

食品中添加剂 的分析方法

SHIPINZHONG
TIANJIAJIDE
FENXIFANGFA

日本厚生省环境卫生局
食品化学课编



中国标准出版社

食品中添加剂的分析方法

日本厚生省环境卫生局食品化学课编

马家骧、高鹤娟、戴滢等译

中国标准出版社

食品中の食品添加物分析法

厚生省環境衛生局食品化学課 編

食品中添加剤の分析方法

日本厚生省環境衛生局食品化学課編

馬家驥、高鶴娟、戴滢等譯

•
中国标准出版社出版

(北京复外三里河)

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

•
开本 850×1168 1/32 印张 21 字数 591 000

1988 年 2 月第一版 1988 年 2 月第一次印刷

印数 1—3331 定价 6.95 元

•
ISBN7-5066-0002-1/TS·000

科技新书目

164—211

内 容 提 要

本书系统地介绍了食品添加剂分析检验的一般规则、采样方法和分析方法。

全书由 11 章组成, 主要包括无机化合物、有机酸类、高级脂肪酸化合物、芳香族化合物、糖类衍生物、维生素类、氨基酸类、核酸类、着色剂和高分子化合物等 112 种食品添加剂的分析方法。本书对食品添加剂一般常用的分析方法和较新的仪器分析方法以及使用方法、使用量、使用范围都作了介绍。

本书可供食品科研、生产部门、食品卫生监督检验系统的有关人员以及大专院校有关专业的师生参考。

译 者 的 话

随着我国经济政策的改革,人民生活水平不断提高,食品工业日益发展,品种趋向多样化,消费者对食品质量的要求也越来越高。为了提高食品质量,各种食品添加剂的使用逐渐增多,各类增强营养的强化食品也大量出现。由于《中华人民共和国食品卫生法(试行)》的贯彻实施,为了完成食品卫生监督检查工作的任务,需要具有可靠的分析手段。

本书是由日本厚生省环境卫生局食品化学课编写,准备作为食品中添加剂统一标准分析方法。所刊载的方法尽可能采用新的技术,各项方法均经过实际验证,并附有较详尽的说明和注解。本书对于我国从事食品卫生监督检查人员和食品生产部门的质量管理人员有一定的参考价值。

由于译者专业水平所限,错译之处希读者批评指正。

译 者

前 言

在食品卫生法中,指定了食品添加剂并规定了质量标准。在食品中,如果使用一定量的食品添加剂,根据计算就可以推测其含量。但是,食品添加剂是否在食品中均匀分布,则有检查的必要。另外,有的食品添加剂被限制在某些食品中使用,或规定了使用的限量,这对于食品制造业、销售业或担当进出口检验任务的第三者来说,需要经常进行这方面的分析。

食品中添加剂的分析有不同的目的,目前的分析方法也有多种,所得到的测定值也常常是不一致的。因此,希望有一个统一的原则、统一的分析方法。

在分析技术日益发展的今天,食品添加剂的分析方法多种多样。由于仪器的普及程度、实验者的操作经验以及熟练程度等的差异,在评价这些分析方法时,很难明确地肯定哪个方法更好。近年来仪器分析的迅速发展,经常有所谓更迅速、更准确的分析技术出现。

判断分析结果是否合格或在当事者的分析结果由第三者仲裁时,不仅要求分析方法的统一,而且要考虑分析技术的提高。因此,包括物质的质量规格检查在内与行政管理有关的分析技术,除了公布一定的分析方法外,也应考虑到经过一定时间可全面修改的方法。

在执行食品卫生法时,我们有必要对食品中的添加剂制定统一的分析方法。所以,从1981年到1982年,我们就编写了统一的分析方法,曾与有关方面进行了三次磋商。为了使实验者方便,我们又编写了与实际操作和分析方法有关的注解和说明。

行政管理部门与各地方政府进行了联系,希望将此书作为法定分析方法而使用。但是,这次编写不单纯以过去的方法为基础,为长远考虑,也收集了目前尚未普及的离子色谱、高压液相色谱等方法。因此,本书的分析方法将作为未来的法定分析方法的基础。我们希望能

