

食品分析法

钱二毅 赵国君 译

上海科学普及出版社

食品分析法

钱 毅 赵国君 译

上海科学普及出版社

内 容 简 介

本书收集了北欧食品分析委员会 (Nordisk Metodikkommitté för Livsmedel) 公布的有关食品分析方法, 共110个。这是一套比较完整的食品分析方法, 其中包括食品的一般化学分析法(如酸值、碘值、水份、灰分、含氮量等)、添加剂分析法(如防腐剂、抗氧剂、色素、甜味剂等)、微量元素分析法(如锌、铜、镉、铅、砷等)、有害组分及毒素检出法(如苯并芘、亚硝酸盐、甲基汞、黄曲霉毒素、肉毒素等), 以及各种微生物检验方法(如肉毒芽胞杆菌、小肠结肠炎耶尔森氏杆菌、空肠/结肠弯曲菌、产气荚膜杆菌等)。方法均系该委员会的标准方法, 公布时间有些较近, 有些较早, 但经多次修订(所收集到的是1988年的修订本)均是现行检测方法, 内容丰富, 实用性强。本书可供广大食品检验人员、从事进出口食品检验人员、食品科研人员和有关院校师生参考。

责任编辑 夏龙年

E682/32

食品分析法

钱毅 赵国君 译

上海科学普及出版社出版

(上海曹杨路500号 邮政编码200063)

新华书店上海发行所发行

上海译文印刷厂印刷

开本 787×1092 1/16 印张22.25 字数 537000

1990年11月第1版 1990年11月第1次印刷

印数 1—1800

ISBN 7-5427-0326-9/TS·25 定价: 30.00元

前 言

随着我国经济建设和对外贸易的发展,每年均有大量食品需要进行检验。食品这类商品不同于其他商品,与人民健康有着密切的关系,不论出口和进口以及国内流通都需要对其品质、安全、卫生进行严格的检验,以确保消费者的安全 and 健康,有利于我国的经济建设和对外贸易的发展。

在国内,能看到的国外食品检验方法很多,但对北欧国家的有关检验方法了解较少。本书所收集到的是一套北欧国家常用的食品分析方法。从这些方法的内容来看,有不少独到的经验,可资借鉴,以补充常见国际标准之不足。因此,将其编译成中文,供国内广大食品检验和科研人员了解北欧国家的食品检验技术和要求,对做好本身工作有所帮助。

本书每文题首右上角方法编号均与原北欧食品分析委员会的编号(即NMKL编号),编号后为公布年份。编译时尽可能符合原文,即使在格式上由于原文也各不相同,编译时不尽作统一。其中的缺号(11、12、15、16、17、22、24、25、29、35、36、42、62、65、83、85、87)均为不用的方法,故略。

本书在编译过程中,得到吴传熙,邓翀两位高级工程师的校阅,以及上海进出口商品检验局有关技术人员的协助,特此致谢。

译编中谬误之处在所难免,谨希读者提出宝贵意见。

译 者

一九八九年五月

目 录

编号	年份	方法名称	
1	1950	硼酸(H_3BO_3)的测定	1
2	1979	苯甲酸(C_6H_5COOH)的测定	3
3	1968	水杨酸($C_6H_4OHCOOH$)的测定	9
4	1962	化学方法检测杯、碟和盆的不清洁度	14
5	1987	用棉球擦抹法或平板接触法测定接触食品的餐具上的细菌总数	15
6	1976	食品和饲料中氮的凯氏测定法	18
7	1987	谷物和面粉中灰分的测定	21
8	1966	甲酸($HCOOH$)测定法	22
9	1953	牛奶的还原试验	25
10	1977	牛奶、奶油、炼乳和奶粉中脂肪的重量测定法	27
		(11、12略)	
13	1977	谷物及某些谷物制品中的水分测定法	30
14	1953	面包中水分测定法	32
		(15、16、17略)	
18	1970	食品中亚硫酸(SO_2)测定法	33
19	1955	钙化合物及加入钙化合物的谷物中氟的测定法	35
20	1982	黄油的微生物学检查法	42
21	1955	谷物中钙的测定法	45
		(22略)	
23	1974	肉及肉类制品中水分及灰分的测定法	47
		(24、25略)	
26	1985	磷酸酶活度的测定——牛奶、奶油及乳清经巴氏灭菌处理后	49
27	1982	用平皿计数法测定牛奶、奶油及冰淇淋产品中总平皿计数	52
28	1958	番茄酱中总固体物的重量分析测定法	54
		(29略)	
30	1958	食品中铜的测定法	55
31	1959	水溶性合成色素的分离和鉴定	58
32	1959	油溶性合成色素的分离和鉴定	60
33	1981	糖的纸上色谱鉴定法	63
34	1974	谷物、碾磨制品和淀粉制品的取样方法	65
		(35、36略)	
37	1961	食品中防腐剂的非特征性定性试验法——发酵试验法	74
38	1975	脂肪的酸价测定法	76

