

国际饮料分析方法

张利奋 编译



中国轻工业出版社

83.72
550

国际饮料分析方法

张利奋 编译

中国轻工业出版社

(京)新登字034号

内 容 简 介

本书介绍了国际果汁协会 (IFFJP)、联合国欧洲经济委员会 ECE 分析和取样方法法规委员会的有关分析方法。这些方法是国际上饮料行业普遍采用的,具有较高的权威性、国际性和法定效力。每个分析方法都包括了一般概念、原理、分析仪器和试剂、测定步骤、计算方法、结果报告单和方法的灵敏度等。通过分析和测定结果的比较,可为改进生产工艺、提高管理水平、控制产品质量提供可靠的依据。

本书可供饮料工业管理、科研、生产人员、商检人员及有关院校师生参考。

国际饮料分析方法

张利奋 编译

中国轻工业出版社出版

(北京市东长安街6号)

人民交通出版社印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行

各地新华书店经售

787×1092毫米¹/₃₂ 印张: 8.625 字数: 192千字

1992年2月 第一版第一次印刷

印数: 1—6,000册 定价: 7.90元

ISBN 7-5019-1177-0/TS·0789

序

世界饮料消费量自70年代起迅速增长，其中软饮料的发展速度最快。饮料工业生产逐步朝着大规模、高速度和自动化的方向发展。易拉盖两片罐饮料的灌装速度最高已达到2000罐/min。在家庭、自动餐厅和餐馆中，果汁、蔬菜汁和优质低度酒等饮料已成为必备的餐桌饮料。在发达国家，家庭饮用水几乎都是从超级市场购买的矿泉水。许多国家的人均年饮料消费量超过100L。饮料在人们的日常生活中所占比重越来越大，人与饮料的关系也越来越密切。因此，世界各国都把饮料的质量放在非常重要的位置。另外，现代化饮料生产的高速度也给饮料的质量控制提出了更高的要求。饮料分析方法的统一和标准化就势在必行。本书是以国际果汁生产者协会出版的饮料分析方法（IFFJP Analyses）为蓝本编译而成，其中的大部分分析方法是国际饮料行业普遍采用的标准分析方法，具有较高的权威性、国际性和法定效力。书中的不少内容是国内从未发表过的。每一个分析方法都包括了一般概念、原理、分析仪器、化学试剂、测定步骤、计算方法、结果报告单和方法的灵敏度等内容。通过分析和测定结果的比较，可以为改进生产工艺、提高管理水平、控制产品质量提供可靠的依据。

我国的饮料工业从80年代起有了飞跃的发展，特别是软饮料工业的发展速度逐年递增，到1985年中国软饮料总产量已经突破100万t，是1950年产量的20倍。两年后就形成了

年产150万 t 的软饮料工业生产体系，其中包括了二百多条具有80年代先进水平的浓缩果汁生产线、复合软包装材料生产线、两片罐生产线、皇冠盖生产线、PET 瓶生产线、PET 瓶和玻璃瓶饮料灌装线、易拉盖两片罐灌装线、利乐包灌装线和百利包灌装线，以及几百条国内自己制造的具有较高生产能力的饮料生产线。我国饮料工业的发展不仅面向国内市场，同时，浓缩果汁和其他饮料产品已经远销欧洲、美洲、亚洲许多国家和港澳地区。因此，提高产品质量也是目前中国饮料工业发展的关键。本书的出版将会为我国饮料工业的发展，为缩短我国饮料工业与世界先进国家的差距，使我国产品进一步走向世界提供一些可供借鉴的分析手段，同时，也为科研、教学和生产工作者提供一本较好的参考资料。

黄梨圣 1991年4月

目 录

一、感观检验	1
二、相对密度的测定	5
三、羟甲基糠醛的测定	7
四、表观粘度的测定	10
五、灰分的测定	12
六、灰分碱度的测定	13
七、可溶性固形物的测定	16
八、糖的测定	43
九、蔗糖的测定（酶法）	49
十、葡萄糖和果糖的测定（酶法）	54
十一、还原糖的测定	60
十二、合成甜味剂的测定	76
十三、甲醛数的测定	80
十四、总氮的测定	82
十五、氨基酸态氮的测定	85
十六、脯氨酸的测定	88
十七、酒精的测定	91
十八、酒精的测定（雷贝莱修改法）	99
十九、酒精的测定（酶法）	103
二十、pH值的测定	107
二十一、可滴定酸（总酸）的测定	109
二十二、挥发酸的测定	111

