第七章 几类常见食品的理化检验

陈姝娟

食用油脂检验

肉与肉制品检验

水产品检验

乳及乳制品检验

酒检验

粮食包括谷物、豆类和薯类。

安全问题:

真菌和真菌毒素的污染、有害金属的污染、农药残留、混杂有毒种 **子和**仓库害虫等。

需进行理化检验的指标:总砷、无机砷、汞、铅、镉、粮食熏蒸剂 残留、有机氯农药、有机磷农药、溴氰菊酯等农药残留、真菌毒 素;谷物及其制品还应检测铬和苯并[α]**芘的含**量。

这里重点讨论**粮食熏蒸剂的检验。**

粮食包括谷物、豆类和薯类。

熏蒸剂:是指在特定的温度和压力下,能形成足够的气态浓度使储 粮有害微生物致死的化学药剂。

目前使用的粮食熏蒸剂有磷化物、氯化苦、硫酰氟、马拉硫磷、甲基毒死蜱等。

多数熏蒸剂在处理后的粮食上能较快挥发,**但食用**浓度过高时,**可 能**较长时间残留于粮食中,对人体产生危害。**其限**量标准如下表所 **示**。

粮食包括谷物、豆类和薯类。

熏蒸剂:

表 11-1 粮食中常见熏蒸剂最大残留限量(mg/kg)

项目	食品类别 / 名称	最大残留限量 ≤0.05	
磷化铝(以 H ₃ P 计)	稻谷、麦类、旱粮类、杂粮类、成品粮		
磷化镁(以 H ₃ P 计)	稻谷	≤0.05	
氯化苦	稻谷、麦类、旱粮类、杂粮类	≤0.1	
马拉硫磷	糙米	≤1	
	稻谷、麦类、旱粮类、杂粮类	≤8	
	大米	≤0.1	
	鲜食玉米	≤0.5	
甲基毒死蜱	稻谷、麦类、旱粮类、杂粮类、成品粮	≤0.5	

磷化物残留量的测定(钼蓝分光光度法)

原理:磷化物遇水和酸产生磷化氢,蒸出后吸收于酸性高锰酸钾溶液中,被氧化成磷酸,再与钼酸铵作用生成磷钼酸铵,被氯化亚锡还原成蓝色化合物钼蓝,与标准系列比较定量。

$$P^{3-}+3H^{+} \longrightarrow PH_{3} \uparrow$$

$$5PH_{3}+8KMnO_{4}+12H_{2}SO_{4} \longrightarrow 5H_{3}PO_{4}+4K_{2}SO_{4}+8MnSO_{4}+12H_{2}O$$

$$2H_{3}PO_{4}+24(NH_{4})_{2}MoO_{4}+21H_{2}SO_{4} \longrightarrow 2\left[(NH_{4})_{3}PO_{4}\cdot 12MoO_{3} \right] +21(NH_{4})_{2}SO_{4}+24H_{2}O$$

$$(NH_{4})_{3}PO_{4}\cdot 12MoO_{3}+2SnCl_{2}+7HCl \longrightarrow 3NH_{4}Cl+2SnCl_{4}+2H_{2}O+(Mo_{2}O_{5}\cdot 4MoO_{3})_{2}\cdot H_{3}PO_{4}$$
钼蓝

磷化物残留量的测定(钼蓝分光光度法)

