

辣条中防腐剂使用现状分析

邓玉秀¹, 朱秀菊², 黄海霞¹, 冯 婷¹, 张倩勉^{2*}

(1. 广西-东盟食品检验检测中心, 南宁 530021;

2. 南宁学院机电与质量技术工程学院, 南宁 530021)

摘 要: **目的** 对目前辣条食品中常用的 3 种防腐剂的使用现状进行分析。**方法** 通过高效液相色谱法, 对市售 30 批辣条产品中的苯甲酸、山梨酸和脱氢乙酸含量进行检测和分析。**结果** 30 批样品中 16 批检出防腐剂, 检出率高达 53.3%。样品中的山梨酸检出范围为 0.0096~0.9100 g/kg, 脱氢乙酸的检出范围 0.0064~0.4400 g/kg, 苯甲酸检出范围为 0.0061~0.0077 g/kg。若按照方便食品类标准执行, 因方便食品中规定 3 种防腐剂均为不得使用, 产品不合格率高达 46.7%。**结论** 目前市面上辣条的新标准尚未实行到位, 给消费者在市场上挑选合格产品带来困难。

关键词: 辣条; 防腐剂; 使用现状; 方便食品

Analysis of the current use of preservatives in spicy strips

DENG Yu-Xiu¹, ZHU Xiu-Ju², HUANG Hai-Xia¹, FENG Ting¹, ZHANG Qian-Mian^{2*}

(1. Guangxi-Asean Center for Food Inspection, Nanning 530021, China; 2. College of Mechanical, Electrical and Quality Engineering, Nanning University, Nanning 530200, China)

ABSTRACT: Objective To analyze the current situation of three kinds of preservatives commonly used in spicy strips. **Methods** The content of benzoic acid, sorbic acid and dehydroacetic acid in 30 batches of spicy strips were determined by high performance liquid chromatography. **Results** Preservatives were detected in 16 of 30 batches of samples, with the detection rate as high as 53.3%. The detection range of sorbic acid was 0.0096–0.9100 g/kg, dehydroacetic acid was 0.0064–0.4400 g/kg, and benzoic acid was 0.0061–0.0077 g/kg. If the standard of convenience food was followed, the unqualified rate of the products would be as high as 46.7% as these three preservatives are not allowed to be used in convenience foods. **Conclusion** The new standard of spicy strips at present is not in place, which makes it difficult for consumers to select qualified products in the market.

KEY WORDS: spicy strips; preservatives; current use; convenience food

1 引 言

辣条作为一种深受广大消费者喜爱、承载儿时回忆的零食, 主要以小麦粉为主要原料, 添加食用油、饮用水、辣椒、食盐和香辛料等各种佐料及食品添加剂, 经过挤压膨化等制成的即食预包装食品^[1,2]。近年来, 辣条越来越受到消费者, 特别是中小学生的喜爱。在市场需求及利益

的驱使下, 很多企业应运而生, 其中很多企业以小作坊的形式存在。在没有统一的食物安全以及卫生标准的前提下, 一些生产企业铤而走险, 添加大量的甜味剂等以生产口味多样的产品, 同时, 在卫生条件没有保障的环境中生产, 超量或超范围添加防腐剂以延长食物的保质期, 保持食物新鲜的口感^[3-5]。

国家法律规定食物防腐剂应符合以下标准: 即合理

*通讯作者: 张倩勉, 高级工程师, 主要研究方向为食物安全检测。E-mail: zqmhp@163.com

*Corresponding author: Zhang Qian-Mian, Senior Engineer, College of Mechanical, Electrical and Quality Engineering, Nanning University, Nanning 530200, China. E-mail: zqmhp@163.com

使用对人体无害;不影响消化道菌群;不影响药物抗菌素的作用;在消化道内可降解为食物的正常成分;对食品热处理时不产生有害成分^[6]。但食品防腐剂的不正确使用,如超剂量使用、违法使用等会直接威胁人体健康,导致消费者食用后中毒甚至死亡^[7]。近年来 3.15 的曝光以及辣条食品安全问题的频繁出现,人们对辣条的安全卫生,尤其是其中防腐剂添加的问题提出了质疑,不少辣条生产商因卫生问题而被叫停^[8]。辣条产品执行标准参差不齐,不仅给不良商家钻了空子,同时更给监督抽检及风险检测带来困难,因此对辣条食品的标准进行统一规范是必要的。