二十三、可滴定非挥发酸的计算.....	114
二十四、有机酸的测定.....	115
二十五、柠檬酸的测定.....	119
二十六、D-异柠檬酸的测定	124
二十七、L-苹果酸的测定	129
二十八、酒石酸的测定.....	133
二十九、酒石酸的快速测定.....	135
三十、乳酸的测定.....	137
三十一、乳酸的测定（酶法）	140
三十二、焦碳酸的测定.....	146
三十三、二氧化碳的测定.....	148
三十四、L-抗坏血酸的测定	151
三十五、总类胡萝卜素和 β -胡萝卜素的测定	154
三十六、山梨糖醇和甘露糖醇的测定.....	157
三十七、果胶的测定.....	161
三十八、果胶（甲）酯酶活性的定性测定.....	166
三十九、总磷的测定.....	169
四十、磷酸盐的测定.....	172
四十一、总二氧化硫的测定.....	175
四十二、硫酸盐的测定.....	178
四十三、硝酸盐和亚硝酸盐的测定.....	180
四十四、氯化物的测定.....	186
四十五、防腐剂的测定.....	190
四十六、防腐剂的定性测定.....	194
四十七、香精油的测定.....	197
四十八、砷的测定.....	203
四十九、钠、钾、钙、镁的测定.....	209

五十、钙和镁的测定	213
五十一、重金属铅、铜和锌的极谱法测定	215
五十二、铅的测定	219
五十三、铜的测定	223
五十四、铁的测定	226
五十五、锡的测定	229
五十六、铝的测定	231
附录 1 溶液浓度表示方法	235
附录 2 溶液浓度换算表	237
附录 3 当量溶液表	238
附录 4 相对原子质量表	239
附录 5 常用试剂的密度和浓度表	241
附录 6 缓冲溶液的配制和 pH 值	242
附录 7 基准试剂的干燥或预处理	249
附录 8 常用试剂的干燥条件	251
附录 9 标准溶液的配制及标定	255
附录 10 国际果汁生产者协会分析方法委员会 成员一览表	262
主要参考文献	265
食品添加剂生产厂家介绍	266

一、感 观 检 验

(一)一般概念

感官检验、理化分析和微生物检验是果汁饮料质量控制和产品评价工作中不可缺少的三部分。

(二)原理

由三个以上的评味员对被检样品进行仔细观察和细心的品尝,然后对样品的外观、颜色、气味和滋味作出恰当的评价。

(三)分析方法

1.评味员

(1)评味员资格的评定标准

①评味员应具有正常的嗅觉、味觉和视觉能力。

②评味员应对评味工作有兴趣并具有较高的评判能力。样品的评定结果应具有高度的可靠性和良好的重复性。

③评味员在参加评味组前应经过严格的测试和专业培训。测试时只要对其中一种果汁的评价不恰当或出现错误,就没有资格参加评味组的工作。培训工作应在专家的指导下进行。

(2)评味员的人数

评味员的人数应视样品的性质而定,但每次评味会至少应有三个以上有经验的评味员同时进行评定。

2.评味室

果汁饮料的感官检验应在专用的评味室内进行。评味室应选择宽敞、明亮、有良好的采光和通风设备的房间。周围

应没有噪音、没有不良气味或烟雾。评味台和椅子的高度应适宜、座位舒适。室内应保持清洁和肃静。

3. 评味杯

评味杯应采用优质的无色透明的平底玻璃杯或高脚玻璃杯。每一组样品所用的杯子的质量和式样应相同。如果样品较多，需要编号时，应选用能在玻璃上书写的记号笔编写。字体应简明、清楚、不易混淆。字样大小和在杯上的书写位置应大致相同，应不影响对内容物的观察。

4. 评味会

①评味会应单独召开，不受任何干扰。

②在评味前应尽可能详细地告诉所有的评味员关于感官检验的品种及检验的目的。

③样品的开箱、起封、编号和装杯等工作应在准备室内进行。评味员不得参与或窥视准备室内的任何活动。

④每次以3～6个样品为一组，分别送到每一位评味员的座位前面的评味台上。每次评味会所评样品数应不超过15～20个。

⑤每组评味杯内的样品的体积应相同。样品的温度应均匀一致，最适评味温度为18℃。

⑥评味时评味员之间不能互相交谈、打手势或抄袭别人的评定结果，以使感官检验的结论更加客观和准确。

⑦每位评味员都应按规定留下自己的意见。评味结束后，把每位评味员的评定结果收集起来。当场进行统计、比较和讨论。

⑧样品应一直保存到评味员们讨论结束为止。如果对某些评价有严重分歧时，可以重新在准备室预备一些样品，重评一次。

5. 记分方案

国际上有两种通用的评味记分方案，评味前可根据实际情况任选其中一种或两种结合使用。

(1) 简化记分法（满分20分）

表 1.1 简化记分表（满分20分）

		4	3	2	1	得分
外观	清 汁	澄 清	轻微浑浊 轻微乳色	明显混浊	严重混浊	
	浑 汁	浑浊适中	与正常稍有不同	稍 清	澄 清	
颜 色 (色差计测定)		正 常	稍深或灰色	深色或几乎无色	极深或无色	
气 味		浓 郁	纯正，无腐败气味	有特有气味和轻微腐败气味	腐败味	
滋 味		浓 郁	纯正，无异	有特有滋味和轻微异味	异 味	
综合评价		优 质 品	合 格 品	需改进（有限销售）	不合格品（不能销售）	
检验员：					总分	
日 期：					结论	

