

ConsumerResearch/ucm259074.htm.

- [12] Food Standards Agency. Biannual public attitudes tracker [EB/OL]. (2012-05-04) [2012-10-16]. <http://www.food.gov.uk/multimedia/pdfs/biannualpublicattitudetrack.pdf>.
- [13] Cope S, Frewer L J, Houghton J, et al. Consumer perceptions of best practice in food risk communication and management: Implications for risk analysis policy [J]. Food Policy, 2010, 35 (4): 349-357.

- [14] Miao F, Paul R B, Barbara L L. Framing the Chinese baby formula scandal: a comparative analysis of US and Chinese news coverage [J]. Asian Journal of Communication, 2012, 22 (3): 253-269.
- [15] Kong D M. Does corporate social responsibility matter in the food industry? Evidence from a nature experiment in China [J]. Food Policy, 2012, 37 (3): 323-334.

调查研究

烟台市市售散装酱腌菜中7种防腐剂含量状况调查

董桂贤, 王朝霞, 宫春波, 张桂芳, 王颖, 周晓歌, 杨翠云
(山东省烟台市疾病预防控制中心, 山东 烟台 264003)

摘要:目的 掌握烟台市市售散装酱腌菜中防腐剂含量情况。方法 采用超高效液相色谱(UPLC)-二极管阵列检测器(PDA)法检测300份市售散装酱腌菜中7种防腐剂(山梨酸、苯甲酸、脱氢乙酸、尼泊金甲酯、尼泊金乙酯、尼泊金丙酯、尼泊金丁酯)含量。结果 苯甲酸检出率为99.7% (299/300), 合格率仅为37.3% (112/300), 含量平均值为1.55 g/kg, 最大检出值5.31 g/kg, 是GB 2760—2011规定最大使用量的5.3倍。9种酱腌菜中, 什锦菜苯甲酸平均值最高(2.34 g/kg), 合格率最低(13.9%)。山梨酸的检出率为68.7% (206/300), 平均值0.10 g/kg, 最大检出值2.35 g/kg, 是GB 2760—2011规定最大使用量的2.3倍。脱氢乙酸检出率为25.0% (75/300), 脱氢乙酸含量平均值为0.032 g/kg, 合格率100%。结论 酱腌菜中苯甲酸含量的合格率最低, 超标严重, 建议应作为今后重点监督、监测的对象; 加强散装酱腌菜的监管力度。

关键词: 散装食品; 酱腌菜; 防腐剂; 食品添加剂; 食品安全; 调查

中图分类号: R155 文献标识码: A 文章编号: 1004-8456(2013)03-0264-04

Investigation of 7 food preservative residuals from 300 pickled vegetables in bulk at retail

Dong Guixian, Wang Zhaoxia, Gong Chunbo, Zhang Guifang, Wang Ying, Zhou Xiaoge, Yang Cuiyun
(Yantai Center for Disease Prevention and Control, Shandong Yantai 264003, China)

Abstract: Objective To investigate 7 food preservative residuals of pickled vegetables in bulk at retail market of Yantai, and provide scientific basis for customer making decisions for such product. **Methods** The residue content of 7 food preservatives including sorbic acid, benzoic acid, dehydroacetic acid were detected by ultra performance liquid chromatography with photodiode array detector (UPLC-PDA). The quality of pickled vegetable was judged by GB 2760 - 2011. **Results** The detection rate of benzoic acid was 99.7% (299/300), higher than that of sorbic acid which was 68.7% (206/300), while the detection rate of dehydroacetic acid was only 25.0%. There were 188 samples exceeded the benzoic acid limit of GB 2760 - 2011, the maximum value was 5.31 g/kg which was 4.3 times higher than the limit. In addition, the maximum value of sorbic acid was 2.35 g/kg, 2.3 times higher than the limit. Olio had the highest residual level among 300 samples. The parabens were not detected in this investigation. **Conclusion** The content of benzoic acid was the highest and the violation rate was also the highest. We should strengthen the supervision and monitoring to control food preservative used in pickled vegetables.