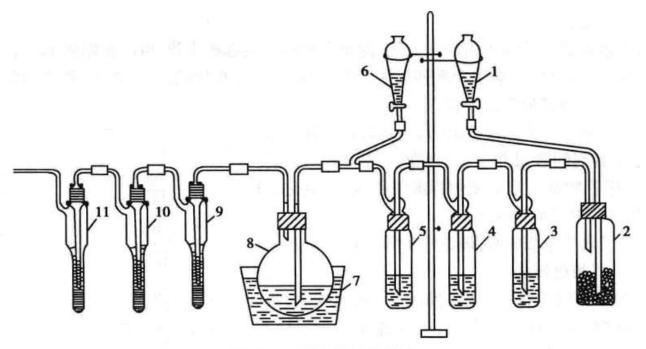


图 11-1 磷化氢发生装置

1,6. 分液漏斗;2. 二氧化碳发生瓶;3,4,5. 洗气瓶;7. 水浴;8. 反应瓶;9,10,11. 气体吸收管

- 1、气体吸收管中加适量高锰酸钾溶 液和硫酸。
- 2、二氧化碳发生瓶中装大理石碎块, 从分液漏斗中加入盐酸,产生的二氧 化碳依次通过装有饱和硝酸汞溶液、 酸性高锰酸钾溶液、饱和硫酸肼溶液 的洗气瓶后进入反应瓶。
- 3、样品装入反应瓶, 分液漏斗放入 硫酸, 反应瓶置于沸水浴中, 继续通 入二氧化碳。
- 4、反应结束,取下吸收管,滴加饱和亚硫酸钠溶液使高锰酸钾溶液褪色,吸收液用于测定。

磷化物残留量的测定(钼蓝分光光度法)

方法说明:

- 1、因磷化铝、磷化镁、磷化锌不稳定,需用磷酸二氢钾配制标准溶液。
- 2、大理石可能有含硫化合物等,酸性条件下可能产生硫化氢等影响 氧化还原反应的气体,需洗气消除影响。
- 3、应控制钼蓝显色的酸度在0.78-0.93mol/L, **酸度**过高, **不**显色, **酸度**过低, **可能假阳性**。
- 4、**当取**样量为50g时,**方法**检出限为0.020mg/kg。

粮食中氯化苦检验 分光光度法

原理:氯化苦被乙醇钠分解生成亚硝酸盐,在弱酸性溶液中与对氨基苯磺酸进行重氮化,然后再与N-1-萘基乙二胺盐酸耦合生成紫红色化合物,在538nm测定吸光度,与标准系列比较定量。

$$CCl_3NO_2+4C_2H_5ONa$$
 \longrightarrow $C(OC_2H_5)_4 + 3NaCl + NaNO_2$ $N \Longrightarrow NAc$ $NaNO_2+$ $+2HAc$ $+2HAc$ $+NaAc + 2H_2O$ $+2HAc$ $+NaAc + 2H_2O$ $+2HAc$ $+2HAc$ $+2HAc$ $+2HAc$ $+2HAc$ $+3NaCl + NaAc + 2H_2O$ $+3O_3H$ $+2HAc$ $+3O_3H$ $+2HAc$ $+3NaCl + NaNO_2$ $+3NaCl + N$

粮食中氯化苦检验

分光光度法

方法说明:

- 1、金属钠与乙醇作用放出氢气,配制乙醇钠时应远离火源,戴防护眼镜和手套。金属钠保存于煤油中,遇水会剧烈反应产生氢气,需防止和水相遇,避免着火,剩余的金属钠应放回煤油中保存。
- 2、配制氯化苦标准溶液时,应将氯化苦加入盛有适量乙醇溶剂的容量瓶中,用增重法得出氯化苦的质量,再稀释后配制一定浓度的使用液,可用亚硝酸钠代替氯化苦标准溶液。
- 3、当取样量为20g时, 检出限为0.050mg/kg。

安全问题

1、油脂酸败和高温劣变。

酸败过程:**水解和氧化。水解分**别为甘油、甘油一酯或二酯及脂肪酸。

氧化多发生在不饱和脂肪酸。**不**饱和脂肪酸紫外和氧作用下打开双键 形成过氧化物,再继续分别为低分子脂肪酸、醛、酮、醇等。

油脂高温下发生氧化、分解、聚合等,产生各种分解产物和聚合物, 使油脂品质劣变。

安全问题

1、油脂酸败和高温劣变

评价指标:

过氧化值(POV):油脂中不饱和脂肪酸被氧化形成的过氧化物含量。**一般以** 100g**油脂能使碘化**钾析出碘的克数表示。**是早期指**标,**但油脂**严重酸败和劣变时,**因其分解大于**产生,POV**反而下降**。