注意事项：

- (1) 综合评价应与表中的最低得分相符。
- (2) 总分少于15分或其中任一项只得1分的样品，应视为不合格品。
- (3) 判定样品不合格应有充足的理由。

(2) 详细分项记分法（满分20分）

颜色和外观

- 4 分 颜色与新鲜果汁一样
- 3 分 颜色正常
- 2 分 颜色接近正常，略浅或略深（氧化）
- 1 分 颜色极差

气味

- 6分 香气与新鲜果汁一样
- 5分 有明显的水果香气
- 4分 有水果香气
- 3分 水果香气极淡
- 2分 变味
- 1分 异味

滋味

- 10分 果味非常浓，口感极佳。
- 9分 具有特有的果味，无异味，糖酸比合适。
- 8分 有果味，无异味，糖酸比合适。

表 1.2 感官检验记分表

样品名称:

生产单位:

送检日期:

生产日期:

得分		编号																	
项目																			
外 观	清 汁																		
	混 汁																		
颜 色																			
气 味																			
滋 味																			
综合评价																			
总 分																			
结 论																			

检验员:

负责人:

年 月 日

- 7分 有些果味，无异味，糖酸比合适。
- 6分 有些果味，无异味，糖酸比不合适。
- 5分 有些果味，轻微陈味，糖酸比合适。
- 4分 有些果味但不正常，糖酸比合适。
- 3分 有些果味但不正常，糖酸比不合适。
- 2分 严重异味，糖酸比合适或不合适。
- 1分 完全没有水果味，口感极差。

二、相对密度的测定

(一)原理

用比重瓶测定20℃时的液态食品的相对密度。

(二)分析方法

1.仪器和试剂

烘箱	1 台
干燥器	1 个
恒温水浴锅	1 台
分析天平（精度0.1mg）	1 台
500mL 比重瓶	1 个
500mL 烧瓶	1 个
漏斗（直径10cm）	1 个
玻璃毛细管（弯管）	1 支
铬-硫酸清洁液	

2.测定步骤

如果已测定出饮料中含有相当量的 CO_2 ，就必须尽可能

把这些 CO_2 去除干净。方法是將飲料倒入錐形燒瓶中，劇烈搖動，接着用濾紙過濾。過濾漏斗上蓋上表面皿。如有必要，樣品可重複處理。

(1) 比重瓶称重

用鉻-硫酸清洗液將比重瓶清洗干淨，再用蒸餾水沖洗，然后在 $105 \sim 108^\circ\text{C}$ 中烘 3h，取出后在干燥器中冷却，称重前放在天平附近，使温度平衡 15min，称重时精确到小数点以下 4 位，即 0.1mg（质量 a ）。

注：确定容器的皮重应以测定 8 次所取得的数字计算。

(2) 比重瓶装水后称重

比重瓶装满新蒸馏的水至刻度上方，塞住瓶塞并放在 20°C 的恒温水浴中 30min。然后仍放在水浴中，借助玻璃毛细管把水吸出，以调整比重瓶中的液面在刻度上。水的表面在比重瓶的颈上形成圆弧形。液面应调整到使弧形线的最低点正好接触到瓶颈刻度线上。用滤纸拧成的细纸绳把比重瓶的液面上的空余部分擦干。塞好瓶塞，移出水浴，外面擦干并放在天平架上 30min，称重精确到小数点以下 4 位，最后重量应以三次称重计算（质量 b ）。

