



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.47—2003
代替 GB/T 5009.47—1996

蛋与蛋制品卫生标准的分析方法

Method for analysis of hygienic standard
of egg and egg products

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 5009.47—1996《蛋与蛋制品卫生标准的分析方法》。

本标准与 GB/T 5009.47—1996 相比主要修改如下：

按照 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由卫生部食品卫生监督检验所、河南省卫生防疫站负责起草。

本标准于 1985 年首次发布，1996 年第一次修订，本次为第二次修订。

蛋与蛋制品卫生标准的分析方法

1 范围

本标准规定了蛋与蛋制品中各项卫生指标的分析方法。

本标准适用于蛋与蛋制品中各项卫生指标的分析。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB 2748 鲜蛋卫生标准

GB 2749 蛋制品卫生标准

GB/T 5009.3—2003 食品中水分的测定

GB/T 5009.11 食品中总砷及无机砷的测定

GB/T 5009.12 食物中铅的测定

GB/T 5009.14 食品中锌的测定

GB/T 5009.17 食品中总汞及有机汞的测定

GB/T 5009.19 食品中六六六、滴滴涕残留量的测定

鲜蛋

适用于鲜蛋、冷藏鲜蛋、化学贮藏鲜蛋。

3 感官检查

3.1 鲜蛋

蛋壳清洁完整,灯光透视时整个蛋呈微红色,蛋黄不见或略见阴影。打开后蛋黄凸起完整,并带有韧性,蛋白澄清透明,稀稠分明。

3.2 冷藏鲜蛋

经冷藏其品质应符合 GB 2748 规定。

3.3 化学贮藏蛋

经化学方法(石灰水、泡花碱等)贮藏,其品质应符合 GB 2748 规定。

4 理化检验

4.1 无机砷

取鲜蛋 10 个,去壳,全部混匀,取样。

分析按 GB/T 5009.11 操作。

4.2 汞

取鲜蛋 10 个,去壳,全部混匀,取样。

分析按 GB/T 5009.17 操作。

4.3 锌

取鲜蛋 10 个,去壳,全部混匀,取样。

分析按 GB/T 5009.14 操作。

4.4 六六六、滴滴涕

按 GB/T 5009.19 操作。

冰全蛋

适用于以鲜蛋为原料经打蛋、过滤、冷冻制成的蛋制品。

5 感官检查

坚洁均匀,黄色或淡黄色,具有冰鸡全蛋的正常气味,无异味和杂质。

必要时使用下列方法鉴定。

5.1 状态

用餐刀在产品的表面上用力压紧,冰冻良好的冰蛋品刀不能切入内部,即为冰冻坚硬。试样解冻后肉眼观察冰全蛋,冰蛋白全部为均匀液体,冰蛋黄为稠密均匀的膏状体。

5.2 气味

在冰冻状和融化后,分别以嗅觉检验,应具有本品应有的气味而无其他异味,必要时可结合做下列试验:取试样 20 g 于 100 mL 烧杯中,加入 50 mL 沸水,趁热立即嗅其气味。

5.3 色泽

解冻前先观察冷冻状态的色泽,解冻后将蛋液注入 50 mL 无色烧杯中,放在白纸上观察。

5.4 杂质

取解冻后的蛋液 100 mL,置于白糖瓷盘中,缓缓加入清水 100 mL~200 mL,使成稀释液,然后观察其有无杂质。倘有可疑杂质及未融解的蛋块时,即用镊子取出,再将所余的清液移入筛孔为 1 mm 的筛内,过滤。筛上如留杂质,用水冲洗一次,与以上所检出者一并用放大镜检查。

6 理化检验

6.1 水分

6.1.1 甲法:按 GB/T 5009.3—2003 直接干燥法操作。

6.1.2 乙法:称取约 1.50g 试样于已恒量的称量瓶中,置于 120℃±2℃ 恒温干燥箱内干燥 2 h,取出,移入干燥器内,放置 30 min,待冷后一次称量,计算同甲法。

6.2 脂肪(三氯甲烷冷浸法)

