪马科技公司); TurboVapII 浓缩仪(美国 Zymark 公司); TDZ4B-WS 离心机(上海卢湘仪离心机仪器有限公司)。

甲醇(色谱纯)、乙酸铵溶液(98.0%)(国药集团化学试剂有限公司); 咖啡因标准品(纯度为 98.5%, 德国 Dr.Ehrenstorfer GmbH); 苯甲酸(1.00 mg/mL)、山梨酸(1.00 mg/mL)、安赛蜜(99.6%)、糖精钠(1.00 mg/mL)、甜蜜素(99.3%)标准品(中国计量科学研究院)。

2.2 样品采集

2017~2018 年, 常熟市各大超市、农贸市场、街头饮料铺在售饮料。采集碳酸饮料 60 份、果蔬类饮料 50 份、茶类饮料 30 份、咖啡类饮料 30 份、蛋白饮料 30 份。样品按照采样规范进行采样, 经样品收发室登记后送实验室及时检测。

2.3 检测方法

采用高效液相色谱-串联质谱法进行检测。电喷射离子化(electron spray ionization, ESI)正负离子源, 多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM)检测模式, 外标法定量^[11]。

液相色谱条件: 色谱柱为 Agilent SB-C₁₈(2.1 mm×50 mm, 1.8 μm), 流动相 A 为甲醇溶液, 流动相 B 为 0.02 mmol/L 乙酸铵溶液, 梯度洗脱程序如下: 0~2min, 2%A; 2~2.5 min, 2%A~20%A; 2.5~7 min, 20%A; 7~7.5 min, 20%A~2%A; 7.5~11 min, 2%A; 流速 0.4 mL/min, 柱温 40 进样体积 5 μL。

质谱条件: 采用离子源为 ESI, 正负离子; 离子喷雾电压 4000 V; 雾化气氮气 40 psi; 干燥气氮气, 流速 10 L/min, 温度 350 °C; 碰撞气氮气。

2.4 评价标准

GB 2760-2014《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》^[1]。

3 结果与分析

3.1 防腐剂苯甲酸的监测情况

200 份样品中, 苯甲酸共检出 36 份, 检出率为 18%, 其中 4 份超标, 超标率为 2%。由表 1 可见, 苯甲酸在碳酸饮料中的检出率最高, 咖啡饮料中的检出率最低。苯甲酸在碳酸饮料的最大使用量为 0.2 g/kg, 在果蔬类、茶类、咖啡类、蛋白饮料的最大使用量为 1.0 g/kg^[1]。按照这个评价标准, 蛋白饮料中苯甲酸超标率最高。果蔬类、茶类和咖啡类饮料中苯甲酸均未超标。

表1 2017~2018年常熟市饮料中苯甲酸含量监测情况
Table 1 Monitoring of benzoic acid content in drinks in Changshu city from 2017 to 2018

饮料类别	样品数/份	浓度范围/(g/kg)	检出率/%	超标率/%
碳酸饮料	60	0.007~0.312	33.3	3.3
果蔬类饮料	50	0.005~0.121	10	0
茶类饮料	30	0.001~0.086	10	0
咖啡类饮料	30	0.003~0.053	6.7	0
蛋白饮料	30	0.046~1.234	20	6.7

3.2 防腐剂山梨酸的监测情况

山梨酸共检出69份,检出率为34.5%,其中7份超标,超标率为3.5%。由表2可见,山梨酸在碳酸饮料中的检出率最高,咖啡类饮料中的检出率最低。山梨酸在碳酸、果蔬类、茶类、咖啡类、蛋白饮料的最大使用量为0.5 g/kg^[1]。按照这个评价标准,碳酸饮料中山梨酸超标率最高。果蔬类、茶类和咖啡类饮料中山梨酸均未超标。苯甲酸和山梨酸作为常用防腐剂,允许在饮料中添加,起到一定的防腐作用,但是有些生产厂家不规范,没有严格按照食品安全国家标准来合理添加,出现了超量使用的情况。甚至有些小作坊,没有严格的操作规程,随意添加。碳酸饮料属于大众化饮料,市场需求量非常大,保质期也比较长,所以容易出现防腐剂超标的情况。

表2 2017~2018年常熟市饮料中山梨酸含量监测情况
Table 2 Monitoring of sorbic acid content in drinks in Changshu city from 2017 to 2018