根据近几年相关部门对辣条进行监督抽检的统计结果可知,所公示的辣条不合格产品中,不合格项目主要包括微生物、酸价、甜味剂、防腐剂不合格等,其中防腐剂在不合格率中占的比例高达 80%,其中以脱氢乙酸及山梨酸居多。高效液相色谱二极管阵列检测器(diode array detector, DAD)是食品中防腐剂常用的检测方法^[9,10]。此方法检测灵敏度高,检测限最低可达到 10^{-9} g,输液压力可达 40 MPa,分析速度高,此外在保留时间内出峰的同时还能与标准物质 3D 光谱图进行匹配,从而排除检出的假阳性^[11]。本研究参照国标 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》^[12]和 GB 5009.121-2016《食品安全国家标准 食品中脱氢乙酸的测定》^[13],采用高效液相色谱法对市售的 30 批辣条产品中苯甲酸、山梨酸及脱氢乙酸含量进行测定,分析其不合格率情况及原因,从而了解市面上的辣条产品 3 种防腐剂的添加情况,为食品安全部门对辣条中防腐剂的防腐剂使用的监督检查和严格控制提供参考。

2 材料与方法

2.1 材料与试剂

2.1.1 实验样品

采用随机抽样法购买市面上具有代表性的辣条样品 30 种。包括黄色及红色的大块面筋、条状面筋、米线条等,每包克重范围为 25~100 g。

2.1.2 实验仪器

Waters 2695 Waters 高效液相色谱系统,配有二极管阵列检测器(美国 Waters 公司);XSE205DU 分析天平(江苏艾德姆自动化科技有限公司);Multifuge X3R 离心机(赛默飞世尔科技(中国)有限公司);Milli-Q 去离子水发生器(美国 Millipore 公司);SP22 研磨机(浙江苏泊尔股份有限公司)。

2.1.3 实验试剂

苯甲酸(含量 99.5%, 美国 Stanford Chemicals 公司);山梨酸(含量 99.4%, 美国 BePur 公司);脱氢乙酸(含量 99.5%, 上海安谱实验科技股份有限公司);甲醇(色谱纯, 美国默克公司);乙酸铵(优级纯, 国药集团化学试剂有限公司);亚铁氰化钾、乙酸锌(分析纯, 国药集团化学试剂有

限公司);实验用水为超纯水。

2.2 实验方法

2.2.1 样品前处理

取预包装辣条样品用研磨机充分粉碎并搅拌均匀。准确称取约 2 g(精确到 0.001 g)研磨好的试样于 50 mL 具塞离心管中,加亚铁氰化钾溶液 2 mL 和乙酸锌溶液 2 mL,加入 46 mL 水混匀,于 8000 r/min 离心 5 min,上清液过 0.22 μ m 的滤膜,待上机。

2.2.2 色谱条件

色谱柱:太玮 ODS AQ (4.6 mm×250 mm, 5 μ m);流动相:甲醇:0.02 mol/L 乙酸铵(5:95, V/V);流速:1.0 mL/min;柱温:35 $^{\circ}$ C;进样量:10 μ L。

2.2.3 溶液配制

(1) 对照品储备液

分别称取约 10 mg 苯甲酸、山梨酸及脱氢乙酸对照品,于烧杯中用甲醇溶解后,分别置于 3 个 10 mL 的容量瓶中,用甲醇定容至刻度,摇匀。

(2) 混合对照品工作液

精密吸取苯甲酸、山梨酸及脱氢乙酸对照品储备液各 5 mL,置于同一 50 mL 的容量瓶中,用甲醇定容至刻度,摇匀。

2.2.4 标准曲线

分别吸取上述 3 种对照品混合工作液 0.1、0.5、1.0、2.0、3.0、5.0 mL,分别置 10 mL 容量瓶中,用甲醇定容至刻度,摇匀,把标准品曲线注入高效液相色谱仪,按照 2.2.2 的色谱条件进行测定。以峰面积(Y)和相对质量浓度(X)建立回归方程即得标准曲线。

2.2.5 样品测定

把制备好的待测样品提取液注入高效液相色谱仪,按照 2.2.2 的色谱条件进行测定,采用 Empower 软件进行数据处理,根据标准物质的浓度及相应的峰面积得出回归方程,根据回归方程计算待测物的浓度。再根据以下公式得出检测结果。

结果计算公式为:

$$X = \rho \times V / m \times 1000$$

式中:

X——试样中待测组分含量, g/kg;

ρ ——由标准曲线得出的试样液中待测物的质量浓度, mg/L;