6.2.1 原理

三氯甲烷浸出物以脂肪计。

6.2.2 试剂

中性三氯甲烷:内含无水乙醇(1%)。取三氯甲烷,以等量的水洗一次,同时按三氯甲烷体积 20:1 的比例加入氢氧化钠溶液(100 g/L),洗涤二次,静置分层。倾出洗涤液,再用等量的水洗涤 2 次~3 次,至呈中性。将三氯甲烷用无水氯化钙脱水后,于 80℃ 水浴上进行蒸馏,接取中间馏出液并检查是否为中性。于每 100 mL 三氯甲烷中加入无水乙醇 1 mL,贮于棕色瓶中。

6.2.3 仪器

6.2.3.1 脂肪浸抽管:玻璃质,管长 150 mm,内径 18 mm,缩口部填脱脂棉,见图 1。

6.2.3.2 脂肪瓶:标准磨口,容量约 150 mL。



图1 脂肪浸抽管

6.2.4 分析步骤

6.2.4.1 甲法

称取 2.00 g~2.50 g 均匀试样于 100 mL 烧杯中,加约 15 g 无水硫酸钠粉末,以玻璃棒搅匀,充分研细,小心移入脂肪浸抽管中,用少许脱脂棉拭净烧杯及玻璃棒上附着的试样,将脱脂棉一并移入脂肪浸抽管内。用 100 mL 中性三氯甲烷分 10 次浸提管内试样,使脂肪提净为止,将三氯甲烷滤入已知质量的脂肪瓶中,移脂肪瓶于水浴上接冷凝器回收三氯甲烷。将脂肪瓶置于 70℃~75℃ 恒温真空干燥箱内干燥 4 h(在开始 30 min 内抽气至真空度 53.3 kPa,以后至少间隔抽三次,每次至真空度 93.3 kPa 以下),取出,移入干燥器内放置 30 min,称量,以后每干燥 1 h(抽气两次)称量一次,至先后两次称量相差不超过 2.0 mg。

6.2.4.2 结果计算

试样中脂肪含量按式(1)进行计算。

$$X = \frac{(m_2 - m_3)}{m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X —— 试样中脂肪含量;

m_1 —— 试样质量,单位为克(g);

m_2 —— 脂肪瓶加脂肪质量,单位为克(g);

m_3 —— 脂肪瓶质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

6.2.4.3 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 3%。

6.2.4.4 乙法

同 6.2.4.1 取样,浸抽,回收三氯甲烷。然后将脂肪瓶于 78℃~80℃ 干燥 2 h,取出放干燥器内 30 min,称量,以后每干燥 1 h 称量一次,至先后两次称量相差不超过 2.0 mg。

6.2.4.5 结果计算

同 6.2.4.2。

6.2.4.6 精密度

同 6.2.4.3。

6.3 游离脂肪酸

6.3.1 甲法

6.3.1.1 原理

将蛋中油脂用三氯甲烷提取后以乙醇钠标准滴定溶液滴定,测定其游离脂肪酸(以油酸计)的含量。

6.3.1.2 试剂

6.3.1.2.1 中性三氯甲烷:同 6.2.2。

6.3.1.2.2 酚酞指示液:乙醇溶液(10 g/L)。

6.3.1.2.3 乙醇钠标准滴定溶液 [$c(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{ONa})=0.05 \text{ mol/L}$]:量取 800 mL 无水乙醇,置于锥形瓶中,将 1 g 金属钠切成碎片,分次加入无水乙醇中,待作用完毕后,摇匀,密塞,静置过夜,将澄清液倾入棕色瓶中(配制乙醇钠溶液时,钠与乙醇作用放出氢气,故应离火远些。金属钠与切下的表面碎片应放回原煤油液中保存,切勿接触水,以免着火,配制时戴上眼镜与手套以做好防护),并按下述方法标定。

准确称取约 0.2 g 在 105℃~110℃ 干燥至恒量的基准邻苯二甲酸氢钾,加 50 mL 新煮沸过的冷水,振摇使溶解,加 3 滴酚酞指示液,用上述配制乙醇钠溶液滴定至初显粉红色 30 s 不褪,同时做试剂空白试验。

乙醇钠标准溶液的实际浓度按式(2)进行计算。

$$c = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.2040} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c ——乙醇钠标准溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——邻苯二甲酸氢钾的质量,单位为克(g);

V_1 ——邻苯二甲酸氢钾消耗乙醇钠溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——试剂空白消耗乙醇钠溶液的体积,单位为毫升(mL);