39	1972	脂肪的碘价测定法——韦氏法(Wij's Method)	77
40	1961	牛奶中脂肪的测定——葛氏法(Gerber Method)	79
41	1961	饮料、果汁和柑桔酱中有机氯的测定	80
(42略)			
43	1962	纯水溶液中单糖和二糖的测定	86
44	1975	食品中大肠菌的测定	93
45	1962	纯脂肪、黄油和人造黄油中过氧化值的测定	95
46	1962	食品中铅的测定	98
47	1963	灭菌罐头食品的贮存质量的测定法	101
48	1963	对羟基苯甲酸酯类的测定	106
49	1963	亚硝酸盐的测定	109
		一、非特征性的常规滴定法以测定《亚硝酸盐》和《亚硝石》中亚硝酸盐	109
		二、《亚硝酸盐》和《亚硝石》以及肉、鱼和盐水中亚硝酸盐的测定	111
50	1963	脂肪中抗氧化剂BHA(3-特丁基-4-羟基苯甲醚)和BHT(3,5-二特丁基-4-羟基甲苯)的定量测定	114
51	1963	食品中镉的测定	117
52	1984	肉制品中淀粉的测定	120
53	1964	测定糖用的萃取液的制备和净化	122
54	1964	食品中甲醛的测定	124
55	1980	罐装水果和蔬菜的净内容物和滴干重的测定	128
56	1980	食品中能还原亚硫酸盐的梭菌数的测定	129
57	1965	食品中总磷量的测定	131
58	1965	食品中锌的测定	133
59	1978	完全防腐罐头食品的微生物学的检查	137
60	1987	防腐剂的薄层色谱检测法(建议方法)	141
61	1972	山梨酸的测定——硫代巴比土酸法(TBA法)	144
(62略)			
63	1967	草酸的测定	147
64	1967	罐装甘蓝和菠菜的固体物的测定	150
(65)略			
66	1980	金黄色葡萄球菌的测定	151
67	1982	食品中蜡样芽胞杆菌的测定	154
68	1978	食品中粪链球菌的测定	157
69	1969	抗氧剂DPPD(N',N'-二苯基对苯二胺)的测定	159
70	1969	番茄酱中可溶干燥物质的折光测定法	162
71	1985	食品中沙门氏细菌的检定	163
72	1970	柑橘类水果、柑橘类果酱以及苹果和梨子中联苯的测定	168
73	1970	柑橘类水果、柑橘类果酱以及苹果和梨子中邻苯基酚的测定	171
74	1970	嗜冷菌的测定——平皿计数法	174

