

# 糕点和面包中脱氢乙酸两种不同检测方法的比较研究

赵宇明<sup>1,2</sup>,董广彬<sup>1</sup>,时华捷<sup>2</sup>

(1.大连市检验检测认证技术服务中心,大连 116021;  
2.大连产品质量检验检测研究院有限公司,大连 116630)

**摘 要:**对蛋糕、桃酥、沙琪玛等糕点和面包中脱氢乙酸含量的两种标准检验方法进行了对比分析,比较研究了采用不同标准方法对同一样品中脱氢乙酸含量检测结果的影响。试验结果表明,采用不同的标准检测方法,脱氢乙酸含量检测值基本一致。气相色谱法和液相色谱法检测结果的准确性均好,精密度均能满足糕点和面包样本检测的实际需求。

**关键词:**糕点;面包;脱氢乙酸;检测

**中图分类号:**TS207.3

**文献标识码:**A

**文章编号:**2096-8515(2021)01-0021-05

糕点是一种以谷类、豆类、薯类、油脂、糖、蛋等食材中的一种或几种为主要原料,添加或不添加其他原料,经调制、成型、熟制等工序制成的食品。熟制前或熟制后常在产品表面或熟制后的内部添加奶油、蛋白、可可、果酱等。面包是一种用五谷(一般是麦类)磨粉制作并加热而制成的食品,以小麦粉为主要原料,以酵母、鸡蛋、油脂、糖、盐等为辅料,加水调制成面团,经过分割、成型、醒发、焙烤、冷却等过程加工而成的焙烤食品。脱氢乙酸是联合国粮农组织(FAO)和世界卫生组织(WHO)认可的一种安全的食品防腐保鲜剂。在水溶液中逐渐降解的过程中,具有抑制肝癌的发生或延缓作用,长期接触也不会对皮肤造成刺激性的伤害。脱氢乙酸在应用方面则不影响食品的口感和味道,常被用于糕点和面包的制作工艺中。食品添加剂使用标准<sup>[1]</sup>中,糕点和面包的限量值都为脱氢乙酸及其钠盐(以脱氢乙

酸计) $\leq 0.5\text{g/kg}$ ,同时,同一功能的食品添加剂(相同色泽着色剂、防腐剂、抗氧化剂)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,食品配料中该添加剂的用量不应超过允许的最大使用量,因此糕点和面包中应适量添加防腐剂脱氢乙酸。食品中脱氢乙酸的形成、抑制、检测方法研究进展等,是目前的研究热点<sup>[2-7]</sup>。检测糕点和面包中脱氢乙酸含量并对不同的检测方法做出评价,未见报道,是目前比较新颖的研究方向。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与试剂

糕点和面包试样来自市场流通领域经监督抽检合格的样品。其中,桃酥、蛋糕、沙琪玛、面包样品分别为12份。

所用化学试剂甲醇、正己烷、乙酸乙酯为色谱纯,乙酸铵为优级纯,甲酸、盐酸、硫酸锌、氢氧

化钠为分析纯,脱氢乙酸标准品(纯度 $\geq 99.5\%$ )等,均购自于天津市科密欧化学试剂有限公司。

实验用水为超纯水,电导率( $25^{\circ}\text{C}$ ) $\leq 0.01\text{ mS/m}$ 。

### 1.2 仪器与设备

BSA224S电子天平:北京赛多利斯天平有限公司;1260液相色谱仪:美国安捷伦公司;7890A气相色谱仪:美国安捷伦公司;pb-10酸度计:德国赛多利斯集团公司;5417R低温高速离心机:德国Eppendorf公司;CSF6-GDE电磁搅拌器:意大利VELP公司;R-215旋转蒸发器:瑞士步琪有限公司;20050恒温水浴振荡器:常州智博瑞仪器制造有限公司;H2Opro-VF-T超纯水仪:德国赛多利斯集团公司;D-500均质器:大龙兴创实验仪

器(北京)股份公司。

### 1.3 试验方法

样品前处理过程和样品测定均按GB 5009.121-2016<sup>[8]</sup>《食品安全国家标准 食品中脱氢乙酸的测定》进行。该标准分为第一法和第二法,均可用于糕点和面包试样中脱氢乙酸的检测。

#### 1.3.1 气相色谱法

气相色谱法为GB 5009.121-2016<sup>[8]</sup>的第一法,基于如下原理:糕点和面包样品,先沉降蛋白,后经脱脂酸化后,用乙酸乙酯提取,用配氢火焰离子化检测器的气相色谱仪分离测定脱氢乙酸,以色谱峰的保留时间定性,外标法定量。

