



食品添加剂分析检验手册

中国食品添加剂生产应用工业协会 编



中国轻工业出版社

HANDBOOK OF FOOD ADDITIVES ANALYSIS

1006990

食品添加剂 分析检验手册

中国食品添加剂生产应用工业协会 编



中国轻工业出版社

图书在版编目(CIP)数据

食品添加剂分析检验手册/中国食品添加剂生产应用工业协会编. -北京:中国轻工业出版社,1999.5

ISBN 7-5019-2423-6

I. 食… II. 中… III. ①食品添加剂-食品分析-手册②食品添加剂-食品检验-手册 IV. TS202-62

中国版本图书馆 CIP 数据核字(1999)第 04209 号

责任编辑:李亦兵 责任终审:滕炎福 封面设计:赵小云
版式设计:丁夕 责任校对:郎静瀛 责任监印:胡兵

*

出版发行:中国轻工业出版社(北京东长安街6号,邮编:100740)

印刷:三河市宏达印刷厂

经销:各地新华书店

版次:1999年5月第1版 1999年5月第1次印刷

开本:787×1092 1/16 印张:29.25

字数:673千字 印数:1—3000

书号:ISBN 7-5019-2423-6/TS·1480 定价:75.00元

·如发现图书残缺请直接与我社发行部联系调换·

《食品添加剂分析检验手册》

编辑委员会

主 编 刘莲芳
副主编 王式箴 杨祖英
编 委 (按姓氏笔划排列)
王式箴 刘莲芳 杜世祥 杨祖英 陈艳燕

编写分工

第一章	酸度调节剂		王式箴
第二章	抗氧化剂	刘莲芳	陈艳燕
第三章	漂白剂		杨祖英
第四章	胶姆糖基础剂	刘莲芳	陈艳燕
第五章	着色剂		杨祖英
第六章	护色剂		
第七章	乳化剂		王式箴
第八章	增味剂		
第九章	营养强化剂		
第十章	防腐剂		杨祖英
第十一章	甜味剂		
第十二章	增稠剂	刘莲芳	陈艳燕
第十三章	其他		王式箴
第十四章	食品香料		杜世祥

前 言

随着我国国民经济的高速发展,食品工业产值已跃居我国国民经济的首位。作为食品工业的重要组成部分,食品添加剂对于改善食品色、香、味,提高食品档次,延长食品保质期具有重要作用,愈来愈受到食品企业界的广泛关注。食品添加剂已成为我国食品工业中新的经济增长点。

全世界批准使用的食品添加剂已达 3000 种以上,我国也已批准使用 1000 多种。在这些琳琅满目的食品添加剂中,食品加工企业如何正确选择和确认食品添加剂的质量,除了要有国家批准的食品添加剂标准作为依据,还须对购进的食品添加剂作必要的检测,这是企业保证加工食品质量的第一关。

1989 年中国轻工业出版社曾出版了《食品添加剂分析方法》。虽然当时是一部比较全面,包含近代先进检测技术的分析方法,但现已时隔 10 年,不仅食品添加剂使用卫生标准增加了几百种新品种,而且随着技术进步,正确快速的新检测方法也相继出现。为了满足广大食品添加剂生产和应用单位以及开发和经济单位的要求,经中国食品添加剂生产应用工业协会决定,委托原作者对 1989 年版《食品添加剂分析方法》进行了修订补充,除已经列入国家标准的食品添加剂品种外,对已列入使用卫生标准的新品种的检测方法,亦尽可能加以收集汇总。因此,本书应是目前与《食品添加剂手册》相配套的、比较完整的食品添加剂分析检测手册。