75	1970	嗜冷菌的测定——冷藏时细菌生长速度测量法	177
76	1970	肉制品中缩合磷酸盐(多聚磷酸盐)的鉴定——纸上色谱法	179
77	1970	谷类及谷类制品中 α -淀粉酶活度的测定	181
78	1970	牛奶巧克力中乳糖的测定	185
79	1979	食品和血清中肉毒杆菌毒素的测定	186
80	1979	食品中肉毒梭状芽胞杆菌的检定	189
81	1986	普通淡菜和其他双壳类动物中的麻痹性蛤蚌毒素(PSP)的生物学的测定	193
82	1972	鱼肉中甲基汞化合物的测定	200
		(83略)	
84	1984	脂肪中倍酸正十二烷酯(DG)、倍酸正辛酯(OG)、倍酸正丙酯(PG)及去甲二氢愈创木酸(NDGA)的检定——薄层色谱法	203
		(85略)	
86	1986	肉与肉制品中嗜氧菌的计数(于30°C)	205
		(87略)	
88	1974	肉和肉制品中脂肪的测定——SBR (Schmid-Bondzynski-Ratslaff) 法	208
89	1974	肉和肉制品中氯化物的测定	210
90	1975	花生与花生制品中黄曲霉毒素的测定	212
91	1975	细菌检验(深层感染和表层感染)前固体食品的预处理	214
92	1976	番茄制品中霉菌数的测定	216
93	1978	肉制品经水解后葡萄糖总量的测定	217
94	1979	重金属的萃取——特别从搪瓷制品和上釉陶瓷制品中	219
95	1985	食品中产气荚膜杆菌的测定	222
96	1980	新鲜和冰冻鱼及鱼制品的细菌学的检验	226
97	1982	食品中副溶血性弧菌的检定	230
98	1987	食品中霉菌的测定	237
99	1981	鱼肉中组胺的测定	240
100	1982	肉制品、盐水和盐混合物中亚硝酸盐和硝酸盐的测定	243
101	1982	黄曲霉毒素微柱检测法	250
102	1984	软饮料中糖精、环己基氨基磺酸盐、己六醇的检测法	253
103	1984	食品中苯甲酸和山梨酸的气相色谱定量测定法	255
104	1984	聚酰胺丝湿度计法测定水活度	259
105	1984	预培养法测定食品中大肠菌	261
106	1984	薄层色谱法测定大麦中棕曲霉毒素	264
107	1984	牛奶和奶油的滴定酸度的测定(常规法)	269
108	1984	牛奶和奶制品中灰分的测定	271
109	1984	银盐滴定法测定牛奶、奶油、防腐奶中的氯化物	274
110	1984	牛奶和奶制品中总固体物(及水分)的测定——重量法	276

111	1985	牛奶和奶制品中叶酸盐的生物学活性——干酪乳杆菌的细菌学测定法···	280
112	1985	钼蓝比色法测定食品 and 食品添加剂中的砷·····	286
113	1985	络合滴定法测定钙和镁·····	290
114	1985	水溶性合成色素的分离和测定·····	294
115	1985	食品中锡总量的定量测定——柞精分光光度测定法·····	301
116	1985	食品中铁的光度测定法·····	306
117	1987	食品中小肠结肠炎耶尔森氏杆菌的检定·····	309
118	1986	组胺——薄层色谱筛选法·····	316
119	1986	食品中空肠/结肠弯曲菌的检定·····	318
120	1986	烟熏制品中苯并(α)芘的荧光分光光度测定法·····	323
121	1987	细菌学方法检定从屠宰动物的肾和肌肉中的抗菌物质·····	326
122	1987	饮料和糖果中糖精的液相色谱测定法·····	329
123	1987	食品中环己烷氨基磺酸盐的分光光度测定法·····	332
124	1987	苯甲酸、山梨酸、对羟基苯甲酸酯液相色谱测定法·····	334
125	1987	经预培养后食品中耐热性大肠菌群的测定·····	338
126	1988	水果和蔬菜中锡的原子吸收测定法·····	342
127	1988	羟基脯氨酸的比色测定作为肉和肉制品中胶原蛋白的测量·····	344