(3) 比重瓶装样品后称重

比重瓶按上述(1)中叙述的方法干燥，再按(2)中规定的方法将样品装在比重瓶中称重（质量 c ）。

注意：每次调整液面都应以同样方法进行。最后重量应以三次称重值计算。

3. $20^\circ/20^\circ\text{C}$ 相对密度(D)的计算

$$D = \frac{c - a}{b - a}$$

式中 a ——比重瓶的空瓶质量(g)；

b ——温度为 20°C 时的比重瓶和水的质量(g)；

c ——温度为 20°C 时的比重瓶和样品的质量(g)。

4. 结果报告单

$20^{\circ}/20^{\circ}\text{C}$ 相对密度值精确到小数点下4位。

5. 注意事项

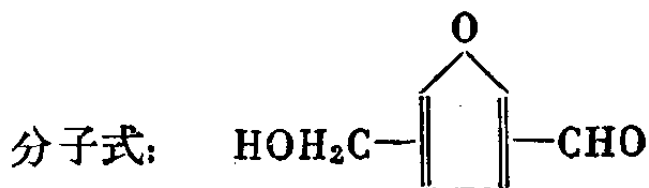
测定浓缩汁的相对密度时建议用广口比重瓶。

$20^{\circ}/20^{\circ}\text{C}$ 相对密度与 $20^{\circ}/20^{\circ}\text{C}$ 相对重量是一致的。它是在 20°C 条件下测量的相等体积的样品和水的重量之比率。但相对密度比相对重量能更准确地下定义。对固定数量的某种物质，其质量是一种基本不变的量，它不决定于实验条件。相对而言，重量却决定于地理纬度和空气浮力，例如空气的温度和压力。对果汁所处的相对重量范围而言，其相对密度和相对质量之间的差别是很小的，仅为零点几毫克之差。

三、羟甲基糠醛的测定

(一) 一般概念

果汁等饮料中富含己糖。加热时一些己糖脱水缩合成一种环状醛，称为羟甲基糠醛(HMP)。



分子量: 126.1

羟甲基糠醛能与氨基酸作用，起美拉德反应，生成褐色的类黑精。这是饮料发生褐变现象的主要原因。优良加工工艺生产的果汁，HMP一般低于 5mg/L 。浓缩果汁不超过 25mg/L 。

如测定结果偏高，说明该产品在加工过程中受到过度加热。国际上，HMP 常作为产品质量控制的重要因素之一。

(二)原理

羟甲基糠醛与巴比土酸和对甲苯胺反应生成一种红色化合物。红色的深浅决定于 HMP 的含量。当反应进行到颜色最深时，测定其吸光度即可确定 HMP 的含量。

羟甲基糠醛能与存在于样品中的亚硫酸反应。因此，当样品中的游离亚硫酸含量超过 10mg/L 时，应先加乙醛溶液使与亚硫酸结合，然后才能准确测定。样品中少量的残留乙醛溶液，不影响测定结果。

(三)分析方法

1.仪器和试剂

分光光度计，波长550nm	1 台
带塞刻度试管，10mL	2 支
吸管，1、2、5、10、50mL	5 支
容量瓶，100mL	1 个

巴比土酸溶液：100mL 容量瓶加蒸馏水 70mL，再加 500mg 巴比土酸，在水浴中加热使其溶解，冷却后定容至刻度，置冰箱中备用。

对甲苯胺试剂：用 50mL 异丙醇把 10g 纯对甲苯胺移入 100mL 容量瓶中，加 10.0mL 冰醋酸使其溶解，再用异丙醇定容至刻度，置于棕色瓶中，在冰箱中放置一个月。

1%乙醛溶液。

2.测定步骤

(1)不含游离亚硫酸的样品的测定

吸取 2mL 果汁（如有必要可过滤）或 2mL 已稀释至原汁浓度的浓缩汁稀释液至 10mL 刻度试管中，用新蒸馏水定

容至刻度，混合均匀。分别吸取上述稀释液 2.0mL 至两支带塞试管中，各加5mL 对甲苯胺试剂，摇匀。1号试管加 1.0mL 水作为空白，2号试管加 1.0mL 巴比土酸溶液。塞好，摇匀。在分光光度计中以1cm 比色管在550nm 波长下读数。在加巴比土酸溶液后 3 ~ 4min 时，吸光度达到最大，然后吸光度常常又迅速消失。注意应以最大值进行计算。

样品和试剂	1号试管（空白）	2号试管
果汁	2.0mL	2.0mL
对甲苯胺试剂	5.0mL	5.0mL
巴比土酸溶液	—	1.0mL
水	1.0mL	—

(2)含游离亚硫酸的样品的测定

如果汁中含有超过10mg/L游离亚硫酸，则吸取 15mL 样品至25mL 容量瓶中，加1%乙醛溶液2mL，用蒸馏水定容至刻度。取2mL 上述试样（如有必要可过滤）按(1)中规定的方法测定。

3.HMF 标准曲线

(1)分别配制浓度为 1、2、3、4…… (mg/L) 的HMF 标准溶液。

(2)按测定步骤(1)中规定的方法分别读出550nm 波长时的相应吸光度。

(3)以 HMF 标准浓度为纵坐标，吸光度为横坐标，作标准曲线。

4.计算

实际吸光度 = 样品吸光度 - 空白吸光度