V——试样定容体积, mL;

m——试样质量, g;

3 结果分析及讨论

3.1 色谱结果

将标准物质注入色谱仪,并通过 200~400 nm 范围的光谱扫描,根据 3 种防腐剂的性质及参照国家标准,选择

合适的色谱柱及流动相, 结果显示, ODS AQ 柱子及流动相为甲醇: 0.02 mol/L 乙酸铵=5: 95, 230 nm 吸收波长处 3 种防腐剂响应、峰型、分离度均较好, 见图 1。

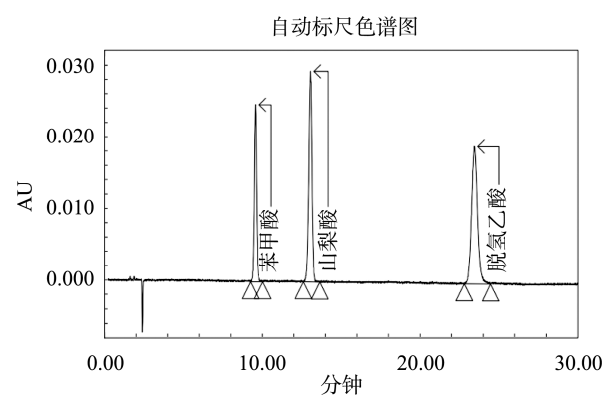


图 1 标准物质色谱图
Fig.1 Chromatogram of the standard materials

3.2 线性关系

3 种物质的线性回归方程结果见表 1。从结果可知, 3 种防腐剂标准曲线线性良好, 相关系数 r^2 均在 0.9999 以上, 线性关系良好。

表 1 3 种防腐剂的线性方程 Table 1 Linear equation of three preservatives		
防腐剂	线性方程	相关系数 r^2
苯甲酸	$Y=24600X+6150$	0.99998
山梨酸	$Y=43300X+5340$	0.99999
脱氢乙酸	$Y=48800X+2540$	0.99995

3.3 实际样品中防腐剂含量测定结果

按照 2.2 中的方法对样品前处理并经液相色谱分析后, 发现 30 批辣条样品中, 有 16 批检出防腐剂, 检出率 53.3%。检出防腐剂的辣条样品, 所检出的成分有所不同, 16 批检出的样品中, 苯甲酸检出 2 批, 检出率为 6.7%, 检出量分别为 0.0061 和 0.0077, 低于 GB 5009.28-2016 中 0.01 g/kg 的标准定量限, 可判定为未检出; 山梨酸检出 11 批, 检出率为 36.7%, 检出量范围为 0.0096~0.9100 g/kg, 其中 1 批低于 GB 5009.28-2016 中 0.01 g/kg 的标准定量限, 判定未检出; 脱氢乙酸检出 9 批, 检出率为 36.7%, 检出量范围为 0.0064~0.4400 g/kg, 均高于 GB 5009.121-2016 中 0.005 g/kg 的标准定量限。根据市场监督管理总局 2019 年 12 月 11 日发布的“关于加强调味面制品质量安全监管的公告”, 其中明确要求辣条统一按照“方便食品, 调味面制品”生产许可类别进行管理^[14]。根据 GB 2760-2014《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》^[15], 苯甲酸、山梨酸及脱

氢乙酸在方便米面制品中均不允许添加。在本次调查中发现, 5 个批次辣条食品检出只含有山梨酸, 4 个批次检出只含有脱氢乙酸, 5 个批次检出含有 2 种防腐剂, 故本实验不合格率为 46.7%。产品不合格率很高, 其主要原因可能由于标准统一时间较短, 而在此之前全国各地区对于辣条的食品标准有较大的差别, 部分企业难以及时作出调整, 依旧按照各自之前执行的标准, 如参照糕点、膨化食品类食品标准进行生产。

4 结论与讨论

本研究对辣条中防腐剂使用现状进行了分析, 采用高效液相色谱法对市售的 30 批辣条产品中苯甲酸、山梨酸及脱氢乙酸含量进行测定。结果发现防腐剂检出率为 53.3%, 按照“方便食品, 调味面制品”的标准, 不合格率高达 46.7%, 可见目前市面上辣条的新标准尚未实行到位, 给消费者在市场上挑选合格产品带来困难, 需给与企业充分的时间进行标准的调整与适应, 也可针对辣条的情况和特点, 对标准进行适当调整, 使辣条市场平稳健康发展的同时, 保障人民的食品安全。

参考文献

[1] 安虹, 谭炜. 调味面制品产品质量现状调研及分析[J]. 安徽农业科学, 2016, (3): 88-89, 122.
An H, Tan W. Investigation and analysis on the quality of flavoured flour products [J]. Anhui Agric Sci, 2016, (3): 88-89, 122.