Key words: Bulk food; pickled vegetables; preservative; food additive; food safety; investigation

酱腌菜是腌菜和酱菜等的总称, 其产品种类繁多

多, 分布广泛, 特别是农村市场。生产者为了延长酱腌菜的保存期, 在生产加工制作过程中添加防腐剂。长期过量摄入防腐剂会对身体健康造成一定的损害^[1-2]。GB 2760—2011规定^[3]苯甲酸、山梨酸、脱氢乙酸钠均允许使用于腌渍的蔬菜中; 尼泊

金甲酯和尼泊金乙酯允许使用在酱油、酱及酱制品中,但不允许在腌渍的蔬菜中使用。因腌渍的蔬菜中经常使用酱油或酱及酱制品来调味有可能将尼泊金酯带入酱腌菜中,实际使用的情况不明。以往有关防腐剂调查多偏重于苯甲酸和山梨酸方面的内容^[4-6]。本文建立了超高效液相色谱同时检测7种防腐剂(山梨酸、苯甲酸、脱氢乙酸、尼泊金甲酯、尼泊金乙酯、尼泊金丙酯、尼泊金丁酯)的方法^[7],对300份烟台市市售散装酱腌菜中7种防腐剂状况进行调查。

1 材料与方法

1.1 材料

1.1.1 样本来源

2011年5月—2012年3月对烟台市5个大型超市和5个农贸市场散装酱腌菜(酱渍和盐渍的蔬菜)进行随机抽样,每2个月抽样1次,每次对每个超市、农贸市场随机采集5份样品,共计300份样本(超市156份,农贸市场144份),其中包括11份外阜产品(从外地采购的榨菜属直接销售或经加工后再售),289份本地产品。所采样品均为散装,无定型包装。

1.1.2 仪器与试剂

超高效液相色谱仪(ACQUITY UPLC H-Class,带二极管阵列检测器和荧光检测器)、ACQUITY UPLC BEH C₁₈色谱柱(2.1mm×100mm,1.7 μm)、KQ-100B型超声波清洗器、TGL-16G台式离心机、针式滤器等其他常规仪器。

山梨酸(BW3507)、苯甲酸[GBW(E)100262]、尼泊金甲酯[GBW(E)100074]、尼泊金乙酯[GBW(E)100064]、尼泊金丙酯[GBW(E)100075]、尼泊金丁酯[GBW(E)100077]标准品(皆购自中国计量科学研究院),脱氢乙酸(购自农业部环境保护科研监测所),甲醇(色谱纯),超纯水,亚铁氰化钾、乙酸铵、乙酸锌、氨水均为分析纯。

1.2 方法

1.2.1 检测方法

采用超高效液相色谱二极管阵列检测器同时检测山梨酸、苯甲酸、脱氢乙酸、尼泊金甲酯、尼泊

金乙酯、尼泊金丙酯、尼泊金丁酯。色谱条件为:柱温35℃;进样量3 μl;流动相A为甲醇,B为0.02 mol/L乙酸铵溶液;流速0.20 ml/min。流动相梯度洗脱程序见表1。

表1 梯度洗脱程序

Table 1 Gradient elution program

时间(min)	流动相A(%)	流动相B(%)
0	10	90
5.0	10	90
5.5	60	40
16.0	60	40
16.5	10	90
17.0	10	90

山梨酸、苯甲酸、尼泊金甲酯、尼泊金乙酯、尼泊金丙酯、尼泊金丁酯的检出限(LOD)为0.0001 g/kg,定量限(LOQ)为0.0003 g/kg;脱氢乙酸检出限为0.0005 g/kg,定量限为0.0015 g/kg。

1.2.2 判定方法

根据GB 2760—2011及其增补条例^[3]规定的最大使用量进行判定。山梨酸、苯甲酸、脱氢乙酸的最大使用量为1.0 g/kg,调查样本中任一防腐剂超出限量值,判定该样本为不合格样本。尼泊金甲酯、尼泊金乙酯、尼泊金丙酯、尼泊金丁酯在腌渍的蔬菜中未有规定,理解为腌渍的蔬菜中不得检出。