表1 食品中脱氢乙酸含量检测方法的差异

| 试验步骤 | 检测方法                                                                                                                                                                               |                                                                                              |
|------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------|
|      | GB5009.121-2016<br>(第一法气相色谱法)                                                                                                                                                      | GB5009.121-2016<br>(第二法液相色谱法)                                                                |
| 样品提取 | 称样2~5g后,乙酸乙酯提取,氮吹,溶剂定量                                                                                                                                                             | 称样2g后,涡旋提取,过0.45 $\mu\text{m}$ 滤膜                                                            |
| 样品净化 | 按气相色谱法标准操作                                                                                                                                                                         | 按液相色谱法标准操作                                                                                   |
| 上机分析 | 色谱柱:极性毛细柱气相色谱柱<br>载气:氮气,流速1.0mL/min<br>进样口温度:240 $^{\circ}\text{C}$<br>检测器温度:300 $^{\circ}\text{C}$<br>柱温程序:初始温度150 $^{\circ}\text{C}$ ,保持2min<br>进样量:1.0 $\mu\text{L}$<br>分流比:5:1 | 色谱柱: $\text{C}_{18}$ 柱<br>流动相:甲醇+乙酸铵溶液<br>流速:1.0mL/min<br>检测波长:293nm<br>进样量:10 $\mu\text{L}$ |
| 注意事项 | 提取及上机操作为关键控制点                                                                                                                                                                      | 提取及净化严格按标准操作                                                                                 |

#### 1.3.2 液相色谱法

液相色谱法为GB 5009.121-2016<sup>[8]</sup>的第二法,基于如下原理:用氢氧化钠溶液提取糕点和面包试样中的脱氢乙酸,经脱脂、去蛋白处理,过膜,用配紫外或二极管阵列检测器的高效液相色谱仪测定,以色谱峰的保留时间定性,外标法定量。

从表1可以看出,糕点和面包试样中脱氢乙酸含量检测标准涉及的2种检测方法,所使用仪器设备不同,样品前处理方法及上机分析等方面存在一定的差异性。当用同一糕点或面包试样

作为分析测试样本时,对其脱氢乙酸含量检测结果进行重点探究,优选出更加适宜的检测方法,是十分必要的。

利用1.3试验方法,取糕点及面包样品40份,测定脱氢乙酸的含量,取6次平行测量的平均值报出脱氢乙酸检测结果,结果见表2。同时按1.3试验方法,取剩余的4种试样每种样品各2份,平行测定8个样品各10次,对测得结果进行数据处理,计算出相对标准偏差C.V%,考察各方法的精密度,结果见表3。

表2 采用不同测定方法测得脱氢乙酸含量的试验结果(其中,  $n=6$ )

单位: g/kg

| 项目     | 检测方法                          |                               |
|--------|-------------------------------|-------------------------------|
|        | GB5009.121-2016<br>(第一法气相色谱法) | GB5009.121-2016<br>(第二法液相色谱法) |
| 桃酥-1   | 0.241                         | 0.240                         |
| 桃酥-2   | 0.343                         | 0.344                         |
| 桃酥-3   | 0.429                         | 0.429                         |
| 桃酥-4   | 0.224                         | 0.244                         |
| 桃酥-5   | 0.147                         | 0.148                         |
| 桃酥-6   | 0.335                         | 0.336                         |
| 桃酥-7   | 0.216                         | 0.215                         |
| 桃酥-8   | 0.432                         | 0.430                         |
| 桃酥-9   | 0.0828                        | 0.0827                        |
| 桃酥-10  | 0.0819                        | 0.0820                        |
| 蛋糕-1   | 0.340                         | 0.341                         |
| 蛋糕-2   | 0.203                         | 0.204                         |
| 蛋糕-3   | 0.160                         | 0.159                         |
| 蛋糕-4   | 0.222                         | 0.223                         |
| 蛋糕-5   | 0.199                         | 0.198                         |
| 蛋糕-6   | 0.486                         | 0.485                         |
| 蛋糕-7   | 0.217                         | 0.218                         |
| 蛋糕-8   | 0.332                         | 0.333                         |
| 蛋糕-9   | 0.204                         | 0.205                         |
| 蛋糕-10  | 0.163                         | 0.163                         |
| 沙琪玛-1  | 0.256                         | 0.257                         |
| 沙琪玛-2  | 0.171                         | 0.172                         |
| 沙琪玛-3  | 0.159                         | 0.158                         |
| 沙琪玛-4  | 0.193                         | 0.193                         |
| 沙琪玛-5  | 0.128                         | 0.127                         |
| 沙琪玛-6  | 0.221                         | 0.222                         |
| 沙琪玛-7  | 0.255                         | 0.254                         |
| 沙琪玛-8  | 0.117                         | 0.118                         |
| 沙琪玛-9  | 0.254                         | 0.254                         |
| 沙琪玛-10 | 0.155                         | 0.156                         |
| 面包-1   | 0.364                         | 0.365                         |
| 面包-2   | 0.392                         | 0.390                         |
| 面包-3   | 0.418                         | 0.419                         |
| 面包-4   | 0.388                         | 0.389                         |
| 面包-5   | 0.233                         | 0.232                         |
| 面包-6   | 0.269                         | 0.268                         |
| 面包-7   | 0.157                         | 0.158                         |
| 面包-8   | 0.191                         | 0.192                         |
| 面包-9   | 0.168                         | 0.169                         |
| 面包-10  | 0.111                         | 0.112                         |