酸价(AV):中和1g油**脂中游离脂肪酸所需**氢氧化钾的毫克数。**酸价是衡量油脂** 酸败程度的重要指标。

极性组分(PC):食用油脂发生劣变时,产生比正常油脂分子(甘油三酯)极性 更大的一些成分的总称,包括甘油三脂的热氧化产物、热聚合产物、热氧化聚合 产物、水解产物等。是衡量煎炸油是否过度地反复使用和有害程度的关键指标。

安全问题

2、油脂污染及天然存在的有害物质

霉菌及毒素:被污染,最常见黄曲霉毒素。

多环芳烃类化合物、重金属等:被污染。

芥子苷、棉酚等:天然存在的有害物质。

安全问题

安全标准

表 11-2 食用植物油理化指标

项目 -		指标			
		植物原油	食用植物油	煎炸过程中食用植物油	
酸价*,(KOH)mg/g	«	4	3	5	
过氧化值 *,g/100g	€	0.25	0.25	_	
极性组分,%	€	_	_	27	
浸出油溶剂残留量,mg/kg	€	100	50	_	
游离棉酚,%	\leq	_	0.02(棉籽油)	_	

注:*表内项目如具体产品的强制性国家标准中已有规定,按已规定的指标执行

检验

过氧化值、酸价的检测

详见实践课程

检验

极性组分的检测

柱色谱法

原理:油脂通过硅胶柱,用石油醚-乙醚洗脱液洗脱,其中甘油三脂首先被洗脱,挥去溶剂,称量,即为非极性组分的质量,用上柱样品的质量减去非极性组分的质量则为极性组分的质量。

检验

极性组分的检测

柱色谱法

方法说明:

要求采用两种类型色谱柱. 当实验室 物浓度低于25℃,采用常用色谱柱, **如**11-3A型柱,当温度高于25℃,为防 止柱内产生气泡. 采用带有循环水套 的色谱柱,如图11-3B型柱,可用冰块 调节水温,保证柱温度低于25℃。

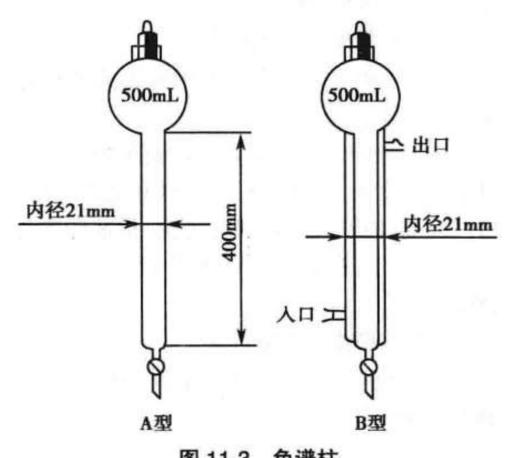


图 11-3 色谱柱

检验

游离棉酚的检测

紫外分光光度法

原理:样品中游离棉酚用丙酮提取后,**在最大吸收波**长378nm处测定吸光度值,与标准系列比较定量。

分析步骤:取一定量的油样,加70%丙酮,振荡提取,然后在冰箱中放置过夜。取上清液,过滤。取棉酚标准系列和处理后的样液,各加入70%丙酮,以70%丙酮做空白对照,于378nm波长测定吸光度值,标准曲线法定量。

检验

游离棉酚的检测

苯胺分光光度法

原理:样品中游离棉酚用丙酮提取后,在乙醇溶液中与苯胺反应生成 黄色的二苯胺棉酚,与标准系列比较定量。

CH(CH₁),

CH(CH₁),

检验

游离棉酚的检测

苯胺分光光度法

分析步骤: (黄色不好判断)

样品提取,过滤;配制棉酚标准溶液;