1.3 统计学方法

低于检出限的数据,以“1/2 LOD值”替代,计算均值。采用EpiInfo 7.0软件进行 χ^2 检验。

2 结果与分析

2.1 酱腌菜中苯甲酸添加情况调查

2.1.1 酱腌菜中的苯甲酸含量的总体情况

由表2可知,样本中苯甲酸合格率为37.3%,苯甲酸最高检出量为5.31 g/kg,是GB 2760—2011规定最大允许使用量的5.3倍,超标情况比较严重。不同销售地点统计结果显示样本合格率超市高于农贸市场,但差异无统计学意义($\chi^2 = 0.033, P = 0.856$)。酱腌菜又称为腌渍的蔬菜^[3],包括酱渍的蔬菜和盐渍的蔬菜。调查结果显示,酱渍蔬菜中苯甲酸含量高于盐渍蔬菜,但合格率低于盐渍蔬菜,可能是加工工艺差异导致添加量不同。酱渍蔬菜

表2 不同分类样本中苯甲酸和山梨酸调查情况表

Table 2 The investigation results of benzoic acid and sorbic acid residual level for 300 samples

类别	检测样本数(份)	检出数(份)		检出范围(g/kg)		平均值(g/kg)		合格率(%)	
		苯甲酸	山梨酸	苯甲酸	山梨酸	苯甲酸	山梨酸	苯甲酸	山梨酸
总体情况	300	299	206	< LOD ~ 5.31	< LOD ~ 2.35	1.55	0.10	37.3(112/300)	99.0(297/300)
农贸市场	144	143	106	< LOD ~ 4.92	< LOD ~ 1.25	1.52	0.27	36.8(53/144)	99.3(143/144)
超市	156	156	100	1.00 ~ 5.31	< LOD ~ 2.35	1.58	0.11	37.8(59/156)	98.7(154/156)
酱渍的蔬菜	111	111	65	1.01 ~ 4.45	< LOD ~ 2.35	1.88	0.10	27.9(31/111)	98.2(109/111)
盐渍的蔬菜	189	188	141	< LOD ~ 5.31	< LOD ~ 1.25	1.36	0.098	48.8(92/189)	99.5(188/189)

与盐渍蔬菜苯甲酸含量比较,差异有统计学意义($\chi^2 = 12.45, P = 0.00042$)。

2.1.2 不同月份样本中苯甲酸含量情况

本次调查从2011年5月起每2个月采样一次,每次50份。各月份苯甲酸的检出率基本一致,但样本的合格率偏低,1月份合格率最高(52%),5、7、9、11月份合格率较低,分别为24.0%、28.0%、34.0%和38.0%。各个月份苯甲酸含量均值皆高于GB 2760—2011规定的最大使用量。其中,5月份最高(1.86 g/kg),1月份最低(1.21 g/kg),其原因可能

与当地气候有关,也可能是酱腌菜生产过程中存在苯甲酸随意添加和超量使用的情况,从而导致了其较高的超标率。

2.1.3 不同种类样本中苯甲酸含量情况

由表3可知9种腌渍的蔬菜中,什锦菜平均值最高,其次为海菜类,最低的为黄瓜,只有黄瓜中苯甲酸含量平均值低于GB 2760—2011规定的最大使用量;什锦菜合格率最低,其次为鬼子姜,辣椒合格率最高。其中,糖醋笋条苯甲酸检出值最高(5.31 g/kg)。

表3 不同种类样本中苯甲酸和山梨酸调查情况表

Table 3 The investigation results of benzoic acid and sorbic acid residual level for different samples

类别	检测样本数 (份)	检出数(份)		检出范围(g/kg)		平均值(g/kg)		合格率(%)	
		苯甲酸	山梨酸	苯甲酸	山梨酸	苯甲酸	山梨酸	苯甲酸	山梨酸
萝卜	59	59	41	0.023~4.92	<LOD~1.25	1.57	0.086	39.0(23/59)	98.3(58/59)
疙瘩	36	36	19	0.017~4.45	<LOD~2.35	1.64	0.17	33.3(12/36)	94.4(34/36)
什锦菜	36	36	29	0.31~3.83	<LOD~0.84	2.34	0.07	13.9(5/36)	100
辣椒	29	29	17	0.017~2.29	<LOD~0.19	1.14	0.022	51.7(15/29)	100
黄瓜	26	26	18	0.0085~3.98	<LOD~0.44	0.80	0.07	61.5(16/26)	100
海菜类	23	23	15	0.0024~4.35	<LOD~0.72	2.17	0.21	26.1(6/23)	100
鬼子姜	21	21	13	0.018~3.43	<LOD~0.31	1.81	0.05	19.0(4/21)	100
榨菜	11	11	6	0.35~3.75	<LOD~0.54	1.61	0.01	45.5(5/11)	100
其他	59	58	48	<LOD~5.31	<LOD~0.67	1.45	0.047	44.1(26/59)	100