硼酸(H_3BO_3)的测定

1. 定性试验

1.1 姜黄酸试验法

原理

硼酸或硼酸盐的盐酸浸出液能使姜黄试纸呈显特征性红色或橙色，以氢氧化铵湿润即转为蓝绿色，加盐酸又转为红色。

试剂

姜黄试纸：当浸入pH9.0溶液(8.50mL0.05mol硼酸钠+1.5mL0.1N盐酸)中呈净棕色。

盐酸溶液：2N。

氢氧化铵溶液：6N。

氢氧化钠溶液：2N。

操作程序

固体需切碎并于研钵中研匀。取20g试样(液体试样取20mL)，于铂金皿中，加氢氧化钠溶液，搅拌，至酚酞指示剂呈明显碱性。

将铂金皿中混合物在石棉板上以小火烘干，然后于600°C左右灰化完全。

所得灰分以10mL沸水浸出，溶液滤入一小瓷皿中。加入2滴甲基橙指示剂，然后通过吸移管滴入盐酸溶液至呈稳定红色，最后再多加3滴。

取一片姜黄试纸，使其一半浸入上述盐酸溶液中，取出，放在10cm表玻璃上于60—70°C干燥之。

如试样含有硼酸或硼酸盐，试纸即呈红色或橙色，以氢氧化铵溶液湿润之，即转为蓝绿色。

2. 定量测定

2.1 酸量滴定法

原理

硼酸为一弱无机酸，与甘油、甘露糖醇或其他含有羟基的有机物形成络合物，由此而增加的酸度能用滴定法测定之。

试剂

氢氧化钠溶液：2N。

盐酸溶液：2N。

石灰乳液：将5g水倒入10g氧化钙中，俟混合物沉积成白色细粉状后，再加入20mL水，搅匀。

氯化钙($\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)。

石油醚：40—60°C馏分。

甘露糖醇：中和至酚酞(溶2g甘露糖醇于水中，加2滴酚酞指示剂。测定中和所需0.2N NaOH量，在最后滴定硼酸时需扣除。一般甘露糖醇呈中性反应)。

操作程序

称取10—100g试样(按试样性质和预计硼酸含量多寡而定)，置于铂金皿中。加入2滴酚酞指示剂，以氢氧化钠溶液中和至呈明显碱性。如需要，可加少许水使混合均匀。

将混合物于石棉板上小火烘干，然后在600℃左右灼烧成灰。

以10mL沸水浸出，浸出液滤入100mL容量瓶中，再以10mL沸水冲洗。将滤液重新转移到铂金皿中，加以足够石灰乳液使混合物呈碱性。小心于小火上烘干，然后于600℃左右灼烧成灰。

于灰分中加10mL水，煮沸，加入足量盐酸溶液，浸出液用小滤纸滤入容量瓶中，再以10mL水冲洗铂金皿及滤纸。于容量瓶内的溶液中加入2滴甲基橙指示剂并用吸移管滴加盐酸使呈明显酸性。然后加0.5g氯化钙及2滴酚酞指示剂，接着用吸移管滴加氢氧化钠溶液至呈稳定红色。

多加2mL氢氧化钠溶液，以水稀释至标线。

振摇后静置几分钟，以干滤纸过滤。弃去初滤出几毫升滤液，准确取出50mL滤液。

于所取出的50mL滤液中加盐酸溶液至酚酞所显红色消失。加入2滴甲基橙指示剂，再加盐酸溶液至黄色转为红色。煮沸以驱除二氧化碳。冷却，滴加0.2N氢氧化钠溶液直至溶液刚转为黄色。加入2g甘露糖醇及2滴酚酞指示剂，最后以0.2N氢氧化钠溶液滴定至黄色转为红色。

再加1g甘露糖醇，如红色消失，再以氢氧化钠溶液滴定至红色重新出现。继续加甘露糖醇及氢氧化钠溶液直至红色不褪为止。

1mL 0.2N氢氧化钠溶液=0.0124g无水硼酸。

注意：如试样含有较多脂肪致使在烘干时析出，可加碱至酚酞显碱性，于铂金皿中干燥，研细，以石油醚抽浸使脂肪尽可能被浸出。残渣经过滤、干燥，以氢氧化钠处理，灰化，以下操作如前所述。

3. 奶油、人造奶油及其他脂肪中硼酸的测定

称取100g试样，置于具有紧密塞子的300mL锥形烧瓶中，加入100mL沸水，接着加入0.2N氢氧化钠溶液使酚酞呈碱性反应。将混合物剧烈振摇1—2分钟。

冷却，将水层倾离固体脂肪，再以50mL沸水冲洗。于水层中加入2mL 0.2N氢氧化钠溶液，在铂金皿中蒸干，于600℃左右灰化，直至以水煮沸所得溶液呈无色为止。取得灰分后的继续处理如上法所述。

苯甲酸(C_6H_5COOH)的测定

1. 适用范围

本方法提供三个苯甲酸定性分析法及一个薄层色谱法的出处——参见本书编号60方法。另外提供一个用重量法或滴定法定量测苯甲酸的方法。此法并不是一个特效方法。因为在抽提食品试样中苯甲酸时，其他化合物也被乙醚所抽提，使重量法或滴定法受到干扰。如精确测定苯甲酸，建议用气相色谱法。