0.2040——与 1.00 mL 乙醇钠标准滴定溶液 [$c(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{ONa})=1.000 \text{ mol/L}$]相当的邻苯二甲酸氢钾的质量,单位为克(g)。

6.3.1.3 分析步骤

将测定脂肪后所得干燥浸出物以 30 mL 中性三氯甲烷溶解,加 3 滴酚酞指示液,用乙醇钠标准滴定溶液 (0.050 mol/L) 滴定,至溶液呈现粉红色 30 s 不褪为终点。

6.4 结果计算

试样中游离脂肪酸的含量按式(3)进行计算。

$$X(\text{以油酸计}) = \frac{V \times c \times 0.2820}{m} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中:

X ——试样中游离脂肪酸的含量,单位为克每百克(g/100g);

V ——试样消耗乙醇钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——乙醇钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——测定脂肪时所得干燥浸出物的质量,单位为克(g);

0.2820——与 1.00 mL 乙醇钠标准滴定溶液 [$c(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{ONa})=1.000 \text{ mol/L}$]相当的油酸质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

6.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 5%。

6.6 乙法

游离脂肪酸(以油酸计)按式(4)进行计算。

$$\text{游离脂肪酸(以油酸计)} = \text{酸价} \times 0.503 \dots\dots\dots(4)$$

式中:

酸价——蛋品中 1 g 油脂所含游离脂肪酸所需氢氧化钾的毫克数;