够收到关于本书的各种意见,使本书收集的方法提高所有。

关于分析方法的有关事项,叙述如下。

1. 有关食品添加剂的分析技术的文献,多数是来自各自自治体卫生研究所的研究成果,还有厚生省委托国立卫生试验所为中心的研究结果。此外,还有食品添加剂和食品制造业从产品的质量管理出发,研究的各种分析方法。

本书中各分析方法的原稿是在1979年10月至1981年3月由国立研究机构、食品添加剂和食品制造业提供的,并经与食品中添加剂分析方法有关的东部、西部委员会和东西合同委员会讨论和审查,最后由日本厚生省食品化学课和日本食品添加剂联合技术委员会组成的“统一编辑委员会”制定编写格式,对原稿进行必要的修改和整理。

2. 目前为止,尚未建立分析方法的食品添加剂有硅酮树脂、聚异丙烯、异抗坏血酸、羧基纤维素钠、羧基淀粉钠等大约40种物质,它们作为1981年度的分析方法的研究课题,委托国立卫生试验所大阪支所庆田雅洋食品部长,把以该部为中心的西部委员会会员研究的成果由该委员会讨论,再送编辑委员会审查,按规定的格式整理收载于本书。

3. 统一编辑委员会尽可能地在原稿格式上的相互统一、记述顺序、表示方法等方面做了工作,对下述几点进行了调整。

(1) 样品中食品添加剂的含量,必须在标准曲线的范围内,而且应使合乎标准添加量的样品溶液的测定值在标准曲线的中间值附近。

(2) 绘制标准曲线时,对例如气相色谱法的中间值,应设定条件使其峰高在记录纸的中间部分。

(3) 有时,将样品加入溶液中直接定容,过滤后即作为样品溶液。如果是不溶性样品,在溶液中占有一定容积,使溶液的容积变小,浓度增高。因此,加入1/100以上的固态样品时(例如油脂食品1g,加水成100ml),则应定量提取后定容。

(4) 用气相色谱法测定时,收载了用峰高比和面积比两种定

量方法，这两种方法对于某些特定食品，虽有很好的 consistency，但由于不同的食品对峰的干扰各不相同，可能影响保留时间及峰的形状，故统一以测定峰高为主。

(5) 标准液和标准曲线用标准液，分别在“标准液的配制”和“测定”项中叙述。测定时分取标准液作为标准曲线用标准液时，则记入“测定”项内，但并未完全统一。

(6) 标准曲线用标准液的配制方法有：依次取不同量标准液稀释至一定量及取一定量标准液稀释不同倍数两种方法。两法并无差别。

4. 下述各项，在本书中为了便于叙述，虽然规定了操作方法，但是，如一般规则第2项所述，不一定受本文记述方法的约束。

(1) 配制样品溶液时，虽然不同食品可选用效果较好的离心分离或过滤方法，但都是仅记述了一种方法。

(2) 需要靠实验者的化学常识来判断的“取适当量”及“正确稀释至适当浓度”等叙述，因为本书将来要作为法定分析方法，尽可能具体的详细叙述。

(3) 关于分析时的取样量，主要有“准确称取约 A g”及“准确称取相当 $A \sim B$ mg 的样品”两种。前者用于根据食品添加剂的使用常识来判断，取 A g 样品即足够用于定量分析；后者则用于标准曲线的直线关系在一定范围内时，希望样品溶液中的添加剂含量在一定范围之内。

5. 为了初步统一，对广泛采用的分析方法难以区别优劣时，将A、B两法均收载。将来作为法定方法时，则希望只有一种方法。今后，食品加工的进出口业务将急剧增加，贸易对方国的分析方法不同会带来贸易上的重复劳动。类似本书的分析方法，在欧洲尚未制定，在美国已有了AOAC (Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists)。因此，对于本书收集的分析方法，首先参照AOAC的方法，然后进行了研讨。