饮料类别	样品数/份	浓度范围/g/kg	检出率/%	超标率/%
碳酸饮料	60	0.012~0.652	70	10
果蔬类饮料	50	0.011~0.411	18	0
茶类饮料	30	0.006~0.253	16.7	0
咖啡类饮料	30	0.002~0.125	10	0
蛋白饮料	30	0.012~0.723	33.3	3.3

3.3 甜味剂糖精钠的监测情况

由表3可见,糖精钠在碳酸、果蔬类、茶类、咖啡类、蛋白饮料中均未检出。

3.4 甜味剂安赛蜜的监测情况

安赛蜜共检出78份,检出率为39%,其中12份超标,超标率为6%。由表4可见,安赛蜜在碳酸饮料中的检出率最高,茶类饮料未检出。安赛蜜在碳酸、果蔬类、茶类、咖啡类、蛋白饮料的最大使用量为0.3 g/kg^[1]。按照这个评价标准,碳酸类饮料中安赛蜜超标率最高。果蔬类、茶类、咖啡类、蛋白饮料中安赛蜜均未超标。

3.5 甜味剂甜蜜素的监测情况

甜蜜素共检出15份,检出率为7.5%。由表5可见,甜蜜素在咖啡类饮料中的检出率最高,果蔬类饮料未检出。甜蜜素在碳酸、果蔬类、茶类、咖啡类、蛋白饮料的最大使用量为0.65 g/kg^[1]。按照这个评价标准,碳酸、果蔬类、茶类、咖啡类、蛋白饮料中甜蜜素均未超标。糖精钠、安赛蜜和甜蜜素属于常用甜味剂,允许在饮料中添加。糖精钠因为口感不好,现在已基本不用,所以均未检出。安赛蜜和甜蜜素已成为常规使用的甜味剂。为了改善口感,节约成本,有些生产厂家滥用甜味剂,出现了安赛蜜在碳酸饮料中超标的情况。

表3 2017~2018年常熟市饮料中糖精钠含量监测情况
Table 3 Monitoring of saccharin sodium content in drinks in Changshu city from 2017 to 2018

饮料类别	样品数/份	浓度范围/g/kg	超标数/份	超标率/%
碳酸饮料	60	-	-	-
果蔬类饮料	50	-	-	-
茶类饮料	30	-	-	-
咖啡类饮料	30	-	-	-
蛋白饮料	30	-	-	-

表4 2017~2018年常熟市饮料中安赛蜜含量监测情况
Table 4 Monitoring of acesulfame potassium content in drinks in Changshu city from 2017 to 2018

饮料类别	样品数/份	浓度范围/g/kg	检出率/%	超标率/%
碳酸饮料	60	0.014~0.512	91.7	20
果蔬类饮料	50	0.011~0.126	10	0
茶类饮料	30	-	-	-
咖啡类饮料	30	0.014~0.217	20	0
蛋白饮料	30	0.012~0.358	40	0

表5 2017~2018年常熟市饮料中甜蜜素含量监测情况
Table 5 Monitoring of sodium cyclamate content in drinks in Changshu city from 2017 to 2018

饮料类别	样品数/份	浓度范围/g/kg	检出率/%	超标率/%
碳酸饮料	60	0.013~0.245	10	0
果蔬类饮料	50	-	-	-
茶类饮料	30	0.011~0.247	10	0
咖啡类饮料	30	0.008~0.146	16.7	0
蛋白饮料	30	0.007~0.089	6.7	0

3.6 兴奋剂咖啡因的监测情况

咖啡因共检出77份,检出率为38.5%,其中15份超标,超标率为7.5%。由表6可见,咖啡因在咖啡类饮料中

的检出率为 100%, 果蔬类和蛋白饮料未检出。咖啡因在碳酸饮料中最大使用量为 0.15 g/kg^[1]。按照这个评价标准, 碳酸饮料中咖啡因超标 25%。为了使人更精神、更兴奋, 碳酸饮料在配方中会加入一定的咖啡因。但是有些生产厂家制定的配方没有严格按照食品添加剂使用标准, 出现超量使用的情况, 导致碳酸饮料中咖啡因超标。咖啡类饮料使用的原料是咖啡豆或者咖啡粉, 咖啡豆和咖啡粉本身含有咖啡因, 所以咖啡饮料中咖啡因全部检出, 而且浓度比较高。