对本书的不足之处,请广大读者多提宝贵意见。

中国食品添加剂生产应用工业协会
尤 新

目 录

第一章 酸度调节剂	(1)
第一节 食品中总酸的测定方法	(1)
第二节 食品中柠檬酸及其盐类的测定方法	(4)
第三节 食品中乳酸及其盐类的测定方法	(9)
第四节 食品中冰醋酸及醋酸钠的测定方法	(14)
第五节 食品中 <i>d</i> -, <i>dl</i> -酒石酸及其盐类的测定方法	(16)
第六节 食品中琥珀酸及其盐类的测定方法	(18)
第七节 食品中富马酸及富马酸钠的测定方法	(21)
第八节 食品中 <i>dl</i> -苹果酸及 <i>dl</i> -苹果酸钠的测定方法	(24)
第九节 食品中磷酸及其盐类的测定方法	(25)
第二章 抗氧化剂	(30)
第一节 丁基羟基茴香醚(BHA)	(30)
第二节 二丁基羟基甲苯(BHT)	(33)
第三节 食品中 BHA 与 BHT 的含量测定	(35)
第四节 没食子酸丙酯(PG)	(42)
第五节 食品中 BHA、BHT、PG 的含量测定	(44)
第六节 D-异抗坏血酸钠	(49)
第七节 茶多酚(维多酚)	(51)
第八节 植酸(肌醇六磷酸)	(53)
第九节 特丁基对苯二酚(TBHQ)	(54)
第十节 甘草抗氧物	(55)
第十一节 抗坏血酸钙	(56)
第十二节 L-抗坏血酸棕榈酸酯	(58)
第十三节 硫代二丙酸二月桂酯	(59)
第十四节 4-己基间苯二酚	(60)
第十五节 抗坏血酸(维生素 C)	(61)
第三章 漂白剂	(68)
第一节 焦亚硫酸钠 Sodium Metabisulphite	(68)
第二节 亚硫酸钠 Sodium Sulphite	(73)
第三节 焦亚硫酸钾 Potassium Metabisulfite	(75)
第四节 低亚硫酸钠(保险粉) Sodium Hydrosulfite	(76)
第五节 亚硫酸氢钠 Sodium Bisulfite	(77)
第六节 硫磺 Sulphur	(79)

第七节	过氧化苯甲酰 Benzoyl Peroxide	(80)
第四章	胶姆糖基础剂	(83)
第一节	聚乙酸乙烯酯	(83)
第二节	丁苯橡胶	(84)
第五章	着色剂	(85)
第一节	苋菜红 Amaranth	(85)
第二节	胭脂红 Ponceau 4R	(94)
第三节	柠檬黄 Tartrazine	(95)
第四节	日落黄 Sunset Yellow	(97)
第五节	亮蓝 Brilliant Blue	(98)
第六节	靛蓝 Indigo Carmine	(100)
第七节	赤藓红 Erythro Sine	(101)
第八节	诱惑红 Allura Red	(103)
第九节	新红 New Red	(106)
第十节	二氧化钛 Titanium Dioxide	(107)
第十一节	叶绿素铜钠盐 Sodium Copper Chlorophyllin	(108)
第十二节	紫胶红 Lac Dye Red	(110)
第十三节	越橘红 Cowberry Red	(112)
第十四节	栀子黄 Gardenia Yellow (Crocin Yellow)	(115)
第十五节	落葵红 Basella Rubra Red	(118)
第十六节	β -胡萝卜素 β -Carotene (Carotene)	(119)
第十七节	红曲红 Monascus Red	(125)
第十八节	焦糖色 Caramel (Caramel Color)	(128)
第十九节	胭脂虫红 Carmine	(129)
第二十节	胭脂树橙 Annatto (Annatto Extract)	(130)
第二十一节	辣椒红 Paprika Oleoresin (Paprika Extract)	(133)
第二十二节	辣椒橙 Paprika Orange (Chilli Orange)	(135)
第二十三节	红米红 Red Rice Red	(135)
第二十四节	金樱子棕 Rose Laevigata Michx Brown	(135)
第二十五节	高粱红 Sorghum Red (Sorghum Pigment)	(136)
第二十六节	姜黄着色剂 Curcumin (Turmeric Yellow)	(137)
第二十七节	红花黄着色剂 Carthamine Yellow	(139)
第二十八节	萝卜红 Radish Red	(139)
第六章	护色剂	(141)
第一节	亚硝酸钠 Sodium Nitrite	(141)
第二节	硝酸钠 Sodium Nitrate	(147)
第三节	硝酸钾 Potassium Nitrate	(150)
第七章	乳化剂	(153)
第一节	食品中甘油脂肪酸酯的测定方法	(153)