2. 定性分析法

2.1 原理

试样经制备后，苯甲酸在酸性溶液中以乙醚抽提。抽提液中苯甲酸可按三个化学方法、一个色谱法检测之。

2.2 试剂

所用试剂必须是分析纯级。

- a. 氯化钙，无水($CaCl_2$)。
 - b. 乙醚。
 - c. 弗林氏溶液I：溶69.278g硫酸铜($CuSO_4 \cdot 5H_2O$)于1L水中。
 - d. 石灰乳液：于10g氧化钙(CaO)中倾入5mL水，俟分解成细粉状后加40mL水，搅匀。
 - e. 石蕊试纸。
 - f. 甲基橙指示剂：溶0.1g甲基橙于100mL水中。
 - g. 氯化钠($NaCl$)。
 - h. 氢氧化钠溶液：2mol/L。溶8g氢氧化钠($NaOH$)于水中并稀释至100mL。
 - i. 氢氧化钠溶液：0.5mol/L。溶2g氢氧化钠($NaOH$)于水中并稀释至100mL。
 - j. 氢氧化钠溶液：0.1mol/L。溶4g氢氧化钠($NaOH$)于水中并稀释至1L。
 - k. 石油醚：40—60°C馏份。
 - l. 酚酞指示剂：溶1g酚酞于100mL96%酒精中。
 - m. 硫酸：约2mol/L。将56mL浓硫酸(比重1.84)小心倾入444mL水中。
- 其他试剂见下述各方法中。

2.3 仪器

- a. 锥形烧瓶，300mL，500mL。
- b. 碎肉机，附有2mm多孔网格。
- c. 容量瓶，500mL。
- d. 吸移管，100mL。
- e. 瓷研钵，500mL。
- f. 瓷皿，300mL。
- g. 分液漏斗，250mL。

2.4 试样制备

2.4.1 不含酒精液体(果汁、牛奶等)

取100mL试样,放入分液漏斗中,加2滴甲基橙指示剂,用吸移管滴加硫酸(2mol/L)使酸化并多加5mL。

加入50mL乙醚,剧烈振摇。如静置后仍呈乳浊液,可加10mL石油醚或加5g氯化钠,再小心振摇使盐溶解。

乙醚萃取液的进一步处理见2.4.6。

2.4.2 含酒精液体

用吸移管取100mL试样,置入瓷皿中。通过吸移管滴加氢氧化钠(2mol/L)至石蕊试纸呈碱性。微火蒸发至体积为30—40mL或至酒精驱尽。

用硫酸(2mol/L)中和至石蕊试纸呈中性,再多加5mL。全部移入分液漏斗,用乙醚萃取如2.4.1。

乙醚萃取液的进一步处理见2.4.6。

2.4.3 果酱、果子冻等

取100g试样与50—100mL热水,在瓷皿中研混,加入3g已溶于少量水中的氯化钙,然后滴加氢氧化钠(2mol/L)使溶液对石蕊试纸呈明显碱性。

搅拌,盖以表玻璃,任其静置不少于二小时。过滤,以硫酸(2mol/L)中和滤液至石蕊试纸呈中性,并多加5mL。将试液全部移入分液漏斗,用乙醚萃取如2.4.1。

乙醚萃取液的进一步处理见2.4.6。

2.4.4 肉、鱼、香肠等。

置试样于碎肉机中研磨。取50—100g(按试样稠度而定),与250mL水,在研钵中研混。将混合物移入500mL锥形烧瓶中,加入氯化钠,按每100mL液体加30g量加入。

俟盐溶解后,加石灰乳液使混合物对石蕊试纸呈碱性。放置不少于两小时,过滤。加硫酸(2mol/L)于滤液至石蕊试纸呈中性,并多加5mL。将液体移入分液漏斗,用乙醚萃取如2.4.1。

乙醚萃取液的进一步处理见2.4.6。

2.4.5 奶油、人造奶油及其他脂肪物质

称取50g试样,置入300mL具有紧密塞子的锥形烧瓶中,加入100mL沸水和5滴酚酞指示剂。滴加氢氧化钠(0.1mol/L)使呈碱性,剧烈振摇1—2分钟,任其静置、冷却。

当乳浊液分层后,倾出水层,置于500mL容量瓶中。以50mL沸水洗涤脂肪,冷却分层后倾出水层,置入同一容量瓶中。加入10mL弗林氏溶液I,以氢氧化钠溶液(0.5mol/L)使试液对石蕊试纸呈微碱性(一般5mL氢氧化钠溶液足够)。用水稀释至容量瓶标线,摇匀,过滤。