表 6 2017~2018 年常熟市饮料中咖啡因含量监测情况
Table 6 Monitoring of caffeine content in drinks in Changshu city from 2017 to 2018

饮料类别	样品数/份	浓度范围/g/kg	检出率/%	超标率/%
碳酸饮料	60	0.085~0.276	58.3	25
果蔬类饮料	50	-	-	-
茶类饮料	30	0.045~0.124	40	0
咖啡类饮料	30	0.153~0.862	100	0
蛋白饮料	30	-	-	-

4 讨 论

本文研究结果表明, 常熟市市场上销售的饮料还存在一定的安全风险。碳酸饮料中苯甲酸、山梨酸、安赛蜜和咖啡因均有超标, 尤其是碳酸饮料, 咖啡因超标比较严重。如果经常饮用碳酸饮料, 尤其是儿童, 会给身体带来一定的危害, 果蔬类、茶类、蛋白饮料相对安全。咖啡类饮料属于功能型饮料, 咖啡因含量相当高, 适合成人饮用, 儿童请不要饮用。

在对检测数据进行分析时, 发现在一份样品中, 同时检测出苯甲酸和山梨酸。苯甲酸和山梨酸均属于防腐剂, 具有相同的功能。按照食品添加剂的使用规定^[1], 同一功能的食品防腐剂在混合使用时, 各自用量占其最大使用量的比例之和不应超过 1。虽然按照苯甲酸和山梨酸各自最大使用量均未超标, 但是我们按照各自用量占其最大使用量的比例之和来进行计算分析, 有 3 份样品超标。

GB 2760-2014 食品添加剂使用标准中规定同一功能的食品添加剂在混合使用时, 各自用量占其最大使用量的比例之和不应超过 1, 只对相同色泽着色剂、防腐剂、抗氧化剂作了规定。但在实际检测过程中发现安赛蜜、甜蜜素在同一份样品中同时检出。安赛蜜和甜蜜素都属于甜味剂, 具有同一功能, 按照食品添加剂的使用原则, 在达到预期目的前提下, 尽可能降低在食品中使用量^[12]。本人认为也应该按照各自用量占其最大使用量的比例之和不应该超过 1 来评价分析。

GB 2760-2014 规定了食品添加剂的使用要求, 主要规定允许使用的品种、使用范围及使用量, 仅极少数品种

规定了残留量, 大部分是没有考虑到添加剂在食品中的残留问题。但是在实际工作中发现, 很多食品添加剂在加工、储存过程中发生了变化, 会出现原型检测很低甚至检测不出, 但是残留量却很高, 而且有些食品添加剂的残留物是有害的, 所以我们在严控食品添加剂加入量的同时, 还要控制残留量, 保证食品添加剂安全使用^[13-15]。尽早建立食品添加剂残留量的检测方法和使用标准显得非常重要。

5 结 论

经过 2017~2018 年对常熟市市场上饮料中苯甲酸、山梨酸、糖精钠、安赛蜜、甜蜜素和咖啡因 6 种食品添加剂的监测结果发现, 200 份抽查样品中苯甲酸共检出 36 份, 检出率为 18%, 其中 4 份超标, 超标率为 2%; 山梨酸共检出 69 份, 检出率为 34.5%, 其中 7 份超标, 超标率为 3.5%; 安赛蜜共检出 78 份, 检出率为 39%, 其中 12 份超标, 超标率为 6%; 甜蜜素共检出 15 份, 检出率为 7.5%; 咖啡因共检出 77 份, 检出率为 38.5%, 其中 15 份超标, 超标率为 7.5%。数据表明市场上销售的饮料中添加剂滥用、超限使用的情况还存在, 具有一定的食品安全风险, 需要监管部门进一步加大力度, 保障食品安全, 维护消费者的利益。