样液+标准(甲组)+苯胺+乙醇——测定吸光度值

样液+标准(乙组)+乙醇——测定吸光度值

用两组标准管吸光度值之差与标准浓度绘制标准曲线,以两组样液吸 光度值之差从标曲得出棉酚含量。这样可以消除样品本身颜色的干扰。

安全问题

畜禽疾病、腐败变质、添加剂、兽药残留及其他化学性污染。

必要理化检验项目:铅、镉、铬、总砷、总汞、苯并[α]芘、N-二甲基亚硝胺、有机氯农药及兽药残留、挥发性盐基氮、亚硝酸盐、酸价和过氧化值。

本节重点介绍肉类的腐败变质及其相关指标挥发性盐基氮的测定。

安全问题

食品腐败变质:一般是指食品在微生物为主的各种因素作用下,所发生的食品成分和感官性状的变化,从而使食品降低或丧失食用价值。

肉与肉制品:富含蛋白质、脂肪等,生产、储运过程容易腐败变质,产生多种产物,如有机酸、硫化氢、氨、腐胺、尸胺、甲胺等。

分解产物的含量与肉及肉制品的腐败变质程度相关, **可通过测定挥发性盐基氮来判断其新鲜度。**

挥发性盐基氮:是指动物性食品在腐败过程中,由于酶和细菌的作用,使蛋白质分解产生的氨和胺类等碱性含氮物质。国标规定鲜(冻)畜禽产品的挥发性盐基氮不得超过15mg/100g。

挥发性盐基氮检验

半微量定氮法:

原理:挥发性盐基氮在弱碱性条件下被蒸馏出来,吸收于硼酸溶液中,用标准酸溶液滴定,根据消耗酸标准溶液的体积,计算挥发性盐基氮的含量。反应式为:

$$2NH_3+4H_3BO_3 \longrightarrow (NH_4)_2B_4O_7+5H_2O$$

$$(NH_4)_2B_4O_7+2HCl+5H_2O \longrightarrow 2NH_4Cl+4H_3BO_3$$

挥发性盐基氮检验

半微量定氮法:

分析步骤:

将样品除去脂肪、骨和肌腱后,切碎搅匀,称取适量,加10倍无氨蒸馏水浸渍30min,振摇,过滤,滤液置冰箱备用;

取适量样液用半微量定氮装置蒸馏, 经硼酸溶液吸收后, **用**盐酸或硫酸标准溶液滴定。

挥发性盐基氮检验

半微量定氮法:

方法说明:

- 1、实验前用蒸馏水、**水蒸气充分洗**涤半微量定氮装置。实验结束后, **依次用稀硫酸溶液、蒸**馏水并通入水蒸气洗净内室残留物。
- 2、取2g/L甲基红乙醇溶液与1g/L**次甲基**蓝乙醇溶液,临用前等体积混合配制混合指示剂。变色点为pH5.4,呈蓝紫色。

挥发性盐基氮检验

微量扩散法:

原理:

挥发性盐基氮可在37℃饱和碳酸钾溶液中释出,挥发后吸收于硼酸溶液中,用标准酸溶液滴定,计算含量。

挥发性盐基氮检验

微量扩散法:

分析步骤:

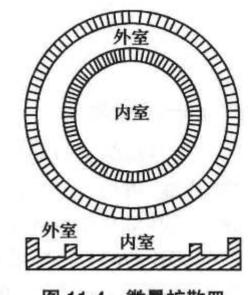


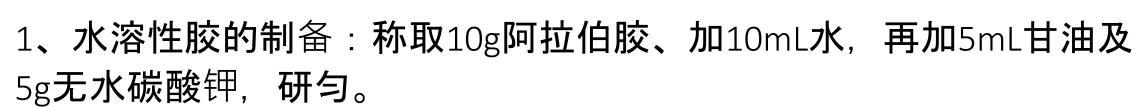
图 11-4 微量扩散皿

在扩散皿的边缘涂上水溶性胶,在皿中央内室加硼酸吸收液和混合指示剂。在外室一侧加入样品滤液,另一侧加饱和碳酸钾溶液,密封,转动使样品和碱液混合,在37℃放置2h。用盐酸或硫酸标准溶液滴定内室,终点呈蓝紫色,同时做试剂空白试验。

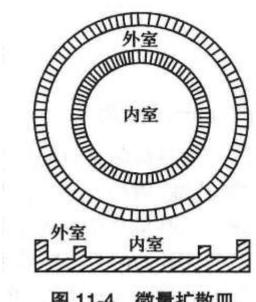
挥发性盐基氮检验

微量扩散法:

方法说明:



- 2、**加盖密封前,勿使外室两**侧溶液接触,**防止**挥发性含氮物质的挥发 损失。
- 3、扩散皿洗涤时. **先**经皂液煮洗再经稀酸液中和. 蒸馏水冲洗. 烘干 后才能使用。



安全问题

腐败变质:类似于肉类,**蛋白**质分解产生多种产物,挥发性盐基氮增 加,**有些水**产品含有较多组氨酸,**形成大量的**组胺。

天然毒素:河豚含有河豚毒素,文蛤及石房蛤等含岩蛤毒素,深海鱼含雪卡霉素等。

各种污染:有害金属、药物残留、有机污染物等。(三价砷毒性大于 五价砷,无机砷毒性大于有机砷、有机汞毒性大于无机汞,形态分离)

安全问题

表 11-3 水产品部分理化指标

项目	指标	
组胺 *,mg/100g		
鲐鱼	≤100	
其他鱼类	≤30	
无机砷(以 As 计), mg/kg		
鱼类及其制品	≤0.1	
其他水产动物及其制品	≤0.5	
甲基汞,mg/kg		
肉食性鱼类及其制品	≤1.0	
其他水产动物及其制品	≤0.5	

注: "不适用于活的水产品

水产品中组胺检验

分光光度法:

原理:样品中的组胺用正戊醇提取后,**在弱碱性条件下与重氮**盐发生 **反**应,**生成橙色的偶氮化合物**,与标准系列比较定量,**反**应式如下:

$$NH_{2}$$

$$+ NaNO_{2} + HCl$$

$$NO_{2}$$

$$+ NaCl + 2H_{2}O$$

$$+ Na$$

水产品中组胺检验

分光光度法:

分析步骤: 称取一定样品, 加入三氯乙酸溶液浸泡提取组胺并沉淀蛋白质, 过滤:

取滤液,用氢氧化钠调至碱性,使组胺游离,用正戊醇萃取;

取正戊醇提取液,加盐酸,使组胺成为盐酸盐易溶于水,被反萃取至 盐酸溶液,合并,定容;

将样液和组胺标准溶液调至弱碱性,加偶氮试剂,480nm测A,定量,检出限为50mg/kg。

水产品中无机砷检验

酸提取法:

样品在6mol/L盐酸溶液中,**水浴加**热,**提取无机砷的**氯化物,**分离无机砷和有机砷**。**在**2mol/L盐酸条件下,**用**氢化物原子荧光光度法或银盐法测定总无机砷。

注意:可用辛醇做消泡剂;

方法检出限分别为0.04mg/kg(氢化物原子荧光光度法)和 0.1mg/kg(银盐法)。

水产品中甲基汞检验

酸提取巯基棉法:

原理:样品中的甲基汞经含有Cu²⁺**的稀**盐酸溶液萃取后,**在**pH3-3.5**下**用巯基棉吸附,**再用**盐酸溶液洗脱后,**以苯萃取**,经气相色谱分离,电子捕获检测器检验。

或用碱性氯化亚锡将甲基汞还原成汞蒸气, **采用**测汞仪测定。

水产品中甲基汞检验

酸提取巯基棉法:

分析步骤:

样品加氯化钠研磨,加入铜盐置换出与组织结合的甲基汞;

用盐酸(1+11)萃取,**离心或**过滤,调上清液至3-3.5,过巯基棉柱。 (**有机和无机汞均被截留**),**用**pH3-3.5**的水洗去**杂质,**用**盐酸(1+5) 选择性洗脱甲基汞,**收集洗脱液**;

在洗脱液和适量标准使用液分别加入1.0mL**苯,振**摇,**分**层,**吸出苯液**, **加无水硫酸**钠,摇匀,**静**置,**取**样液进行GC测定,**定**量。

水产品中甲基汞检验

酸提取巯基棉法:

方法说明:

1、巯基棉的制备:**棉花是葡萄糖聚合物,含大量**羟基**、在乙酸、乙酸**酐和 硫酸存在下,能与硫代乙醇酸缩合,而带上巯基。

巯基棉上的巯基在特定条件下能与多种金属及其化合物结合,**在一定条件下** 下又能被洗脱。因此,常用于金属及其化合物的分离、净化和富集。

水产品检验

水产品中甲基汞检验

酸提取巯基棉法:

方法说明:

1、巯基棉的制备:

巯基棉对汞的吸附效率受pH**影响很大**, **在**pH3-3.5时, 对汞的吸附效率**最大**。

2、样品加入等量氯化钠研磨, **既有助于研磨**样品, **又可**盐析样品中蛋白质, 还可提供足量的氯离子, **使甲基汞**稳定。

乳及乳制品中主要安全问题

乳及乳制品在生产、加工、贮藏、**运**输、销售等每一环节可能不规范操作而出现安全问题。

微生物污染后,**大量繁殖分解**营养成分,造成腐败变质。

蛋白质分解产物:**硫化**氢、吲哚等可产生臭味。**乳糖分解成乳酸**, pH **下降**导致蛋白质凝固。

饲料中真菌毒素、农药残留、有害元素、兽药残留均会造成污染。

乳及乳制品安全国家标准

表 11-4 生乳理化指标

项目			指标		
冰点 *b, ℃			-0.500~-0.560	1997 - 1	
相对密度(20℃/4℃)			≥1.027		
蛋白质,g/100g			≥2.8		
脂肪,g/100g			≥3.1		
非脂乳固体,g/100g	de la		≥8.1		
酸度,°T					
牛乳b			12~18		
羊乳			6~13		
杂质度,mg/kg			≤4.0		
	冰点 *b, ℃ 相对密度(20℃/4℃) 蛋白质,g/100g 脂肪,g/100g 非脂乳固体,g/100g 酸度,℃ 牛乳 b 羊乳	冰点 *b, ℃ 相对密度(20℃/4℃) 蛋白质,g/100g 脂肪,g/100g 非脂乳固体,g/100g 酸度,°T 牛乳 b 羊乳	冰点*b, ℃ 相对密度(20℃/4℃) 蛋白质,g/100g 脂肪,g/100g 非脂乳固体,g/100g 酸度,°T 牛乳b 羊乳	冰点 ab, ℃ -0.500~-0.560 相对密度(20℃ /4℃) ≥1.027 蛋白质,g/100g ≥2.8 脂肪,g/100g ≥3.1 非脂乳固体,g/100g ≥8.1 酸度,°T 牛乳 b 12~18 羊乳 6~13	冰点 *b, ℃ -0.500~-0.560 相对密度(20℃ /4℃) ≥1.027 蛋白质,g/100g ≥2.8 脂肪,g/100g ≥3.1 非脂乳固体,g/100g ≥8.1 酸度, ℃ +乳 b 12~18 羊乳 6~13

注: "挤出 3h 检测, b 仅用于荷斯坦奶牛

乳及乳制品脂肪检验

脂肪以脂肪球形式存在,被酪蛋白钙盐包裹,**不能直接被乙醚、石油** 醚提取,需要预先处理使脂肪游离,再进行测定。

测定方法:

碱性乙醚提取法(包括毛氏法、罗紫-歌特里法)、盖勃法、巴布科克法、伊尼霍夫碱法。

乳及乳制品脂肪检验

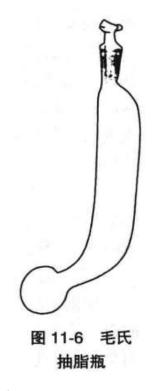
碱性乙醚提取法:

原理:利用氨水使包裹脂肪球的酪蛋白钙盐成为可溶性铵盐,使脂肪游离出来,再用乙醚-石油醚提取脂肪,蒸馏去除溶剂后,残留物即为乳或乳制品脂肪。

乳及乳制品脂肪检验

碱性乙醚提取法:

分析步骤:



毛氏法:取一定样品于毛氏抽脂瓶,液体乳直接加入氨水,乳制品加水溶解后加入氨水,水浴加热,振荡。冷却后加乙醇,混合,依次加乙醚和石油醚,密塞振摇,放入毛氏离心机离心或静置至上层澄清。将上层样液倒入已加沸石的脂肪收集瓶,重复抽取2-3次,合并提取液。