0.503——经验数值。

6.7 无机砷

按 GB/T 5009.11 操作。

6.8 汞

按 GB/T 5009.17 操作。

6.9 锌

按 GB/T 5009.14 操作。

6.10 六六六、滴滴涕

按 GB/T 5009.19 操作。

巴氏杀菌冰全蛋

适用于以鲜蛋为原料经打蛋、过滤、巴氏低温杀菌、冷冻制成的蛋制品。

7 感官检查

坚洁均匀,黄色或淡黄色。具有冰鸡全蛋的正常气味,无异味或杂质,应符合 GB 2749 的规定。

8 理化检验**8.1 水分**

同 6.1。

8.2 脂肪

同 6.2。

8.3 游离脂肪酸

同 6.3。

8.4 无机砷

按 GB/T 5009.11 操作。

8.5 汞

按 GB/T 5009.17 操作。

8.6 锌

按 GB/T 5009.14 操作。

8.7 六六六、滴滴涕

按 GB/T 5009.19 操作。

冰蛋黄

适用于以鲜蛋的蛋黄为原料,经加工处理、冷冻制成的蛋制品。

9 感官检查

坚洁均匀,黄色,具有冰鸡蛋黄的正常气味,无异味和杂质,应符合 GB 2749 的规定。

10 理化检验**10.1 水分**

同 6.1。

10.2 脂肪

同 6.2,称取试样量不超过 2 g。

10.3 游离脂肪酸

同 6.3。

10.4 无机砷

按 GB/T 5009.11 操作。

10.5 汞

按 GB/T 5009.17 操作。

10.6 锌

按 GB/T 5009.14 操作。

10.7 六六六、滴滴涕

按 GB/T 5009.19 操作。

冰蛋白

适用于以鲜蛋的蛋白为原料,经加工处理、冷冻制成的蛋制品。

11 感官检查

坚实均匀,白色或乳白色,具有正常冰鸡蛋白的正常气味,无异味和杂质,应符合 GB 2749 的规定。

12 理化检验

12.1 水分

同 6.1。

12.2 无机砷

按 GB/T 5009.11 操作。

12.3 汞

按 GB/T 5009.17 操作。

12.4 锌

按 GB/T 5009.14 操作。

12.5 六六六、滴滴涕

按 GB/T 5009.19 操作。

巴氏杀菌全蛋粉

适用于以鲜蛋为原料经打蛋、过滤、巴氏低温消毒、喷雾干燥制成的蛋制品。

13 感官检查

粉末状或极易松散之块状,均匀淡黄色,具有全蛋粉的正常气味,无异味和杂质,应符合 GB 2749 的规定。

14 理化检验

14.1 溶解指数

14.1.1 原理

根据试样溶于氯化钠溶液(50 g/L)的折光指数,计算溶解指数。

14.1.2 试剂

氯化钠溶液(50 g/L):称取 5g 氯化钠溶解水中后稀释至 100 mL。

14.1.3 仪器

14.1.3.1 阿贝氏折光计。

14.1.3.2 振荡器:左右式。

14.1.4 分析步骤

称取 1.00 g 混匀试样(以干样计),置于 50 mL 锥形瓶中,准确加入 5 mL 氯化钠溶液(50 g/L),加 5 粒小玻璃珠,用橡皮塞塞紧瓶口。轻轻旋摇锥形瓶使蛋粉全部湿润,然后振荡 0.5 h。取下锥形瓶,将样液倾入内径 15 mm 试管中(如样液中仍有蛋粉颗粒存在应重做试验),静置 1.5 h。取内径约 2 mm 的尖端吸管,尖端向下,用手指按紧吸管上口,小心将吸管插入试管至样液底部,开启吸管上口,使管底样液升入吸管尖端内部少许,紧堵吸管上口取出吸管,用脱脂棉将吸管外壁的蛋液拭净,小心将样液滴于折光计三棱镜上,调节折光计所附水管的水温为 20℃,读取样液的折光指数。同时测定氯化钠溶液(50 g/L)的折光指数。

14.1.5 结果计算

溶解指数按式(5)进行计算。

$$X = (R - R_1) \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

X ——溶解指数;

R ——试样溶液的折光指数;

R₁ ——氯化钠溶液(50 g/L)的折光指数。

14.2 水分

准确称取 2.00 g 混匀试样,按 6.1 操作。

14.3 脂肪

14.3.1 试剂

同 6.2.2。

14.3.2 仪器

同 6.2.3。

14.3.3 分析步骤

准确称取约 1.00 g 混匀的试样,置于脂肪浸抽管内,试样上覆以少许脱脂棉。以下按 6.2.4.1 自“用 100 mL 中性三氯甲烷分 10 次浸提管内试样……”起,依法操作。

14.4 游离脂肪酸

同 6.3。

14.5 无机砷

按 GB/T 5009.11 操作。

14.6 汞

按 GB/T 5009.17 操作。2.8 g 巴氏杀菌全蛋粉相当 10 g 鲜蛋。

14.7 锌

按 GB/T 5009.14 操作。2.8 g 巴氏杀菌全蛋粉相当 10 g 鲜蛋。

14.8 六六六、滴滴涕

按 GB/T 5009.19 操作。

鸡全蛋粉、鸡蛋黄粉

适用于以鲜蛋为原料经打蛋、过滤、喷雾干燥制成的蛋制品。

适用于以鲜蛋的蛋黄为原料经加工处理、喷雾干燥制成的蛋制品。

15 感官检查

粉末状或极易松散的块状,均匀淡黄色(蛋黄粉为均匀黄色),具有蛋粉或鸡蛋黄粉的正常气味,无

异味和杂质,应符合 GB 2749 的规定。

16 理化检验

16.1 溶解指数

同 14.1。

16.2 水分

同 14.2。

16.3 脂肪

同 14.3。

16.4 游离脂肪酸

同 6.3。

16.5 无机砷

按 GB/T 5009.11 操作。2.8 g 全蛋粉相当 10 g 鲜蛋,4.8 g 蛋黄粉相当 10 g 鲜蛋黄。

16.6 汞

按 GB/T 5009.17 操作。2.8 g 全蛋粉相当 10 g 鲜蛋,4.8 g 蛋黄粉相当 10g 鲜蛋黄。

16.7 镉

按 GB/T 5009.14 操作。2.8 g 全蛋粉相当 10 g 鲜蛋,4.8 g 蛋黄粉相当 10 g 鲜蛋黄。

16.8 六六六、滴滴涕

按 GB/T 5009.19 操作。2.8 g 全蛋粉相当 10 g 鲜蛋,4.8 g 蛋黄粉相当 10 g 鲜蛋黄。

蛋白片

适用于以鲜蛋的蛋白为原料,经加工处理、发酵、干燥制成的蛋制品。

17 感官检查

晶片状及碎屑状,呈均匀浅黄色,具有鸡蛋白片的正常气味,无异味和杂质,应符合 GB 2749 的规定,必要时用下列方法鉴定。

17.1 杂质

用二倍放大镜检查。

17.2 碎屑

将全部试样称量,置直径 300 mm、筛孔 1.5 mm 的铜筛中,均匀用力筛 30 转,称量筛下碎屑质量按式(6)进行计算。

$$X = \frac{m_2}{m_1} \times 1000 \dots\dots\dots(6)$$

式中:

X——试样中碎屑,单位为克每百克(g/100g);

m₁——试样质量,单位为克(g);

m₂——筛下碎屑质量,单位为克(g)。

18 理化检验

18.1 水分

同 6.1 操作。

18.2 水溶物

18.2.1 原理

根据蒸干试样水溶液中水分,剩余固体物的量,计算水溶物。

18.2.2 分析步骤

18.2.2.1 甲法

称取 10.00 g 研碎的试样,置于 250 mL 烧杯中,先加约 20 mL 水,用玻璃棒轻轻搅拌,再加约 150 mL 水,待全部溶解后移入 500 mL 容量瓶中,用水洗净烧杯中残余物,洗液并入容量瓶中,加水至刻度,混匀。静置 2 h 后,再继续混匀,取出溶液约 80 mL 置入 100 mL 离心管中,以 3 000 r/min 的转速离心 30 min。待溶液透明清亮后,吸取 50 mL,移入 100℃干燥恒量的蒸发皿中,在水浴上蒸干后,于 100℃干燥 2 h,置干燥器内 30 min,称量。以后每干燥 1 h 称量一次,至先后两次质量相差不超过 10 mg。

18.2.2.2 乙法

按 18.2.2.1 称样,溶解,定容,静置 2 h 后再继续摇匀,用定量滤纸过滤至 500 mL 锥形瓶中,弃去最初的滤液约 30 mL。吸取澄清液 50 mL,以下按 18.2.2.1 自“移入 100℃干燥恒量的蒸发皿中……”起,依法操作。

18.2.2.3 结果计算

试样中水溶物按式(7)进行计算。

$$X = \frac{m_2}{m_1 \times 50/500} \times 100 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

X ——试样中水溶物,单位为克每百克(g/100g);

m_1 ——试样质量,单位为克(g);

m_2 ——测定用试样水溶物质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

18.2.2.4 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 5%。

18.3 总酸度

18.3.1 原理

根据中和试样水溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积计算总酸度。

18.3.2 试剂

18.3.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=0.05 \text{ mol/L}$]。

18.3.2.2 酚酞-乙醇指示液(10 g/L):取 0.5 g 酚酞用乙醇溶解后稀释至 50 mL。

18.3.3 分析步骤

吸取 50.0 mL 按 18.2.2.1 制备的溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,加 50 mL 水摇匀,加酚酞指示液 5 滴,用氢氧化钠标准滴定溶液(0.05 mol/L)滴定至出现粉红色 0.5 min 内不褪。同时吸取 100 mL 水做试剂空白试验。

18.3.4 结果计算

试样中的总酸度按式(8)进行计算。

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times 0.09 \times c}{m \times 50/500} \times 100 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

X ——试样中的总酸度(以乳酸计),单位为克每百克(g/100g);

V_1 ——试样溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位克毫升(mL);

V_2 ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样质量,单位为克(g);

0.09——与1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaOH})=1.000 \text{ mol/L}$]相当的乳酸的质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

18.3.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的5%。

18.4 无机砷

按 GB/T 5009.11 操作。1.2 g 蛋白片相当 10 g 鲜蛋白。

18.5 汞

按 GB/T 5009.17 操作。1.2 g 蛋白片相当 10 g 鲜蛋白。

18.6 锌

按 GB/T 5009.14 操作。1.2 g 蛋白片相当 10 g 鲜蛋白。

18.7 六六六、滴滴涕

按 GB/T 5009.19 操作。1.2 g 蛋白片相当 10 g 鲜蛋白。

皮蛋(松花蛋)

19 感官检查

先仔细观察皮蛋外观(包泥、形态)有无发霉,敲摇检验时注意颤动及响水声,皮蛋刮泥后,观察蛋壳的完整性(注意裂纹),然后剥开蛋壳,要注意蛋体的完整性,检查有无铅斑、霉斑异物(小组块)、松花花纹。剖开后,检查蛋白的透明度、色泽、弹性、气味、滋味,检查蛋黄的形态、色泽、气味、滋味。