注:其他包括豆角、白菜、藕、蒜、头菜、雪里蕻等。

2.2 酱腌菜中山梨酸添加情况

2.2.1 酱腌菜中山梨酸含量的总体情况

样本中检出山梨酸206份,含量平均值为0.10 g/kg,最高检出值2.35 g/kg(表2)。合格率为98.5%(203/206)。山梨酸的检出率小于苯甲酸,说明苯甲酸在酱腌菜的使用程度高于山梨酸的使用。可能是山梨酸的价格高于苯甲酸,为了节约成本,苯甲酸更受酱腌菜加工者的青睐。

2.2.2 不同种类样本中山梨酸调查情况

由表3可知疙瘩和萝卜中山梨酸检出值最高,海菜类中的山梨酸平均值最高,但平均值均低于GB 2760—2011规定的最大使用量。各类酱腌菜平均值依次为:海菜类>疙瘩>萝卜>黄瓜>什锦菜>鬼子姜>其它>辣椒>榨菜。

2.2.3 不同月份样本中山梨酸的含量情况

由表4可知,样本中山梨酸的检出率7和9月>5和11月>3月>1月,各月份之间比较差异有统计学意义($\chi^2 = 26.29, P = 0.0000785$)。其中,5月份山梨酸检出值最高(2.35 g/kg),是GB 2760—2011规定最许使用量的1.35倍,添加特点与苯甲酸类似,主要与当地气候变化有关。

2.3 酱腌菜中脱氢乙酸调查情况

脱氢乙酸检出率为25.0%(75/300),含量平均值为0.053 g/kg,合格率100%。其中,农贸市场采集的样本中,脱氢乙酸检出率为32.5%(37/144),

表4 不同月份山梨酸调查情况表

Table 4 The investigation results of sorbic acid residual level for different month's samples

时间	检测样本数 (份)	检出数 (份)	检出范围 (g/kg)	平均值 (g/kg)	合格率 (%)	超标 倍数
2011-05	50	38	<LOD~2.35	0.11	92.0(46/50)	1.35
2011-07	50	41	<LOD~1.25	0.079	96.0(48/50)	0.25
2011-09	50	41	<LOD~0.61	0.089	98.0(49/50)	/
2011-11	50	36	<LOD~0.62	0.087	98.0(49/50)	/
2012-01	50	22	<LOD~1.25	0.11	94.0(47/50)	0.25
2012-03	50	28	<LOD~0.86	0.12	98.0(49/50)	/

含量平均值0.057 g/kg;超市采集的样本中,脱氢乙酸检出率为24.4%(38/156),含量平均值为0.049 g/kg。酱渍的蔬菜中,脱氢乙酸检出率为10.8%(12/111),含量平均值为0.038 g/kg;盐渍的蔬菜中,脱氢乙酸检出率为33.33%(63/189),含量平均值为0.062 g/kg。

2.4 酱腌菜中尼泊金甲酯、尼泊金乙酯、尼泊金丙酯、尼泊金丁酯调查情况

300份样本中,尼泊金甲酯空白对照与样品实际检出量大致一样;尼泊金乙酯检出样本数8份,数值范围为0.002~0.030 g/kg。尼泊金甲酯和尼泊金乙酯在酱油、酱及酱制品中允许添加的最大使用量为0.25 g/kg,检出的尼泊金乙酯可能是酱腌菜中添加的酱或酱油少量带入的。尼泊金丙酯和尼泊金丁酯均未检出,尼泊金甲酯空白对照出现干扰峰

的情况,尼泊金乙酯处在低检出率和较低检出值范围。可能是尼泊金酯类防腐剂在酱腌菜中尚无人添加情况。

2.5 酱腌菜中多种防腐剂同时存在情况调查

300份样本中,同时检出2种防腐剂的有156份,同时检出3种防腐剂的有61份,同时检出4种防腐剂的有4份,表明个别样本存在既加苯甲酸也加山梨酸的现象。苯甲酸和山梨酸同时超标的样本数为3份,也有单独以苯甲酸、山梨酸或脱氢乙酸计均未超标,但是其总的防腐剂含量却比较高的现象。