第二节	食品中蔗糖脂肪酸酯的测定方法	(157)
第三节	木糖醇酐单硬脂酸酯	(160)
第四节	酪蛋白酸钠	(160)
第五节	山梨醇酐单硬脂酸酯	(162)
第六节	山梨醇酐三硬脂酸酯	(163)
第七节	山梨醇酐单油酸酯	(163)
第八节	山梨醇酐单棕榈酸酯	(163)
第九节	食品中山梨聚糖脂肪酸酯的测定方法	(164)
第十节	硬脂酰乳酸钙	(166)
第十一节	双乙酰酒石酸单(双)甘油酯	(166)
第十二节	硬脂酰乳酸钠	(167)
第十三节	松香甘油酯	(167)
第十四节	聚氧乙烯山梨醇酐单硬脂酸酯	(168)
第十五节	聚氧乙烯山梨醇酐单油酸酯	(168)
第十六节	聚氧乙烯木糖醇酐单硬脂酸酯	(169)
第八章	增味剂	(170)
第一节	5'-肌苷酸二钠	(170)
第二节	5'-鸟苷酸二钠	(173)
第三节	食品中呈味核苷酸二钠的测定	(175)
第九章	营养强化剂	(178)
第一节	食品中铁化合物的测定方法	(178)
第二节	食品中钙的测定方法	(190)
第三节	食品中锌的测定方法	(204)
第四节	食品中碘的测定方法	(212)
第五节	食品中硒的测定方法	(216)
第六节	食品中镁的测定	(218)
第七节	食品中锰的测定方法	(219)
第八节	食品中铜的测定方法	(221)
第九节	食品中钾的测定方法	(225)
第十节	食品中钾、钠的测定	(229)
第十一节	维生素 A 的测定方法	(230)
第十二节	维生素 A 棕榈酸盐和维生素 A 醋酸盐的测定	(235)
第十三节	维生素 D 的测定方法	(236)
第十四节	维生素 E 的测定方法	(241)
第十五节	维生素 K 的测定方法	(244)
第十六节	高压液相色谱法同时测定食品中维生素 A、维生素 D、维生素 E 和维生素 K	(245)
第十七节	维生素 B ₁ 的测定方法	(246)
第十八节	维生素 B ₂ 的测定方法	(254)

第十九节	维生素 B ₆ 的测定方法	(257)
第二十节	叶酸的测定方法	(263)
第二十一节	用高效液相色谱同时测定食品中的 B 族维生素(维生素 B ₁ 、维生素 B ₂ 、 维生素 B ₅ 、维生素 B ₆ 及叶酸)	(270)
第二十二节	维生素 B ₁₂ 的测定方法	(271)
第二十三节	食品中胆碱的测定方法	(274)
第二十四节	食品中肌醇的测定	(275)
第二十五节	烟酸的测定方法	(275)
第二十六节	烟酰胺的测定	(284)
第二十七节	食品中泛酸的测定方法	(286)
第二十八节	牛磺酸	(287)
第二十九节	L- 赖氨酸盐酸盐(L-Lysine Monohydro Chloride)	(288)
第十章	防腐剂	(294)
第一节	苯甲酸 Benzoic Acid	(294)
第二节	苯甲酸钠 Sodium Benzoate	(299)
第三节	山梨酸 Sorbic Acid	(300)
第四节	山梨酸钾 Potassium Sorbate	(301)
第五节	噻苯咪唑(TBZ) Thiabendazole	(303)
第六节	对羟基苯甲酸乙酯 Ethyl P-hydroxybenzoate	(307)
第七节	对羟基苯甲酸丙酯 Propyl P-hydroxybenzoate	(311)
第八节	丙酸钙 Calcium Propionate	(312)
第九节	丙酸钠 Sodium Propionate	(316)
第十节	脱氢乙酸 Dehydroacetic acid	(317)
第十一节	仲丁胺 2-Aminobutane	(320)
第十二节	硼酸、硼砂的定性试验	(325)
第十三节	水杨酸的定性试验	(326)
第十四节	快速筛选法测定碎牛肉中的防腐剂 ——亚硫酸盐、苯甲酸盐、山梨酸盐及抗坏血酸盐	(327)
第十五节	乙氧基喹 Ethoxyquin	(328)
第十六节	五碳双缩醛(戊二醛) Glutaraldehyde(Glutaral)	(330)
第十七节	2- 苯基苯酚钠盐 Sodium O - phenylphenate(Sodium O - phenylphenol)	(331)
第十八节	联苯醚 Diphenyl	(331)
第十九节	过氧化氢 Hydrogen Peroxide	(332)
第二十节	桂醛 Cinnamic Aldehyde(Cinnamaldehyde; Cinnamal)	(333)
第二十一节	十二烷基二甲基溴化铵 Bromo - Geranium	(333)
第二十二节	双乙酸钠 Sodium Diacetate(Sodium Hydrogen Diacetate)	(334)
第二十三节	乳酸链球菌素 Nisin	(335)
第十一章	甜味剂	(339)
第一节	糖精钠 Saccharin Sodium	(339)