挥去溶剂后,干燥至恒重,计算脂肪含量。

乳及乳制品脂肪检验

碱性乙醚提取法:

分析步骤:

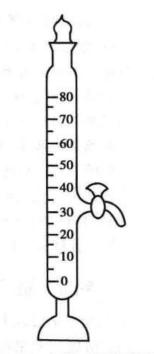


图 11-7 罗紫 - 哥特里抽脂瓶

罗紫-哥特里法:取一定样品于罗紫-歌特里抽脂瓶,加氨水,混匀,水 浴加热,振摇后加乙醇,摇匀,依次加乙醚、石油醚振摇,读取醚层 体积,取一定量醚层于脂肪收集瓶,挥去溶剂,干燥至恒重,计算脂 肪含量。

乳及乳制品脂肪检验

碱性乙醚提取法:

方法说明:

- 1、提取加乙醇是沉淀蛋白质,溶解醇溶性物质,使其留在水相。加入石油 醚是降低乙醚的极性,有利于乙醚与水分层,避免水溶性物质进入醚层。
- 2**、抽取物**应全部是脂溶性成分,**否**则测定结果偏高。(**加石油**醚验证,**看** 是**否全部溶解**)
- 3、此法适用于巴氏灭菌乳、灭菌乳、生乳、发酵乳、调制乳、乳粉、炼乳、奶油、稀奶油和婴幼儿配方食品中脂肪的测定。对于含淀粉样品,应先加淀粉酶使淀粉完全水解后再测定。

乳及乳制品脂肪检验

盖勃法:

原理:

在样品中加入浓硫酸破坏乳的胶体性,且乳中的酪蛋白钙盐转变成可溶性的重硫酸酪蛋白,使脂肪游离出来,再利用加热离心,使脂肪完全迅速分离,直接读取脂肪的百分数。

乳及乳制品脂肪检验

盖勃法:

分析步骤:

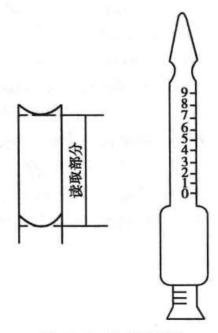


图 11-8 盖勃乳脂计

10mL硫酸加入盖勃乳脂计中,沿着管壁加入10.75mL样品,加入1mL异戊醇,密塞,瓶口向下,振摇,静置。65-70℃水浴5min,离心5min,再65-70℃水浴加热,取出立即读数,即为脂肪的百分数。

乳及乳制品脂肪检验

盖勃法:

方法说明:

- 1、硫酸可破坏脂肪球膜,使脂肪游离,还可增加液体的相对密度,使脂肪容易浮出,但需注意浓度,过浓会炭化乳影响读数,过稀不能使酪蛋白完全溶解,使测定值偏低或使脂肪层浑浊。
- 2、加入异戊醇是促使脂肪析出,并降低脂肪球表面张力,有利于形成连续的脂肪层。
- 3、**适用于巴氏**灭菌乳、灭菌乳、生乳中脂肪的测定,但不适合测定含巧克力、糖的乳制品,因为硫酸可使巧克力和糖等炭化,测定误差大。

分类

- 1、发酵酒:经发酵或部分发酵酿制而成的饮料酒,如啤酒、葡萄酒、 清酒等。酒精含量4-18%。
- 2、蒸馏酒:以粮谷、薯类、水果、乳类等为主要原料,经发酵、蒸馏 勾兑而成的饮料酒。如白酒、伏特加等。酒精含量多在40%以上,其他 固形物含量极少,刺激性较强。
- 3、配制酒:以发酵酒、蒸馏酒和食用酒精为酒基,加入可食用的辅料或食品添加剂,进行调配、混合或再加工制成的,已改变了其原酒基风格的饮料酒,如桂花酒、人参酒、玫瑰酒等。含糖分、色素及不同量的固形物,酒精含量大多在15-40%。