对于不同的分析方法，今后准备在日美两国间的行政交流会议上进行调整。

计划・编辑委员会 藤井正美

(厚生省食品化学课长)

马家骧 译

目 录

I	一般规则	(1)
II	一般采样方法	(7)
第一章 无机化合物		
1	亚氯酸钠	(11)
2	亚硝酸钠	(14)
3	氨及其盐类	(20)
4	过氧化氢	(24)
5	钙盐类	(31)
6	次氯酸及其盐类	(38)
7	溴酸钾	(44)
8	硝酸钾及硝酸钠	(52)
9	铁化合物	(62)
10	二氧化碳	(67)
11	镁盐类	(71)
12	明矾类	(75)
13	无水亚硫酸及亚硫酸盐类	(79)
14	磷酸及其盐类	(90)
15	焦磷酸盐类	(98)
16	聚磷酸盐类	(102)
17	偏磷酸盐类	(105)
第二章 有机酸类		
18	柠檬酸及其盐类	(108)
19	琥珀酸及其盐类	(117)
20	草酸	(123)
21	d-, dl-酒石酸及其盐类	(129)

22	山梨酸及山梨酸钾	(131)
23	乳酸及其盐类	(137)
24	冰乙酸及乙酸钠	(146)
25	富马酸及富马酸一钠	(150)
26	丙酸钙及丙酸钠	(155)
27	<i>dl</i> -苹果酸及 <i>dl</i> -苹果酸钠	(159)

第三章 高级脂肪酸化合物

28	油酸钠	(161)
29	甘油脂肪酸酯	(166)
30	蔗糖脂肪酸酯	(173)
31	硬脂酰乳酸钙	(178)
32	山梨糖醇酐脂肪酸酯	(184)
33	丙二醇脂肪酸酯	(190)

第四章 芳香族化合物

34	苯甲酸及苯甲酸钠	(196)
35	邻苯基苯酚及邻苯基苯酚钠	(202)
36	过氧化苯酰	(209)
37	糖精及糖精钠	(218)
38	联苯	(232)
39	二丁基羟基甲苯	(236)
40	噻苯咪唑	(241)
41	对羟基苯甲酸酯类	(254)
42	胡椒基丁醚	(266)
43	丁基羟基茴香醚	(272)
44	没食子酸丙酯	(275)

第五章 糖类衍生物

45	葡萄糖酸及其化合物	(280)
46	D-山梨糖醇	(287)
47	D-甘露糖醇	(298)

第六章 维生素类

48	L-抗坏血酸及其化合物	(303)
49	异抗坏血酸和异抗坏血酸钠	(320)
50	钙化醇和胆钙化醇	(324)
51	硫酸盐类	(329)
52	硫酸衍生物	(341)
53	dl- α -生育酚	(349)
54	菸酸 (维生素PP)	(354)
55	菸酰胺	(358)
56	泛酸钙和泛酸钠	(360)
57	维生素A和维生素 A 脂肪酸酯	(372)
58	吡哆醇盐酸盐	(385)
59	叶酸	(391)
60	核黄素及其衍生物	(402)

第七章 氨基酸类

61	L-天门冬氨酸钠	(410)
62	DL-丙氨酸	(417)
63	L-精氨酸·L-谷氨酸盐	(420)
64	L-异亮氨酸	(424)
65	甘氨酸	(427)
66	L-谷氨酸和L-谷氨酸钠	(430)
67	L-半胱氨酸盐酸盐	(434)
68	DL-苏氨酸和L-苏氨酸	(437)
69	L-茶氨酸	(440)
70	DL-色氨酸和L-色氨酸	(448)
71	L-缬氨酸	(452)
72	L-组氨酸盐酸盐	(455)
73	L-苯丙氨酸	(459)
74	DL-蛋氨酸和L-蛋氨酸	(462)
75	L-赖氨酸·L-天门冬氨酸盐和L-赖氨酸·L-谷氨酸盐	(466)