第二节	环己基氨基磺酸钠(甜蜜素) Sodium Cyclamate	(345)
第三节	天门冬酰苯丙氨酸甲酯 Aspartame	(351)
第四节	乙酰磺胺酸钾(AK糖) Acesulfame K	(354)
第五节	甜菊糖苷 Steviosides	(357)
第六节	三氯蔗糖 Trichlorogalactosucrose	(359)
第七节	L- α -天门冬氨酸-N-(2,2,4,4-四甲基-3-硫代三亚甲基)-D-丙胺酰胺 (阿力甜) L- α -Aspartyl-N-(2,2,4,4-tetramethyl-3-thietanyl)-D-alaniamide(Alitame)	(360)
第八节	甘草 Glycyrrhiza Licorice Root Extract	(362)
第九节	甘草酸一钾及甘草酸三钾 Monopotassium and Tripotassium Glycyrrhinate	(363)
第十节	木糖醇 Xylitol(1,2,3,4,5-Pentahydroxypentane)	(364)
第十一节	麦芽糖醇 Maltitol	(365)
第十二节	D-甘露糖醇 D-Mannitol	(366)
第十三节	D-山梨糖醇 D-Sorbitol	(369)
第十二章	增稠剂	(375)
第一节	琼脂	(375)
第二节	明胶	(376)
第三节	羧甲基纤维素钠	(376)
第四节	海藻酸钠和海藻酸丙二醇酯	(377)
第五节	海藻酸钾	(381)
第六节	果胶	(382)
第七节	卡拉胶	(384)
第八节	阿拉伯胶	(386)
第九节	黄原胶	(386)
第十节	羧甲基淀粉钠	(387)
第十一节	淀粉磷酸酯钠	(388)
第十二节	羟丙基淀粉醚	(389)
第十三节	乙酰化二淀粉磷酸酯	(389)
第十四节	羟丙基二淀粉磷酸酯	(390)
第十五节	磷酸化二淀粉磷酸酯	(391)
第十六节	亚麻籽胶(富兰克胶)	(391)
第十七节	聚葡萄糖	(392)
第十八节	(刺)槐豆胶	(393)
第十九节	β -环状糊精	(394)
第二十节	瓜尔胶	(396)
第二十一节	结冷胶	(397)
第二十二节	羟丙基甲基纤维素	(397)
第十三章	其他	(399)
第一节	咖啡因	(399)

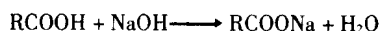
第二节	固化单宁	(400)
第三节	氯化钾	(400)
第四节	己二酸	(401)
第五节	乙二胺四乙酸二钠	(402)
第六节	食品中焦磷酸盐类的测定方法	(402)
第七节	二氧化碳测定方法	(404)
第八节	食品中氨及其盐类的测定方法	(406)
第九节	白油(液体石蜡)	(409)
第十四章	食品香料	(411)
第一节	色泽检定法	(411)
第二节	香气评定法	(412)
第三节	相对密度测定法	(413)
第四节	折光指数测定法	(414)
第五节	旋光度测定法	(415)
第六节	溶解度测定法	(416)
第七节	熔点测定法	(417)
第八节	冻点的测定	(418)
第九节	沸程测定法	(420)
第十节	蒸发后残留物含量的评估	(424)
第十一节	微量氯测定法	(425)
第十二节	酸值或含酸量的测定	(425)
第十三节	含酯量的测定	(427)
第十四节	醇测定法	(428)
第十五节	酮、醛测定法	(432)
第十六节	含酚量的测定	(434)
第十七节	桉叶素测定法	(435)
第十八节	黄樟油素的测定	(437)
第十九节	闪点的测定	(438)
第二十节	标准溶液制备方法	(439)
附录一	食品添加剂中铅的测定方法(GB 8449—87)	(443)
附录二	食品添加剂中砷的测定方法(GB 8450—87)	(446)
附录三	食品添加剂中重金属限量试验法(GB 8451—87)	(451)
参考文献		(453)