## 2 实验结果与分析

### 2.1 脱氢乙酸含量测定结果的比较

由表2可见,对于同一品种的糕点或面包样品,采用气相色谱法和液相色谱法同时测定脱氢乙

酸含量时,两种方法测得的脱氢乙酸含量结果基本一致。对于不同种类的糕点或面包试样,桃酥中脱氢乙酸含量分布区域范围在0.0819~0.432g/kg之间,蛋糕中脱氢乙酸含量分布区域范围在



表3 不同脱氢乙酸测定方法的相对平均偏差(其中n=10)

单位: %

| 试验步骤            | 检测方法                          |                               |
|-----------------|-------------------------------|-------------------------------|
|                 | GB5009.121-2016<br>(第一法气相色谱法) | GB5009.121-2016<br>(第二法液相色谱法) |
| 相对平均偏差<br>(CV%) | 0.004929                      | 0.005832                      |

0.159~0.486g/kg之间,沙琪玛中脱氢乙酸含量分布区域范围在0.117~0.255g/kg之间,面包中脱氢乙酸含量分布区域范围在0.111~0.419g/kg之间,这一结果与国家食品安全抽样检验信息平台公布数据一致。

表3可见,两方法的相对平均偏差(C.V%)计算结果,介于0.04929~0.05832,与国标GB 5009.121-2016中方法相对平均偏差(C.V%)≤0.10的要求相比,试验组数据的精密度更高。实际测试结果表明,两方法均具有较高的精密度,均能满足实际样品的检测需求。

## 2.2 实验分析

虽然GB 5009.121-2016测定脱氢乙酸含量的2种方法的基本原理不同,但对同一糕点或面包样品采用这2种方法进行检测时,排除偶然因素的影响,脱氢乙酸含量的结果基本相同。随着仪器设备原材料的下降及后期设备维护保养价格调整,目前基层实验室基本都会同时配置液相色谱仪和气相色谱仪,因各个实验室的情况不同,可以自行选择其中的任一种方法检测糕点或面包中的脱氢乙酸含量。

自超市等流通领域采购的糕点或面包样品中脱氢乙酸含量与国家食品安全抽样检验平台公布数据基本一致。在中国传统饮食文化中,中式糕点早已融入人们的餐饮生活。随着中国食品工业化的建立和不断完善,糕点和面包样品,作为舶来品已经渗透到每个家庭,为大众广泛接受。从饮食习惯角度看,在很长一段时间里,糕点和面包仍是不可或缺的餐饮主食佳品。引导人们正确选择和食用糕点和面包,使普通消费者了解糕点和面包中的添加剂种类和含量,是目前市场监管部门和标准制定部门应给予重点关注的方向。生产企业在糕点和面包中添加脱氢乙酸等防腐剂,已经成为了一种普遍现象。实时监控糕点和面包中添加的脱氢乙酸含量,可以为合

理膳食及健康饮食提供有力的数据支撑。

从2种分析方法的效率角度入手,GB 5009.121-2016第一法气相色谱法和第二法液相色谱法除了可以分析糕点或面包中脱氢乙酸之外,对于其它目标物也能一并给予分析检测。和传统理化分析方法相比,效率得到了大幅度的提升。同时,由于自动化技术的引进,对于大批量样品的检测,大型仪器设备的优势就充分体现出来了。

2种方法所选取采用的甲醇、甲酸、正己烷、乙酸乙酯等试剂,都具有不同程度的毒性,容易对人体和环境造成一定的危害。在对食品进行成分分析的同时,还应时刻关注环保和实验人员健康,既要实现检验成本的节约,同时又能促进环境绿色友好可持续发展,是糕点和面包中脱氢乙酸含量测定的一个新的研究方向。