参 考 文 献

- [1] GB 2760-2014 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准[S]. GB 2760-2014 National food safety standard- Standards for the use of food additives [S].
- [2] 陈鑫. 液相色谱串联质谱法同时测定饮料和糕点中安赛蜜、糖精钠、甜蜜素[J]. 质量技术监督研究, 2014, 1(1): 10-13. Chen X. Simultaneous determination of acesulfame, saccharin sodium and cyclamate in beverages and pastries by liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. Qual Tech Superv Res, 2014, 1(1): 10-13.
- [3] 彭玉洁, 张念军, 杨能飞, 等. 2016 年宜宾市特色食品中食品添加剂监测分析[J]. 职业卫生与病伤, 2017, 32(3): 149-151. Peng YJ, Zhang NJ, Yang NF, et al. Monitoring and analysis of food additives in Yibin special food in 2016 [J]. Occup Health Injury, 2017, 32(3): 149-151.
- [4] 王炜. 浅谈当今食品添加剂与食品安全问题[J]. 现代食品, 2018, (3): 80-81. Wang W. Brief discussion on food additives and food safety [J]. Mod Food, 2018, (3): 80-81.
- [5] 徐伟棋. 食品添加剂与食品安全[J]. 食品安全导刊, 2018, (21): 134. Xu WQ. Food Additives and food safety [J]. Chin Food Saf Magaz, 2018, (21): 134.
- [6] 杜翠荣, 陈学辉, 张君, 等. 2014-2016 年全国食品添加剂抽检监测质量分析报告[J]. 中国食品添加剂, 2018, (1): 57-63. Du CR, Chen XH, Zhang J, et al. National quality analysis report of food additives sample inspection and monitoring from 2014 to 2016 [J]. China Food Addit, 2018, (1): 57-63.
- [7] 刘金鼎. 运动型饮料中多种着色剂、防腐剂以及甜味剂的检测[J]. 中国食品添加剂, 2018, (3): 146-150.

- Liu JD. Detection of various colorants, preservatives and sweeteners in sports drinks [J]. *China Food Addit*, 2018, (3): 146–150.
- [8] 马淑青, 王丹, 王慧. 2013 年潍坊市饮料、雪糕和果冻中食品添加剂含量调查分析[J]. *实用预防医学*, 2014, (11): 70–71.
- Ma SQ, Wang D, Wang H. Investigation and analysis of food additives in drinks, ice cream and jelly in Weifang city in 2013 [J]. *Pract Prev Med*, 2014, (11): 70–71.
- [9] 孙晓峰, 王伟, 楼颖伟, 等. 2016 年义乌市学校周边现做饮料中甜味剂和防腐剂监测结果分析[J]. *实用预防医学*, 2018, (6): 110–111.
- Sun XF, Wang W, Lou YW, *et al.* Analysis of monitoring results of sweeteners and preservatives in beverages made around Yiwu school in 2016 [J]. *Pract Prev Med*, 2018, (6): 110–111.
- [10] 郭蓉, 王彩霞, 胡佳薇, 等. 陕西省 8 类市售食品中防腐剂和甜味剂的检测结果与分析[J]. *现代预防医学*, 2017, (7): 52–54.
- Guo R, Wang CX, Hu JW, *et al.* Detection results and analysis of preservatives and sweeteners in 8 kinds of food sold in Shaanxi province [J]. *Mod Prev Med*, 2017, (7): 52–54.
- [11] 尹华. 高效液相色谱-串联质谱法测定饮料中 6 种食品添加剂[J]. *卫生研究*, 2017, 46(6): 971–974.
- Yin H. Determination of six food additives in beverages by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Hyg Res*, 2017, 46(6): 971–974.
- [12] 焦海音. 浅谈食品添加剂[J]. *当代化工研究*, 2018, (8): 52–53.
- Jiao HY. Talking about food additives [J]. *Contemp Chem Res*, 2018, (8): 52–53.
- [13] 闫衡. 食品添加剂对食品安全的影响[J]. *现代食品*, 2017, (24): 18–19.
- Yan H. The effect of food additives on food safety [J]. *Mod Food*, 2017, (24): 18–19.
- [14] 张俭波, 王华丽. 食品添加剂食品安全国家标准体系的构成及特点分析[J]. *中国食品卫生杂志*, 2016, (3): 6–13.
- Zhang JB, Wang HL. Composition and characteristics analysis of national food safety standard system for food additives [J]. *Chin J Food Hyg*, 2016, (3): 6–13.
- [15] 丘苑新, 柳建良, 黄小丹. 加强食品添加剂监管的措施[J]. *农产品加工(学刊)*, 2008, (7): 243–245.
- Qiu YX, Liu JL, Huang XD. Measures to strengthen supervision of food additives [J]. *Acad Period Farm Prod Process*, 2008, (7): 243–245.

(责任编辑: 武英华)

作者简介



尹 华, 副主任技师, 主要研究方向为食品安全检验。
E-mail: yinhua970@163.com