第一章 酸度调节剂

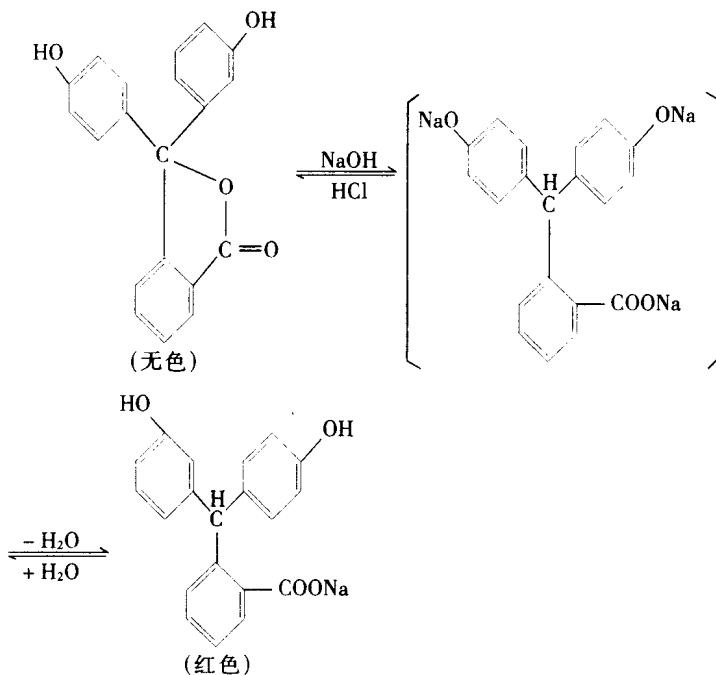
第一节 食品中总酸的测定方法

1. 原理

食品中的有机酸用碱液滴定时,被中和生成盐类。反应式如下:



用酚酞作指示剂,它在 pH 约 8.2 时,就确定了游离酸中和的终点。无色的酚酞与碱作用时生成酚酞盐,同时失去 1 分子水,引起醌型重排而呈红色。反应式如下:



2. 指示剂法

2.1 原理 根据酸碱中和原理,用碱液滴定试液中的酸,以酚酞为指示剂确定滴定终点,按碱液的消耗量计算食品中的总酸含量。

2.2 试剂和溶液 所有试剂均为分析纯;水为蒸馏水或同等纯度的水(以下简称水),使用前需经煮沸、冷却。

2.2.1 0.1mol/L NaOH 标准滴定溶液:按 GB601 配制与标定。

2.2.2 0.01mol/L 或 0.05mol/L NaOH 标准滴定溶液:将 0.1mol/L NaOH 标准滴定溶液稀释 V_{100} 倍 \rightarrow V_{1000} 倍或 V_{100} 倍 \rightarrow V_{200} 倍(用时当天稀释)。

2.2.3 1% 酚酞指示剂溶液:1g 酚酞溶于 60mL95% 乙醇 (GB679) 中,用水稀释至

100mL。

2.3 仪器 试验室常用仪器:

2.3.1 组织捣碎机。

2.3.2 水浴锅。

2.3.3 研钵。

2.3.4 冷凝管。

2.4 试样的制备。

2.4.1 液体样品:不含二氧化碳的样品充分混匀。含二氧化碳的样品按下述方法排除二氧化碳:取至少 200mL 充分混匀的样品,置于 500mL 锥形瓶中,旋摇至基本无气泡,装上冷凝管,置于水浴锅中。待水沸腾后保持 10min,取出,冷却。

啤酒中的二氧化碳按 GB4928 规定的方法排除。

2.4.2 固体样品:去除不可食部分,取有代表性的样品至少 200g,置于研钵或组织捣碎机中,加入与试样等量的水,研碎或捣碎,混匀。

面包应取其中心部分,充分混匀,直接供制备试液。

2.4.3 固液体样品:按样品的固体、液体比例至少取 200g,去除不可食部分,用研钵或组织捣碎机研碎或捣碎,混匀。

2.5 试液的制备 取 25~50g 试样(2.4),精确至 0.001g,置于 250mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。含固体的样品至少放置 30min(摇动 2~3 次)。用快速滤纸或脱脂棉过滤,收集滤液于 250mL 锥形瓶中备用。