20 理化检验

20.1 pH 值

20.1.1 原理

待测溶液中氢离子(H^+)与玻璃电极的膜电位呈一定的函数变化关系,可直接从酸度计上读取被测溶液的 pH 值。

20.1.2 试剂

各种 pH 值的缓冲液(酸度计附带)。

20.1.3 仪器

20.1.3.1 酸度计。

20.1.3.2 甘汞电极,玻璃电极(以锂玻璃电极最好)。

20.1.3.3 磁力搅拌器。

20.1.3.4 组织捣碎机。

20.1.4 分析步骤

20.1.4.1 试样处理

将 5 个皮蛋洗净、去壳。按皮蛋:水为 2:1 的比例加入水,在组织捣碎机中捣成匀浆。

20.1.4.2 测定

称取 15.00 g 匀浆(相当于 10.00 g 试样),加水搅匀,稀释至 150 mL,用双层纱布过滤,量取 50 mL 测 pH 值。

20.2 游离碱度

20.2.1 原理

试样中游离的水溶性碱性物质,按 100 g 皮蛋消耗盐酸(1.0 mol/L)量计算(碱性物质以氢氧化钠

计)。

20.2.2 试剂

20.2.2.1 混合指示液

A液:甲基红-乙醇溶液(2 g/L)。称取0.1g甲基红用少量乙醇溶解后稀释至50 mL。

B液:溴甲酚绿-乙醇溶液(2 g/L)。称取0.2g溴甲酚绿用少量乙醇溶解后稀释至100 mL。

取A液1份,B液5份,混匀。

20.2.2.2 盐酸标准滴定溶液[$c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$]

20.2.3 仪器

pH计。

20.2.4 分析步骤

吸取50 mL 20.1.4.2的滤液,在附酸度计的磁力搅拌器上用盐酸(0.1 mol/L)边滴定边搅拌。滴至溶液pH为7时为终点。或在滤液中加入混合指示剂3滴~5滴,用盐酸标准滴定溶液(0.1 mol/L)滴定至由绿色变为灰紫色,并取50 mL水做空白试剂。

20.2.5 结果计算

试样中的游离碱度(以氢氧化钠计)按式(9)进行计算。

$$X = \frac{c \times (V_1 - V_2) \times 40}{10 \times 50/100} \times 100 \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中:

X ——试样中的游离碱度(以氢氧化钠计),单位为毫克每百克(mg/100g);

V_1 ——滴定试样时消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

40——与1.0 mL盐酸标准滴定溶液[$c(\text{HCl})=1.000 \text{ mol/L}$]相当的氢氧化钠的质量,单位为毫克(mg)。

计算结果保留两位有效数字。

20.2.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的5%。

20.3 挥发性盐基氮

20.3.1 原理

皮蛋中蛋白质分解后产生碱性含氮物质,如氨、伯胺、仲胺等。此类物质具有挥发性,在弱碱性溶液中加热蒸馏可随水蒸气蒸出,用硼酸吸收后,再用盐酸滴定,可以计算出100 g皮蛋中含氮的质量(mg)。

20.3.2 试剂

20.3.2.1 氧化镁混悬液(10 g/L):将氧化镁经800℃~900℃灼烧3 h,冷至200℃以下,置干燥器冷却后,称取1 g,用100 mL水混匀(临用新配)。

20.3.2.2 三氯乙酸溶液(200 g/L):取三氯乙酸20 g加水溶解并稀释至100 mL。

20.3.2.3 硼酸吸收液:100 mL硼酸溶液(20 g/L),加1 mL混合指示液,混匀。

20.3.2.4 甲基红-溴甲酚绿混合指示液:同20.2.2.1。

20.3.2.5 盐酸标准滴定溶液(0.01 mol/L)。

20.3.3 分析步骤

称取15.00 g按20.1.4.1制备的皮蛋匀浆(相当于10.00 g试样),置于烧杯中,用50 mL水将试样分次洗入100 mL具塞量筒中,加10 mL三氯乙酸(200 g/L),加水至100 mL,充分振摇待蛋白质沉淀后过滤,滤液备用。