选择测试样品时,既要充分考虑到样品的代表性问题,同时又要考虑被测试样品检测数据重复性和再现性均好。近年各级各类食品安全监督抽查对主食类食品不断倾斜,检测频次和项目逐年增加,糕点和面包中脱氢乙酸含量是食品安全监督抽查检验的必检项目,也是重点检验项目。选取抽查后其它检测项目都合格的糕点和面包样品作为研究对象,可以为国家相关部门制定政策,也可以为企业监控产品的质量,提供重要的数据参考。

## 3 结论

采用实验探究的方法,以同一糕点和面包作为研究样本,分别利用气相色谱法和液相色谱法,对样本中的脱氢乙酸含量进行测试,所得脱氢乙酸的测试结果无明显差异。通过比较现行标准中各个方法的异同,发现气相色谱法和液相色谱法检测结果的准确性均好,精密度均能满足糕点和面包样本检验检测的要求。基层实验室可以依据自身条件任意选择气相色谱(下转第38页)

接近生猪,坚持做好每星期1~2次的定期环境消毒,要选择以氯制剂为主的2~3种消毒液半月轮换使用,避免细菌病毒因长期使用单一消毒液而产生耐药性。推行农村改厨改厕改圈,把过去农村猪牛羊圈和厕所连在一起建造的陋习改掉,加快畜禽粪污资源化利用项目,建设化粪池、沼气池来有效处理粪便和污水。购买外来生猪时要核对耳标和检疫证明,并坚持做到隔离观察15d无异常才合群饲养。

## 2.6 做好病死猪无害化处理

做好病死猪无害化处理,可有效杀灭细菌和病毒,减少环境污染。当出现生猪病死的情况,不能够食用病猪肉,也不能够把尸体丢弃到野外,应该选择距民居区、学校、厂矿、交通要道等500m以上的地方,距猪场、生活水源地等3000m以上的地方挖2m以上的深坑进行焚烧、掩埋和彻底消毒,扑灭病原体。如果是传染病引起的死亡,要对猪圈及环境开展20d以上的消毒才安全。

### 3 结语

分析农村散养户对猪病防治困难因素,通过宣传教育树立防、治并重的理念,建立良好的养殖习惯,改善生猪饲养环境,做好病死猪无害化处理,采取加强技术培训和自主学习,提高猪病防治技术水平等措施,为广大散养户养好生猪提供帮助。

## 参考文献

- [1]曾国茂.浅议小规模养猪常见疾病预防和治疗[J].中国畜禽种业,2019,4:127-127.
- [2]马元顺.猪病治疗无效的原因及应对策略研究[J].畜牧业环境,2020,9:79-79.
- [3]张海燕.浅谈散养户猪病防治[J].兽医导刊,2019,17:19-19.

作者简介:杨天和(1969年11月生),男,湖北利川人,畜牧师。

(上接第24页) 谱法和液相色谱法中的一种。目前检验检测设备正向着大型化、集成化、智能化、AI技术、物联网技术、3D打印技术综合运用方向发展,新科研成果的快速引入与运用,为未来食品分析检测提供了广阔发展前景。

## 参考文献

- [1]GB2760-2014. 食品安全国家标准 食品添加剂适用标准[S]. 中华人民共和国国家标准, 2014.
- [2]朱自德, 方林明, 陈辉德, 等. 气相色谱法测定面包、糕点和肉制品中脱氢乙酸[J]. 安徽农业科学, 2020, 48(1): 213-215, 233.
- [3]吴毅, 何林飞, 刘常凯, 等. 固相萃取-高效液相色谱法同时测定糕点中 13 种添加剂的研究[J]. 中国食品添加剂, 2019, 11: 166-172.
- [4]刘斯琪. 高效液相色谱法同时测定食品中纳他霉素和脱氢乙酸的含量[J]. 中国测试, 2019, 45(11): 66-71.

- [5]宿书芳,丁一,戴琨,等. 高效液相色谱-二极管阵列检测器同时测定糕点中糖精钠和脱氢乙酸的方法研究[J]. 中国食品添加剂, 2019, 8: 126-131.
- [6]赵欣,李强. 高效液相色谱法测定面包、饼干等烘焙类食品中的脱氢乙酸[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(13): 3464-3468.
- [7]邓迎春,徐晓楠,郭旭光,等. 高效液相色谱法同时测定食品中安赛蜜、苯甲酸(钠)、山梨酸(钾)、脱氢乙酸(钠)和糖精钠[J]. 中国卫生检验杂志, 2020, 30(8): 918-921.
- [8]GB 5009.121-2016 食品安全国家标准 食品中脱氢乙酸的测定[S]. 中华人民共和国国家标准, 2016.

基金项目:大连市食品协会基金资助项目(K20190517031413).

作者简介:赵宇明(1977-),男,汉族,理学硕士,高级工程师,主要从事食品检测与方法研究。通信作者。