总酸低于 0.7g/kg 的液体样品,混匀后可直接取样测定。

2.6 测定方法。

2.6.1 取 25.00~50.00mL 试液(2.5),使之含 0.035~0.070g 酸,置于 150mL 烧杯中,加 40~60mL 水及 0.2mL 1% 酚酞指示剂,用 0.1mol/L NaOH 标准滴定溶液(如样品酸度较低,可用 0.01mol/L 或 0.05mol/L NaOH 标准滴定液)滴定至微红色 30s 不褪色,记录消耗 0.1mol/L NaOH 标准滴定溶液的毫升数(V_1)。

同一种被测样品需测定 2 次。

2.6.2 空白试验:用水代替试液,以下按 2.6.1 操作。记录消耗 0.1mol/L NaOH 标准滴定溶液的毫升数(V_2)。

2.7 分析结果的表述 总酸以每千克(或每升)样品中酸的质量表示,按式(1-1)计算:

$$x = \frac{\rho(V_1 - V_2) \times K \times F}{m} \times 1000 \quad (1-1)$$

式中 x ——样品中酸的含量, g/kg(g/L)

ρ ——NaOH 标准滴定溶液的浓度, mg/L

V_1 ——滴定试液时消耗 NaOH 标准滴定溶液的体积, mL

V_2 ——空白试验时消耗 NaOH 标准滴定溶液的体积, mL

F ——试液的稀释倍数

m ——试样质量, g(mL)

K ——酸的换算系数。各种酸的换算系数分别为:苹果酸 0.067; 乙酸 0.060; 酒

石酸 0.075; 柠檬酸 0.070(含一分子结晶水)乳酸 0.090; 盐酸 0.036; 磷酸 0.033

计算结果精确到小数点后第 2 位。

如两次测定结果差在允许范围内,则取两次测定结果的算术平均值报告结果。

2.8 允许差 同一样品的两次测定值之差,不得超过两次测定平均值的 2%。

3. 电位滴定法

3.1 原理 本法根据酸碱中和原理,用碱液滴定试液中的酸,根据电位的突跃判断滴定终点,按碱液的消耗量计算食品中的总酸含量。

3.2 试剂和溶液 所用试剂及水的要求同本标准指示剂法。

3.2.1 pH8.0 缓冲溶液:按 GB604“缓冲溶液的制备”配制。

3.2.2 0.1mol/L HCl 标准滴定溶液:按 GB601 配制与标定。

3.2.3 0.1mol/L NaOH 标准滴定溶液:按 GB601 配制与标定。

3.2.4 0.01mol/L 或 0.05mol/L NaOH 标准滴定溶液:按指示剂法 2.2.2 配制。

3.2.5 0.05mol/L HCl 标准滴定溶液:按 GB601 配制与标定。

3.3 仪器 试验室常用仪器:

3.3.1 酸度计:pH0~14,直接读数式,pH 精度为 ± 0.1 。

3.3.2 玻璃电极和饱和甘汞电极。

3.3.3 电磁搅拌器。

3.3.4 组织捣碎机。

3.3.5 研钵。

3.3.6 水浴锅。

3.3.7 冷凝管。

3.4 试样的制备 按指示剂法 2.4 制备。

3.5 试液的制备 按指示剂法 2.5 制备。

3.6 测定方法。

3.6.1 果蔬制品、饮料、乳制品、酒、淀粉制品、谷物制品和调味品等:取 20.00~50.00mL 试液(3.5),使之含 0.035~0.070g 酸,置于 150mL 烧杯中,加 40~60mL 水。将酸度计电源接通,待指针稳定后,用 pH8.0 缓冲溶液(3.2.1)校正酸度计。将盛有试液的烧杯放到电磁搅拌器上。再将玻璃电极及甘汞电极浸入试液的适当位置。按下 pH 读数开关,开动搅拌器,迅速用 0.1mol/L NaOH 标准滴定溶液(如样品酸度较低,可用 0.01mol/L 或 0.05mol/L NaOH 标准滴定溶液)滴定,并随时观察溶液 pH 的变化。接近终点时,应放慢滴定速度。一次滴加半滴(最多 1 滴),直至溶液的 pH 达到指定终点。记录消耗氢氧化钠标准滴定溶液的毫升数(V_1)。