取100mL滤液,加硫酸(2mol/L)至石蕊试纸呈中性,并多加5mL。将液体移入分液漏斗,用乙醚萃取如2.4.1。

乙醚萃取液的进一步处理见2.4.6。

2.4.6 乙醚萃取液的进一步处理

将澄清乙醚萃取液于水浴锅上小心蒸发,最后于室温、流通空气下蒸干。

用沸水(10mL或更多一些)溶解残渣。如有脂肪物析出,用一润湿小滤纸过滤。滤液收集于试管中。

2.5 定性试验

2.5.1 氯化铁试验法

原理

苯甲酸与氯化铁反应成黄棕色苯甲酸铁。

试剂

所用试剂必须是分析纯级。

a. 氢氧化铵溶液：约6mol/L。以水稀释45mL氢氧化铵(比重0.91)至100mL。

b. 氯化铁溶液：中性。溶0.5g氯化铁(FeCl_3)于水中，配成100mL溶液。

操作程序

于5mL水溶液中加入微过量氢氧化铵溶液(6mol/L)，置水浴锅上蒸干。溶解残渣于几毫升热水中，加入2滴氯化铁溶液，如苯甲酸存在，黄棕色苯甲酸铁沉淀即出现。

2.5.2 改进莫氏反应(Mohler's Reaction)法

原理

在酸性溶液中苯甲酸与硝酸钾反应生成二硝基苯甲酸，再以硫化钠还原成硝氨基或二氨基苯甲酸，它具有鲜艳的红棕色。

试剂

所用试剂必须是分析纯级。

a. 氢氧化铵溶液：约6mol/L。以水将45mL氢氧化铵(比重0.91)稀释至100mL。

b. 硝酸钾(KNO_3)。

c. 石蕊试纸。

d. 氢氧化钠溶液：2mol/L。溶8g氢氧化钠(NaOH)于水中，并稀至100mL。

e. 硫化钠溶液：无色。溶1g硫化钠($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$)于水中，并稀至10mL。

f. 浓硫酸：比重1.84。

操作程序

取5mL试液(水溶液)，加氢氧化钠溶液(2mol/L)使石蕊试纸呈碱性。蒸发至干。于残渣中加入一粒硝酸钾(约0.1g)及1mL浓硫酸，于甘油浴锅加热10min。加热温度不低于120℃，不高于130℃。

冷却，加1mL水及氢氧化铵溶液(6mol/L)，使溶液对石蕊试纸呈明显碱性。煮沸，以分解可能存在的亚硝酸铵。

将液体冷却，倾入一细试管中。仔细地加入一滴硫化钠溶液，勿使液层振动。如液体中含有苯甲酸，一红棕色圈即出现。

振摇后，红棕色圈被破坏，经加热液体转为绿黄色。

肉桂酸及水杨酸也能生成有色化合物，但经加热色不变。

2.5.3 过氧化氢氧化、氯化铁测试法

原理

过氧化氢氧化苯甲酸成水杨酸，水杨酸与氯化铁产生强蓝紫色。

试剂

所用试剂必须是分析纯级。

a. 过氧化氢溶液：3%，不含硫酸。

b. 氯化铁溶液：中性。溶0.5g氯化铁(FeCl_3)于水中，稀释至100mL。

操作程序

于1—2mL试液中加入2滴过氧化氢溶液(3%)和5滴氯化铁溶液。如有甲苯酸存在，溶液在一段时间内(一般15—20min)呈显蓝紫色。继续放置色褪去。

2.5.4 色谱检测法

参见方法编号60〔防腐剂的薄层色谱层检测法(建议方法)〕。

3. 定量测定法

参阅第1节中说明。

3.1 原理

试样经前处理后，用乙醚萃取苯甲酸。于乙醚浸出物中加1mL水和足够的石油醚，使浸出物溶解。

在分液漏斗中振摇后，将水层定量地分离掉。将石油醚层蒸发，所得残渣称重并滴定之。

如试样除苯甲酸外还含有山梨酸，后者将被一起测定进去。遇此情况，先按下法测定苯甲酸和山梨酸的总量，然后按方法编号61(山梨酸的测定——硫代巴比土酸法)测定山梨酸量而扣除之。

