



中华人民共和国国家标准

GB 5009.43—2016

食品安全国家标准

味精中麸氨酸钠(谷氨酸钠)的测定

2016-08-31 发布

2017-03-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 5009.43—2003《味精卫生标准的分析方法》和 GB/T 8967—2007《谷氨酸钠(味精)》中谷氨酸钠含量测定方法。

本标准与 GB/T 5009.43—2003 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 味精中麸氨酸钠(谷氨酸钠)的测定”;
- 增加了高氯酸非水溶液滴定法;
- 修改了酸度计法的滴定终点。

食品安全国家标准

味精中麸氨酸钠(谷氨酸钠)的测定

1 范围

本标准规定了味精中麸氨酸钠(谷氨酸钠)的测定方法。

本标准适用于味精中麸氨酸钠(谷氨酸钠)的测定。

第一法 高氯酸非水溶液滴定法

2 原理

在乙酸存在下,用高氯酸标准溶液滴定样品中的麸氨酸钠(谷氨酸钠),以电位突跃为依据判定滴定终点,或以 α -萘酚苯基甲醇为指示剂,滴定样品溶液至绿色为其终点。

3 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的二级水。

3.1 试剂

3.1.1 甲酸(CH_2O_2)。

3.1.2 乙酸($\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$)。

3.1.3 α -萘酚苯基甲醇($\text{C}_{27}\text{H}_{18}\text{O}_2$)。

3.2 试剂配制

α -萘酚苯基甲醇-乙酸指示液(2 g/L):称取 0.1 g α -萘酚苯基甲醇,用乙酸(3.1.2)溶解并稀释至 50 mL。

3.3 标准品

高氯酸(HClO_4)。

3.4 标准溶液配制

高氯酸标准滴定溶液[$c(\text{HClO}_4)=0.1\text{ mol/L}$]:按 GB/T 601 配制与标定。

4 仪器和设备

4.1 自动电位滴定仪(精度 $\pm 0.2\text{ mV}$),具备动态滴定模式或等量滴定模式,最小加液体积 0.01 mL,滴定管自带防扩散头。

4.2 非水相 pH 电极,采用 Ag/AgCl 为内参比电极;内参比电解液为 2 mol/L 氯化锂乙醇溶液或

0.4 mol/L 四乙基溴化铵乙二醇溶液。

4.3 磁力搅拌器。

4.4 分析天平:感量 0.1 mg。

4.5 超声清洗器。

5 分析步骤

5.1 试样制备

称取研磨成细小颗粒的试样 0.15 g(精确至 0.000 1 g)至 100 mL 烧杯中,加甲酸(3.1.1)3 mL,超声至完全溶解,再加乙酸(3.1.2)40 mL,摇匀。

5.2 试样测定

5.2.1 电位滴定法测定

5.2.1.1 样品测定参考条件:

- a) 样品测定采用动态滴定模式或等量滴定模式;
- b) 试剂空白测定:采用等量滴定模式,最小加液体积为 0.01 mL。

5.2.1.2 测定终点评估方法:将盛有试液的烧杯置于磁力搅拌器上,插入电极和滴定管,使电极隔膜完全浸没到被滴定的溶液中,打开电极上部的密封塞,在合适的速度下搅拌,启动滴定方法,用高氯酸标准滴定溶液(3.4)进行滴定,以电位值(或 pH)为纵坐标,以滴定时消耗高氯酸标准滴定溶液的体积为横坐标,仪器自动绘制电位值(或 pH)-滴定体积实时变化曲线,反应终点时出现的明显突跃点为其滴定终点,记录该点所对应的消耗高氯酸标准滴定溶液的体积(V_1),同时做空白试验,记录消耗高氯酸标准滴定溶液的体积(V_0)。

5.2.2 化学指示剂法测定

在盛有试液的烧杯中加入 α -萘酚苯基甲醇-乙酸指示液(3.2)10 滴,开动磁力搅拌器,用高氯酸标准滴定溶液(3.4)滴定试样液,当颜色变绿色即为滴定终点,记录消耗高氯酸标准滴定溶液的体积(V_1),同时做空白试验,记录消耗高氯酸标准滴定溶液的体积(V_0)。

6 分析结果的表述

6.1 高氯酸标准溶液浓度的校正

若滴定试样与标定高氯酸标准溶液时温度之差超过 10 °C 时,则应重新标定高氯酸标准溶液的浓度;若不超过 10 °C,则按式(1)加以校正:

$$c_1 = \frac{c_0}{1 + 0.001\ 1 \times (t_1 - t_0)} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- c_1 —— 滴定试样时高氯酸溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- c_0 —— 标定时高氯酸溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- 0.001 1 —— 乙酸的膨胀系数;
- t_1 —— 滴定试样时高氯酸溶液的温度,单位为摄氏度(°C);
- t_0 —— 标定时高氯酸溶液的温度,单位为摄氏度(°C)。