同一被测样品需测定 2 次。

3.6.2 蜂产品:称取约 10g 混合均匀的试样,精确至 0.001g,置于 150mL 烧杯中,加 80mL 水,以下按第 3.6.1 操作。用 0.05mol/L NaOH 标准滴定溶液以 5.0mL/min 的速度滴定。当 pH 到达 8.5 时停止滴加,然后一次加入 10mL 0.05mol/L NaOH 标准滴定溶液。记录消耗 0.05mol/L NaOH 标准滴定溶液的总毫升数(V_1)。立即用 0.05mol/L HCl 标准滴定溶液反滴定至 pH8.2。记录消耗 0.05mol/L HCl 标准滴定溶液的毫升数(V_3)。

同一被测样品需测定 2 次。

3.6.3 3.6.1 和 3.6.2 中的操作都需用水代替试液做空白试验,记录消耗 NaOH 标准滴定溶液的毫升数(V_2)。

各种酸滴定终点的 pH: 柠檬酸 8.0~8.1; 苹果酸 8.0~8.1; 酒石酸 8.1~8.2; 乳酸 8.1~8.2; 乙酸 8.0~8.1; 盐酸 8.1~8.2; 磷酸 8.7~8.8。

3.7 分析结果的表述 总酸以每千克(或每升)样品中酸的质量表示,按式(1-2)计算:

$$x = \frac{[c_1(V_1 - V_2) - c_2V_3] \times K \times F}{m} \times 1000 \quad (1-2)$$

式中 x ——样品中酸的含量, g/kg(g/L)

c_1 ——NaOH 标准滴定溶液的浓度, mol/L

c_2 ——盐酸标准滴定溶液的浓度, mol/L

V_1 ——滴定试液时消耗 NaOH 标准滴定溶液的体积, mL

V_2 ——空白试验时消耗 NaOH 标准滴定溶液的体积, mL

V_3 ——反滴定时消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL

F ——试液的稀释倍数

m ——试样质量, g(mL)

K ——酸的换算系数。各种酸的换算系数同指示剂法 2.7

计算结果精确到小数点后第 2 位。

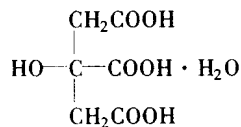
如两次测定结果差在允许范围内,取两次测定结果的算术平均值报告结果。

3.8 允许差 同指示剂法 2.8。

第二节 食品中柠檬酸及其盐类的测定方法

化学名:柠檬酸

结构式:



分子式: $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$

相对分子质量: 210.14(结晶); 192.13(无水)

一、柠檬酸的鉴别

1. 试剂

1.1 稀硫酸。

1.2 高锰酸钾。

1.3 硫酸汞。

1.4 溴水。

1.5 吡啶—醋酐(3:1)。

2. 操作步骤

2.1 取本品少许,用直火炽灼,即缓缓分解,但不发生焦糖臭(与酒石酸的区别)。

2.2 本品显柠檬酸盐的反应。

2.2.1 取试品溶液 2mL(约相当于柠檬酸 10mg),加稀硫酸数滴,加热至沸,加高锰酸钾试液数滴,振摇,紫色即消失。溶液分成 2 份:1 份中加硫酸汞试液 1 滴;另 1 份逐滴加入溴试液,均生成白色沉淀。

2.2.2 取试品约 5mg,加吡啶-醋酐(3:1)约 5mL,振摇,即生成黄色到红色或紫红色的溶液。

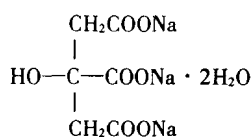
二、柠檬酸含量的测定

取本品约 1.5g,精密称定,加新沸过的冷水 40mL 溶解后,加酚酞指示液 3 滴,用 1mol/L NaOH 滴定液滴定。每毫升的氢氧化钠滴定液(1mol/L)相当于 64.04mg $C_6H_8O_7$ 。

柠檬酸盐类

化学名:柠檬酸钠(Sodium Citrate)

结构式:

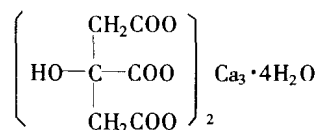


分子式: $C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$

相对分子质量:294.10

化学名:柠檬酸钙(Calcium Citrate)