3.2 试剂

所用试剂必须是分析纯级。

a. 乙醚。

b. 弗林氏溶液I：溶69.278g硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)于水中并稀释至1L。

c. 石灰乳液：于10g氧化钙(CaO)中倾入5mL水，俟混合物分解成细粉状后，加40mL水搅匀。

d. 石蕊试纸。

e. 甲基橙指示剂：溶0.1g甲基橙于100mL水中。

f. 氯化钠(NaCl)。

g. 氯化钠溶液：溶30g氯化钠于水中并稀释至100mL。

h. 氢氧化钠溶液：0.5 mol/L。溶2g氢氧化钠(NaOH)于水中并稀释至100mL。

i. 氢氧化钠溶液：滴定用，0.1 mol/L。溶4.000g氢氧化钠(NaOH)于水中并稀释至1000 mL，测定其滴定度。

j. 石油醚：40—60°C馏份。

k. 酚酞指示剂：溶1g酚酞于100mL96%酒精中。

l. 硫酸：约2mol/L。将56mL浓硫酸(比重1.84)小心倾入444mL水中。

3.3 仪器

a. 锥形烧瓶，100mL，250mL。

b. 滤纸，如Schleiche & Schüll 589²。

c. 碎肉机，附有2mm多孔网格。

d. 容量瓶，250mL，500mL。

e. 瓷研钵，500mL。

f. 瓷皿，300mL。

g. 分液漏斗, 250mL。

h. 硫酸干燥器。

3.4 试样制备

3.4.1. 果汁、牛奶、果酱、果子冻等

取50g试样, 置于研钵中, 与50mL水一起研磨, 用水将混合物冲洗入250mL容量瓶中。加30g氯化钠, 振摇, 使盐溶解。

加石灰乳液至石蕊试纸呈明显碱性, 加氯化钠溶液(g)至标线。混匀, 放置至少两小时, 过滤。

3.4.2 含酒精液体

以吸移管取50mL试样, 置于瓷皿中, 加石灰乳液至石蕊试纸呈明显碱性。

微火蒸发至体积为20—30mL或至酒精驱尽。如溶液不呈碱性, 需加入更多石灰乳液直至呈碱性。

冷却, 以水稀释至约100mL。加入30g氯化钠, 搅拌使溶解。以氯化钠溶液(g)将溶液冲洗入250mL容量瓶中, 并加此氯化钠溶液至标线。混匀, 放置至少两小时, 过滤。

3.4.3 肉、鱼、香肠等

置试样于碎肉机中研磨。称取50g, 置于研钵中, 与150mL水一起研磨。将混合物移入500mL容量瓶中, 加石灰乳液至石蕊试纸呈明显碱性, 以水稀释至标线。

放置至少两小时, 过滤。取300mL滤液, 置于500mL容量瓶中, 加90g氯化钠, 振摇, 使盐溶解, 以氯化钠溶液(g)充至标线。振摇, 放置至少两小时, 过滤。

3.4.4 黄油、人造黄油及其他脂肪物质

称取50g试样, 置于300mL具有紧密塞子的锥形烧瓶中, 加入100mL沸水和5滴酚酞指示剂。滴加氢氧化钠溶液(i)至呈明显碱性, 剧烈振摇1—2分钟, 放置冷却。

当乳浊液分层后, 倾出水层使与脂肪分离, 置于500mL容量瓶中。以50mL沸水洗涤脂肪, 冷却、分层后, 将水层倾入容量瓶中。

加入10mL弗林氏溶液I(b)于混合水层中, 以氢氧化钠溶液(h)中和至石蕊试纸呈微碱性(一般5mL氢氧化钠溶液已够)。以水稀释至容量瓶标线, 摇匀, 过滤。

3.5 操作程序

重量法和滴定法两种都可用来测定。

3.5.1 重量分析法

用吸移管取100mL从3.4.1或3.4.2节所得滤液, 或200mL从3.4.3或3.4.4节所得滤液, 置于分液漏斗中, 加两滴甲基橙指示剂, 滴加硫酸(l)至呈明显酸性, 并多加5mL, 最后加50—100mL乙醚。小心摇动, 主要用旋转方式以防止产生乳化液。放置使分层。将乙醚层移入锥形烧瓶中, 微热蒸去乙醚。分液漏斗中的水层再以3份50—100mL乙醚摇动、提取。