6.2 计算

样品中谷氨酸钠含量按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{0.093\ 57 \times (V_1 - V_0) \times c}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X_1 ——样品中谷氨酸钠含量(含1分子结晶水),单位为克每百克(g/100 g);

V_1 ——试样消耗高氯酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白消耗高氯酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——高氯酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

0.093 57 ——1.00 mL 高氯酸标准溶液[$c(\text{HClO}_4) = 1.000 \text{ mol/L}$]相当于谷氨酸钠($\text{C}_5\text{H}_8\text{NNaO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)的质量,单位为克(g);

m ——试样质量,单位为克(g);

100 ——换算系数。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留三位有效数字。

7 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超过 0.5 g/100 g。

第二法 旋光法

8 原理

谷氨酸钠分子结构中含有一个不对称碳原子,具有光学活性,能使偏振光面旋转一定角度,因此可用旋光仪测定旋光度,根据旋光度换算谷氨酸钠的含量。

9 试剂

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的二级水。
盐酸(HCl)。

10 仪器和设备

10.1 旋光仪(精度 $\pm 0.010^\circ$)备有钠光灯(钠光谱 D 线 589.3 nm)。

10.2 分析天平:感量 0.1 mg。

11 分析步骤

11.1 试样制备

称取试样 10 g(精确至 0.000 1 g),加少量水溶解并转移至 100 mL 容量瓶中,加盐酸 20 mL,混匀并冷却至 20 °C,定容并摇匀。

11.2 试样溶液的测定

于 20 °C,用标准旋光角校正仪器;将 11.1 试液置于旋光管中(不得有气泡),观测其旋光度,同时记录旋光管中试样液的温度。

12 分析结果的表述

样品中谷氨酸钠含量按式(3)计算:

$$X_2 = \frac{\frac{\alpha}{L \times c}}{25.16 + 0.047(20 - t)} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

X_2 ——样品中谷氨酸钠含量(含 1 分子结晶水),单位为克每百克(g/100 g);

α ——实测试样液的旋光度,单位为度(°);

L ——旋光管长度(液层厚度),单位为分米(dm);

c ——1 mL 试样液中含谷氨酸钠的质量,单位为克每毫升(g/mL);

25.16——谷氨酸钠的比旋光度 $[\alpha]_D^{20}$,单位为度(°);

t ——测定试液的温度,单位为摄氏度(°C);

0.047——温度校正系数;

100 ——换算系数。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留三位有效数字。

13 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 0.5 g/100 g。

第三法 酸度计法

14 原理

利用氨基酸的两性作用,加入甲醛以固定氨基的碱性,使羧基显示出酸性,用氢氧化钠标准溶液滴定后定量,以酸度计测定终点。

15 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的二级水。

15.1 试剂

15.1.1 甲醛(HCHO,36%)。

15.1.2 氢氧化钠(NaOH)。

15.2 标准溶液

氢氧化钠标准滴定液 $[c(\text{NaOH})=0.10 \text{ mol/L}]$:按 GB/T 601 配制与标定或购买经国家认证并授

予标准物质证书的氢氧化钠标准溶液。

16 仪器和设备

16.1 酸度计:pH 0~14,精度±0.01。

16.2 磁力搅拌器。

16.3 25 mL 微量滴定管。

16.4 分析天平:感量 0.1 mg。

17 分析步骤

17.1 试样制备

称取 0.40 g 试样(精确至 0.000 1 g),置于 200 mL 烧杯中,加 60 mL 水溶解。

17.2 试样溶液的测定

开动磁力搅拌器,使氢氧化钠标准溶液滴定至酸度计指示 pH 8.2,记下消耗氢氧化钠标准滴定溶液的毫升数,可计算总酸含量。

加入 10.0 mL 甲醛溶液,混匀,用氢氧化钠标准溶液滴定至 pH 9.6,记下消耗氢氧化钠标准溶液的毫升数。

同时取 60 mL 水,先用氢氧化钠标准溶液调节至 pH 8.2,再加 10.0 mL 甲醛溶液,用氢氧化钠标准溶液滴定至 pH 9.6,做试剂空白试验。

18 分析结果的表述

试样中谷氨酸钠的含量(含 1 分子结晶水)按式(4)计算:

$$X_3 = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 0.187}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

X_3 ——试样中谷氨酸钠的含量(含 1 分子结晶水),单位为克每百克(g/100 g);

V_1 ——测定用试样加入甲醛后消耗氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——试剂空白加入甲醛后消耗氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

0.187——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 1 分子结晶水谷氨酸钠的质量,单位为克(g);

m ——试样质量,单位为克(g);

100 ——换算系数。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留三位有效数字。

19 精密度

在重复性条件下获得两次独立测定结果的绝对差值不得超过 1.0 g/100 g。