76	L-赖氨酸盐酸盐	(470)
----	----------	-------

第八章 核酸类

77	5'-肌苷酸钠	(475)
78	5'-尿苷酸钠	(485)
79	5'-鸟苷酸钠	(487)
80	5'-胞苷酸钠	(489)
81	5'-核糖核苷酸钠和5'-核糖核苷酸钙	(490)

第九章 着色剂

82	β -胡萝卜素	(504)
83	三氧化二铁	(512)
84	食用红色2号及其铝色淀	(517)
85	食用红色3号及其铝色淀	(528)
86	食用红色102号	(530)
87	食用红色104号	(532)
88	食用红色105号	(535)
89	食用红色106号	(537)
90	食用黄色4号及其铝色淀	(539)
91	食用黄色5号及其铝色淀	(542)
92	食用绿色3号及其铝色淀	(544)
93	食用蓝色1号及其铝色淀	(547)
94	食用蓝色2号及其铝色淀	(549)
95	水溶性胭脂树橙	(552)
96	叶绿素铁钠	(560)
97	叶绿素铜和叶绿素铜钠	(564)

第十章 高分子化合物

98	藻酸钠和藻酸丙二醇酯	(568)
99	酪蛋白和酪蛋白钠	(574)
100	硅酮树脂	(578)
101	纤维素及淀粉的羧甲基衍生物	(587)
102	口香糖基础剂	(591)

103	聚 丙 烯 酸 钠.....	(602)
104	甲 基 纤 维 素.....	(610)
第十一章 其他化合物		
105	丙 酮	(619)
106	甘 油	(623)
107	甘草甜酸二钠和 甘 草甜酸三钠.....	(627)
108	脱氢乙酸和脱 氢 乙酸钠.....	(632)
109	甲 醇 钠.....	(637)
110	1,2-丙二醇	(642)
111	己 烷	(648)
112	液 体 石 蜡.....	(653)

I 一般规则

1 本书收载的是检查食品中添加剂的含量、限度的标准方法。

2 食品是复杂的、多种化合物的集合体，而且不同的食品还有多种多样的差异。因此，即或按本书收载的分析方法，正确地操作，有时也会因食品种类不同，出现干扰，使测定值不稳定或得出不正确的结果。必要时，根据化学分析的常识和操作经验，对本书的分析方法进行修改或变更（注1），可不受本书的约束。

3 为了减少篇幅并便于查阅，本书分为：一般规定、一般采样方法及各章，并将各章按品种及相互关联性来编排（注2）。采样方法除本章第30项记述的情况外，通常按一般采样方法进行。

4 各章中的标题名称，是指添加于食品的物质名称。各种食品添加剂，由于其性质不同，有的加入食品并且仍残留于食品中；有的用于食品的制造加工过程，而不是添加于制成品中；有的加入食品中后，改变了其原来的化学形态。另外，根据食品添加剂的性质不同，有的添加于食品后与食品中原有的成分无差异，有的成为食品中的异物而存在。因此，不同的食品添加剂，在食品中存在的形态有很大差别。本书是以作为食品添加剂的化学物质的使用情况为前提而提出的分析方法，有时并不一定是以添加的物质作为测定对象。

按本书所收载的分析方法所得到的定量值的含义，在各章中各节的开头加以叙述（注3）。

5 下表中左侧的长度、面积、容积、重量、浓度及压力等单位，分别用右侧的符号表示（注4）。

米	m	厘米	cm	毫米	mm
微米	μm	纳米	nm	平方厘米	cm^2
升	L	毫升	ml	微升	μl

公斤	kg	克	g	毫克	mg
微克	μg	纳克	ng	摩尔	M
当量	N	毫米汞柱	mmHg		

6 百分率用%表示。需要特别明确表示时,容量/容量用 $V/V\%$,容量/重量用 $V/W\%$,重量/容量用 $W/V\%$,重量/重量用 $W/W\%$ 表示。