如产生乳浊液而又不宜分层时, 可加10—20mL石油醚(j), 小心摇动、静置。如仍留有一小部分乳浊液, 可将其移入另一小分液漏斗中, 以等量混和的乙醚和石油醚混合液分数次振摇, 并入已收集的乙醚液中。

将合并的乙醚提取液于低温蒸发, 必要时在空气流中蒸发。于残渣中加入1—3mL水及一定量石油醚(50—70mL), 旋转烧瓶, 使残渣与水及石油醚都能接触到并使之溶解。将水和石油醚层移入分液漏斗中, 以石油醚分数次洗涤烧瓶, 并将洗液并入分液漏斗中。烧瓶上

留有的不溶薄膜系试样中其他杂质。

放出分液漏斗中的水层，以卷紧的滤纸揩去漏斗颈中留有的水滴，将石油醚层经过滤纸放入一已恒定重量的100mL锥形烧瓶中，以石油醚分数次洗涤分液漏斗及滤纸。蒸去石油醚，最后在空气流中使其驱尽。置于硫酸干燥器中，30分钟后称定其重量。

如试样不含山梨酸，所求得重量即可作为苯甲酸含量。

3.5.2 滴定分析法

将重量分析法所得石油醚浸出物溶于10mL水中，加两滴酚酞指示剂，以0.1mol/L氢氧化钠溶液(i)滴定之。

如浸出物中不含山梨酸仅含苯甲酸，则每毫升0.1000mol/L氢氧化钠相当于0.0122g苯甲酸。

3.6 山梨酸含量的校正

如试样除苯甲酸外还含有山梨酸，可按下列方法进行校正。

测定苯甲酸和山梨酸含量。另按同样方法制备一份经干燥、称重的石油醚浸出物。将后者溶于一定量乙醚中(50—100mL)，然后按方法编号61(山梨酸的测定——硫代巴比土酸法)测定溶液中山梨酸量。

苯甲酸加山梨酸的含量与山梨酸量之间的差，即为苯甲酸含量。

3.7 结果表达

参考第1节说明，结果作如下报告：

“苯甲酸含量少于……”

水杨酸($C_6H_4OHCOOH$)的测定

1. 定性分析

1.1 原理

试样经制备后, 于酸性溶液中水杨酸用乙醚萃取。乙醚萃取液中水杨酸使与氯化铁反应测定之或用色谱法测定之。

1.2. 试样制备

1.2.1 仪器

- a. 锥形烧瓶, 300mL, 500mL。
- b. 碎肉机, 附有2mm多孔网格。
- c. 容量瓶, 500mL。
- d. 吸移管, 100mL。
- e. 瓷研钵, 500mL。
- f. 瓷皿, 300mL。
- g. 分液漏斗, 250mL。

1.2.2 试剂

所用试剂必须是分析纯级。

- a. 氯化钙, 无水($CaCl_2$)。
- b. 硫酸铜溶液(弗林氏溶液 I)。溶69.278g硫酸铜($CuSO_4 \cdot 5H_2O$)于水中并稀释至1L。
- c. 乙醚。
- d. 石灰乳液。于10g氧化钙(CaO)中倾入5mL水, 使混合物沉积成细粉状后, 拌入40mL水。

e. 石蕊试纸。

f. 氯化钠($NaCl$)。

g. 氢氧化钠溶液, 约4N。溶16g氢氧化钠($NaOH$)于水中并稀释至100mL。

h. 氢氧化钠溶液, 0.5N。溶2g氢氧化钠($NaOH$)于水中并稀释至100mL。

i. 氢氧化钠溶液, 0.1N。溶4g氢氧化钠($NaOH$)于水中并稀释至1L。

j. 酚酞指示剂。溶1g酚酞于100mL乙醇(96%)中。

k. 硫酸, 约4N。将55mL浓硫酸(比重1.84)小心倾入445mL水中。

1.2.3 不含酒精液体(果汁等)

取100mL试样, 置于分液漏斗(g)中。液体必须对石蕊试纸呈酸性, 如不是这样, 加硫酸(K)至石蕊试纸呈中性, 并多加2mL。然后加50mL乙醚, 剧烈振摇。

(如形成乳浊液, 且经静置而不分层, 可加10mL石油醚(沸点低于60°C), 用离心法使分层; 或加5g氯化钠, 轻轻摇动使盐溶解)。

分出澄清乙醚层。