[2] 何莲, 吴洁, 王璐, 等. 市售辣条食品相关指标的调查分析[J]. 农业与技术, 2019, (17): 41-43.
He L, Wu J, Wang L, et al. Investigation and analysis on the related indexes of market-sold spicy gluten food [J]. Agric Technol, 2019, (17): 41-43.

[3] 刘亚男, 岳燕霞. 食品防腐剂应用研究[J]. 现代食品, 2018, (19): 86-88.
Liu YN, Yue YX. Application of food preservatives [J]. Mod Food, 2018, (19): 86-88.

[4] 于静, 吴颖, 刘旭, 等. 当前我国食品添加剂的现状 & 监管建议[J]. 食品安全质量检测学报, 2014, 5(5): 1566-1570.
Yu J, Wu Y, Liu X, et al. Current status of food additives in China and monitoring recommendation [J]. J Food Saf Qual, 2014, 5(5): 1566-1570.

[5] 滕征辉, 崔玉新, 李继民, 等. 防腐剂种类、特点及在食品中的应用[J]. 食品安全导刊, 2018, (18): 35.
Teng ZH, Cui YX, Li JM, et al. Types and characteristics of preservatives and their application in food [J]. Chin Food Saf Magaz, 2018, (18): 35.

[6] 牛娜. 食品防腐剂检验检测技术的研究现状及进展[J]. 食品安全导刊, 2018, (34): 70-72.
Niu N. Research Status and development of inspection technology for food preservatives [J]. Chin Food Saf Magaz, 2018, (34): 70-72.

[7] 韩勇成. 食品添加剂对食品安全的影响[J]. 食品安全导刊, 2018, (27): 26.
Han YC. Effects of food additives on food safety [J]. Chin Food Saf

- Magaz, 2018, (27): 26.
- [8] 侯宇豪, 蒋书歌. 辣条的市场现状及发展方向[J]. 现代食品, 2017, (18): 30–32.
- Hou YH, Jiang SG. The market situation and development direction of spicy gluten [J]. Mod Food, 2017, (18): 30–32.
- [9] 刘佟, 王浩, 苗雨田, 等. 高效液相色谱法同时测定食品中 7 种防腐剂[J]. 食品安全质量检测学报, 2015, 6(4): 1148–1153.
- Liu T, Wang H, Miao YT, *et al.* Determination of 7 preservatives in food using high performance liquid chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2015, 6(4): 1148–1153.
- [10] 张倩勉, 邓玉秀, 刘星, 等. HPLC 法同时检测多种防腐剂的研究[J]. 食品科技, 2018, 43(12): 346–349, 353.
- Zhang QM, Deng YX, Liu X, *et al.* Determination of multiple preservatives of the same way in food by HPLC [J]. Food Sci Technol, 2018, 43(12): 346–349, 353.
- [11] Khosroshahi AM, Aflaki F, Saemiyani N, *et al.* Simultaneous determination of paracetamol, 4-aminophenol, 4-chloroacetanilid, benzyl alcohol, benzaldehyde and EDTA by HPLC method in paracetamol injection ampoule [J]. J Pharm Health Sci, 2016, 4(1): 61–69.
- [12] 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[S].
- GB 5009.28-2016 National food safety standard-Determination of benzoic acid, sorbic acid and saccharin sodium in food [S].
- [13] GB 5009.121-2016 食品安全国家标准 食品中脱氢乙酸的测定[S].
- GB 5009.121-2016 National food safety standard-Determination of dehydroacetic acid in food [S].
- [14] 市场监管总局. “关于加强调味品制品质量安全监管的公告”[EB/OL]. http://www.gov.cn/xinwen/2019-12/11/content_5460229.htm. [2019-12-11].
- General Administration of market supervision. “Notice on strengthening the quality and safety supervision of seasoning flour products” [EB/OL]. http://www.gov.cn/xinwen/2019-12/11/content_5460229.htm. [2019-12-11].
- [15] 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-Standard for use of food additives [S].

(责任编辑: 李磅礴)

作者简介



邓玉秀, 工程师, 主要研究方向为食品科学与工程。

E-mail: 375663709@qq.com



张倩勉, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全检测。

E-mail: zqmhp@163.com