7 温度用摄氏度,在阿拉伯数字的右侧加 $^{\circ}\text{C}$ 。

8 标准温度为 20°C ,常温为 $15\sim 20^{\circ}\text{C}$,室温为 $1\sim 35^{\circ}\text{C}$,微温为 $30\sim 40^{\circ}\text{C}$,温水为 $60\sim 70^{\circ}\text{C}$,热水为 $96\sim 100^{\circ}\text{C}$ 。冷水指 15°C 以下的水,冷处指 $0\sim 15^{\circ}\text{C}$ 的地方,冷后指加热或加温后温度降至室温,用水浴加热是指在沸水浴上或水浴中加热。

9 试验用水,除特别注明者外,均为蒸馏水或精制水(注5)。

10 凡未注明溶剂名称,例如氢氧化钠溶液,均为水溶液(注6)。

11 配制标准液的标准品,除特别注明者外,均可使用符合食品添加剂规格的食品添加剂,或用符合日本工业最高级规格的化学物质。在使用前至少应在除湿器中(硅胶、室温)放置5h以上(注7)。

按本书方法做食品合格与否的检查时,应将标准品按食品添加剂规格或日本工业规格所规定的方法,检查其纯度($P\%$),样品分析的测定值乘以 $P/100$,进行判定。

12 试剂的浓度用当量或摩尔浓度表示时,例如:1N硫酸溶液,系指经过标定当量浓度的溶液;硫酸溶液(1N)则允许有 $\pm 5\%$ 的误差(注8)。

13 分析中所用经标定当量浓度或摩尔浓度的溶液,应按日本药局方一般试验法所规定的容量分析用标准液的配制方法配制并标定。

14 分析所用的试剂,除有特别注明者外,均使用符合日本工业规格的最高级规格品(注9)。

盐酸、硫酸、硝酸(比重1.42)、冰乙酸〔 $\rightarrow$ 乙酸〕、氢氧化钠、氢氧化钾、氨水(28~30%)、氯仿、正己烷〔 $\rightarrow$ 己烷〕、丙酮、苯、乙醚、氯化钠。

15 试剂项中的〔特级〕、〔1级〕,系指符合日本工业规格的

特级或1级规格品,〔日局〕或〔食添〕,系指符合日本药局方或食品添加剂规格的化学物质。

16 溶液的浓度,例如:氢氧化钠溶液(1→5),表示取固形药品1g或液体药品1ml,加水溶解成5ml。又如:甲醇·氯仿(2:3),表示甲醇2容积与氯仿3容积混合。此时,允许有±5%的误差。

17 试剂溶液的浓度,通常按记载的数值允许有±5%的误差。

18 数值前有“约”字时,允许按此数值有±10%的误差(注10)。

19 表示温度和时间的数值,可允许按此数值有±5%的误差。

20 用ml、g表示一定的容积或重量时,有下述含义(注11):

容积:用量筒、刻度吸管、纳氏比色管或相等程度以上的容量器皿,按记载的容量计量。

重量:用误差在±0.1~0.5%范围内的天平或相等程度以上的称量计,按记载的重量计量。

21 准确称取约5g,系指在4.5~5.5g范围内准确称量至1/100g,用能读取至1/1000g的天平称取。

22 没有特殊指定使用何种量器准确取一定容积时,应使用球吸管、微型量筒、滴定管或同等程度以上精确度的容量计量取,准确成100ml时应使用容量瓶(注12)。

23 为了简化计算公式,称取标准品的数值未加“约”字,此时可按省略了“约”字计量,计算时加以补正(注13)。

24 按本书分析方法得到的测定值,通常用两位有效数字表示(注14),实际计算至三位数字,第三位数舍去(注15)。

25 所谓“用空白试验校正”,除有特殊记载外,系指不用样品,必要时用与样品同量的水,按样品分析同样操作、处理做成空白样品溶液,同样测定,以校正样品的测定值。

26 样品的分析、空白试验及标准品的测定等一系列操作中,所用试剂,应用同一包装的药品配制的同一试剂溶液进行(注16)。

27 方法中记载的“定量地冲洗”或“定量地转移”,系指当由