3 讨论

3.1 酱腌菜中7种防腐剂状况分析

烟台市市售散装酱腌菜中苯甲酸、山梨酸、脱氢乙酸添加情况普遍,其使用量顺序为苯甲酸>山梨酸>脱氢乙酸,未发现尼泊金酯类防腐剂。山梨酸是目前较为安全的防腐剂,适于酸性条件,价格相对较贵。苯甲酸价格低廉,抗菌谱广,深受大多厂家偏爱。散装酱腌菜个体经营户较多,缺乏监管,生产规模较小,使用传统手工操作,生产条件控制不严,计量不够,配料时没有严格控制程序,添加时全凭经验,造成防腐剂超标^[5]。从超标类别来看,300份样本中,山梨酸仅有3份样本超标,而苯甲酸有188份样本超标,建议应作为今后重点监管的对象。

3.2 对策与建议

由于现行国家卫生标准中,尚未制定在食品中同时使用多种防腐剂添加总量的限制标准,在对结果进行安全评价时,只能依单项标准进行评价,不

能以防腐剂添加总量来评价样本总体防腐剂是否合格。部分生产企业同时使用多种防腐剂,每一种的使用量都控制在这种防腐剂的最大使用量之内,但实际上却增加了食品的安全风险^[8]。建议有关部门应根据这些新特点,及时补充和完善相应的卫生标准,建议如下:①政府监管部门应加强对散装酱腌菜的监督抽查力度,加强集贸市场的管理,大力宣传滥用食品添加剂的危害。②酱腌菜生产企业在生产过程中必须加强卫生管理,减少杂菌污染,减少带菌量,严格按食品添加剂的有关国家标准使用。③消费者购买酱腌菜时,应选择超市销售的定型包装产品。

参考文献

- [1] 黄艳娥,刘海波.食品防腐剂对人体健康的影响及发展趋势[J].化工中间体,2005(7):1-6.
- [2] 陈满全.酱腌菜防腐措施的研究[J].食品研究与开发,2004,25(3):141-144.
- [3] 中华人民共和国卫生部.GB 2760—2011食品添加剂使用卫生标准[S].北京:中国标准出版社,2011.
- [4] 吴春峰,刘弘,吴燕,等.上海市售酱腌菜中苯甲酸、糖精钠检出情况调查[J].上海预防医学,2007,19(2):83-84.
- [5] 章晓宁.无锡市市售酱腌菜、蜜饯中苯甲酸、山梨酸、糖精钠检测结果[J].职业与健康,2007,23(15):1316-1317.
- [6] 尹华,陆卫明.2005年常熟市酱腌菜及蜜饯中防腐剂含量调查[J].中国卫生检验杂志,2006,16(10):1276.
- [7] 董桂贤,王朝霞,张桂芳,等.超高效液相色谱法同时测定酱腌菜中的九种防腐剂与甜味剂[J].中国食品卫生杂志,2013,25(2):145-149.
- [8] 冯慧.酱腌菜中防腐剂和甜味剂检测结果分析[J].中国食物与营养,2007(6):13-15.

· 标准 ·

关于征求《食品添加剂 对羟基苯甲酸甲酯》等食品安全国家标准(征求意见稿)意见的函

卫办监督函〔2013〕370号

各有关单位:

根据《食品安全法》及其实施条例的规定,我委组织有关单位制定了《食品添加剂对羟基苯甲酸甲酯》等19项食品安全国家标准(征求意见稿)、《食品添加剂 普鲁兰多糖》(GB 28402-2012)修改单(征求意见稿)。现向社会公开征求意见,请于2013年6月31日前将意见反馈表(附件3)以传真或电子邮件形式反馈我委。

传 真:010-52165424

电子信箱:zqyj@cfsa.net.cn

附件:1.食品添加剂 对羟基苯甲酸甲酯等19项标准(征求意见稿)及编制说明.zip(略)

2.《食品添加剂 普鲁兰多糖》(GB 28402-2012)修改单.docx(略)

3.食品安全国家标准征求意见稿反馈表.docx(略)

国家卫生和计划生育委员会办公厅

二〇一三年五月六日