酒中主要有害物质

- 1、甲醇:来自于原料中的果胶。
- 2、醛类:来自于糠麸和谷壳等原料,包括甲醛、乙醛、丁醛等。
- 3、氰化物:来源于含氰苷的木薯或果核等原料,水解产生氢氰酸。
- 4、有害金属:铅来自于蒸馏器、冷凝器、贮酒容器和管道。
- 5、真菌毒素:原料受到真菌毒素污染。
- 果酒、啤酒生产需加入适量二氧化硫或亚硫酸盐

配制酒添加香精、色素等。

酒类安全国家标准

表 11-5 酒类主要理化指标

	项目	酿酒原料或酒种类	指标
蒸馏酒	甲醇 ",g/L	粮谷类	≤0.6
及其配制酒		其他	≤2.0
	氰化物 *(以 HCN 计), mg/L		≤8.0
	铅(以Pb计),mg/kg	蒸馏酒	≤0.5
		其他	≤0.2
发酵酒	甲醛,mg/L	啤酒	≤2.0
及其配制酒	铅(以Pb计),mg/kg	黄酒	≤0.5
	*** I I I I		50.10
	项目	酿酒原料或酒种类	指标
A10 - 1 - 1 - 1 - 10 - 10 - 10	The Indiana Specification is better	其他	≤0.2
	展青霉素,μg/kg	苹果、山楂	≤50
	总二氧化硫(以SO2计),g/L	葡萄酒、果酒	≤0.25
发酵酒及其配制酒	g/kg	啤酒	≤0.01
	苯甲酸及其钠盐(以苯甲酸计),g/kg	果酒	≤0.8
	g/kg	配制酒(仅限预调酒)	≤0.4

注: "甲醇、氰化物指标均按 100% 酒精度折算

酒中甲醇检验

气相色谱法

品红亚硫酸分光光度法

原理:甲醇在酸性条件下,被高锰酸钾氧化成甲醛,过量的高锰酸钾及在反应中生成的二氧化锰用草酸还原除去,甲醛与品红亚硫酸作用生成蓝紫色化合物,在最大吸收波长590nm测定吸光度值,与标准比较,计算酒样中甲醇的含量。

酒中甲醇检验

气相色谱法

品红亚硫酸分光光度法

分析步骤:

1、样品处理:浑浊蒸馏酒、配制酒先蒸馏。如样品含甲醛,应先除去甲醛:100mL酒加硝酸银,氢氧化钾,再加水,蒸馏,收集流出液供测定。 AgNO₃+KOH → AgOH+KNO₃

$$2AgOH \longrightarrow Ag_2O+H_2O$$

 $Ag_2O+HCHO \longrightarrow HCOOH+2Ag$

酒中甲醇检验

气相色谱法

品红亚硫酸分光光度法

分析步骤:

2、测定:**用酒精**计测定乙醇浓度,**保**证样品管乙醇浓度为6%。

配制甲醇标准系列,加入无甲醇的乙醇使样品管和标准管乙醇浓度一致。

定容后依次加入高锰酸钾-磷酸溶液,加草酸-硫酸溶液,混匀脱色,加品红-亚硫酸溶液显色,测吸光度值。

酒中甲醇检验

气相色谱法

品红亚硫酸分光光度法

方法说明:

- 1、样品有色、浑浊或含有甘油、**果胶等氧化后能生成甲**醛的物质,**会影响**测定结果。
- 2**、配制品**红-亚硫酸溶液时,亚硫酸钠的加入量要适当,过量会降低显色的灵**敏度。如**试剂变红,**不可再用**。
- 3、甲醇显色的灵敏度和溶液中乙醇浓度相关,溶液中乙醇浓度5-6%为宜。

酒中氰化物检验

异烟酸-吡唑酮分光光度法

原理:

在酸性条件下蒸馏酒样**、使其中的**氰化物蒸出并吸收于碱性溶液中,**在** pH7.0**条件下**,氯胺T**能将**氰化物转变为氯化氰,氯化氰再与异烟酸-**吡**唑 酮作用,**生成**蓝色化合物,标准系列比较定量。