收取 10.0 mL 硼酸吸收液,置于 50 mL 锥形瓶中,将半微量定氮器冷凝管下端插入吸收液液面下。吸取上述滤液 2.00 mL,加入定氮器反应室中,并以少量水冲洗,立即加入 5 mL 氧化镁混悬液(10 g/L),迅速盖塞,并加水以防漏气,夹紧废液排出橡皮管,蒸馏 5 min,移动吸收瓶使冷凝管下端离开液面,继续蒸馏 1 min,取下吸收瓶,用盐酸标准滴定溶液(0.010 mol/L)滴定至灰紫色为终点,同时做试剂空白试验。为防止蒸馏过程中泡沫过多,可加 0.5 mL~1 mL 异戊醇。

20.3.4 结果计算

试样中挥发盐基氮的含量按式(10)进行计算。

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 14}{m \times 2/1\ 000} \times 100 \dots\dots\dots(10)$$

式中:

- X——试样中挥发盐基氮的含量,单位为毫克每百克(mg/100g);
- V₁——测定用试样滴定消耗盐酸标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
- V₂——试剂空白滴定消耗盐酸标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
- c——盐酸标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- 14——与 1.0 mL 盐酸标准滴定溶液[c(HCl)=1.000 mol/L]相当的氮的质量,单位为毫克(mg);
- m——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

20.3.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 5%。

20.4 总碱度

20.4.1 原理

试样的总碱度是指试样灰分中能与强酸(如盐酸、硫酸等)相作用的所有物质的含量(以氢氧化钠计),按 100 g 皮蛋消耗盐酸(1.0 mol/L)量计算。

20.4.2 试剂

- 20.4.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液[c(NaOH)=0.1 mol/L]。
- 20.4.2.2 盐酸标准滴定溶液[c(HCl)=0.1 mol/L]。
- 20.4.2.3 氯化钙溶液(400 g/L):称取无水氯化钙 40 g,溶于 100 mL 水中,加酚酞指示液 3 滴,用盐酸(0.1 mol/L)中和后过滤备用。
- 20.4.2.4 酚酞指示剂(10 g/L):称取 1g 酚酞加少量乙醇溶解并稀释至 100 mL。

20.4.3 分析步骤

称取 10.00 g 或 15.00 g 按 20.1.4.1 制备的皮蛋匀浆,置于坩埚中,先于 120℃ 加热 3 h,再以小火炭化至无烟,再置马弗炉中于 550℃ 灰化 1 h~2 h,取出放冷(如灰化不完全,加 2 mL 水,用玻璃棒搅碎,置水浴上蒸干,再灰化 1 h)。用热水将灰分洗于烧杯中,充分洗涤坩埚,洗液并入烧杯中,加入 50.0 mL 盐酸标准溶液(0.1 mol/L),烧杯上盖以表面皿,小心加热煮沸至微沸 5 min,放冷。加 30 mL 氯化钙溶液(400 g/L)及酚酞指示液 10 滴,以氢氧化钠标准滴定溶液(0.1 mol/L)滴定至溶液初显微红色,30 s 不褪色为终点。

20.4.4 结果计算

试样中的总碱度(以氢氧化钠计)按式(11)进行计算。

$$X = \frac{(c_1 \times V_1 - c_2 \times V_2) \times 40}{m} \times 100 \dots\dots\dots(11)$$

式中:

- X——试样中的总碱度(以氢氧化钠计),单位为毫克每百克(mg/100g);
- c₁——盐酸标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

c_2 ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——加入盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g);

40——与 1.0 mL 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=1.000 \text{ mol/L}$]相当的氢氧化钠的质量,单位为毫克(mg)。

计算结果保留两位有效数字。

20.4.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 5%。

20.5 铅

取 3(鸭)或 5(鸡)枚皮蛋,去壳后称其总量,然后放入高速组织捣碎机内,按 2:1 加去离子水捣成匀浆。

按 GB/T 5009.12 操作。

20.6 无机砷

取 3(鸭)或 5(鸡)枚皮蛋,去壳后称其总量,然后放入高速组织捣碎机内,按 2:1 加去离子水捣成匀浆。

按 GB/T 5009.11 操作。

20.7 总汞

取 3(鸭)或 5(鸡)枚皮蛋,去壳后称其总量,然后放入高速组织捣碎机内,按 2:1 加去离子水捣成匀浆。

按 GB/T 5009.17 操作。

20.8 锌

取 3(鸭)或 5(鸡)枚皮蛋,去壳后称其总量,然后放入高速组织捣碎机内,按 2:1 加去离子水捣成匀浆。

按 GB/T 5009.14 操作。