结构式:



分子式: $C_{12}H_{10}O_{14}Ca_3 \cdot 4H_2O$

相对分子质量:570.48

化学名:柠檬酸铁(Ferric Citrate)

分子式: $FeC_6H_5O_7$

相对分子质量:245

化学名:柠檬酸铁铵(Ferric Ammonium Citrate)

分子式: $(NH_4)_3C_6H_5O_7 \cdot FeC_6H_5O_7$

相对分子质量:488

三、食品中柠檬酸及其盐类的测定方法

(一)气相色谱法

1. 原理

食品中柠檬酸及其盐类按气相色谱法定量柠檬酸的三甲硅烷来定量柠檬酸。按需要以相对

分子质量比求出各种盐类的量。食品中由于有天然柠檬酸存在,所以定量值应为食品中固有的和添加的总量。

2. 试剂和溶液

2.1 离子交换柱 将 20g 阴离子交换树脂以湿法充填在 $\phi 1.5\text{cm} \times 30\text{cm}$ 的柱子中。

2.2 三甲基甲硅烷化液(TMS) 采用市售的气相色谱用的 *N, O*-双(三甲基硅烷)乙酰胺。

2.3 吡啶 硅烷化用吡啶。

3. 仪器

带有氢火焰检测器的气相色谱仪(FID—GC),按以下条件测定:

填充剂:用 60~80 目色谱纯的硅藻土,涂以 1.5% SE—30

柱:玻璃柱,内径 3mm,长 1.5m

柱温:180℃

载气:氮气

4. 操作步骤

4.1 样品制备 在含柠檬酸 5~50mg 范围内,准确称取 20g 以下样品。若是液体样品,可将样品直接注入离子交换柱内。若是固体样品,加 30mL 水,于捣碎机中进行匀浆。用 20mL 水将样品洗入带塞离心管中,加 50mL 正己烷(含脂肪样品先脱脂),充分振摇混合,离心,弃己烷层,分取水相,过滤,用少量水洗离心管及残渣,过滤。合并滤液及洗液,必要时用 0.1mol/L NaOH 溶液调节 pH 至 7,注入离子交换柱,用 100mL 水冲洗后,用 2mol/L HCl 溶液、丙酮(1:1)混合液洗脱,洗脱液盛于 50mL 容量瓶中,并加水至刻度。取此液 5mL,置梨形瓶中,于水浴上减压浓缩至干。加 0.5mL 吡啶及 TMS 化液 0.5mL,密盖后于 12.5℃ 加热 10min^[注],冷至室温,用 5mL 吡啶洗入 10mL 容量瓶中,加吡啶定容至刻度,即为样品溶液。

注:三甲基硅烷化时,最好溶剂为吡啶,加热反应混合液时,TMS 化物的生成率是稳定的。TMS 化时,若无机盐存在,则 TMS 化物生成率下降。加热时,必须注意不能飞溅,而应平稳。

4.2 标准液的制备 准确称取 100mg 无水柠檬酸,加水溶解至 100mL。取此液 10mL,加水至 1000mL,即为标准液(含柠檬酸 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。取标准液 5mL、10mL、20mL、30mL、40mL 及 50mL,分别置梨形瓶中,于水浴上减压浓缩至干,各加入 0.5mL 吡啶及 0.5mL TMS 化液,密塞,于 12.5℃ 加热 10min,冷至室温,即为标准曲线用标准液(此液分别各含柠檬酸 50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、300 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、400 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 及 500 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。

5. 测定方法

5.1 标准曲线绘制 取标准曲线用标准液各 5 μL ,注入色谱仪中,以峰高绘制标准曲线。

5.2 分析结果的表述 将 5 μL 样品溶液注入色谱仪中,测得峰高,查标准曲线求得样品液中柠檬酸浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$),按式(1-3)计算出样品中柠檬酸含量(g/kg)。

$$\text{柠檬酸含量}(\text{g}/\text{kg}) = \frac{\rho}{10 \times m} \quad (1-3)$$

式中 ρ ——样液中柠檬酸浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$

m ——取样量,g

柠檬酸(结晶)含量(g/kg) = 柠檬酸含量(g/kg) \times 1.094