



中华人民共和国国家标准

GB/T 22099—2008

酿造醋酸与合成醋酸的鉴定方法

Identification method for
biogenic acetate acid and synthetic acetate acid

2008-06-25 发布

2009-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由全国食品工业标准化技术委员会工业发酵分技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：复旦大学放射医学研究所、中国食品发酵工业研究院、河南天冠企业集团有限公司。

本标准主要起草人：朱国英、张蔚、翟光校、王志强、康永璞。

酿造醋酸与合成醋酸的鉴定方法

1 范围

本标准规定了区别酿造醋酸与合成醋酸的方法。

本标准适用于酿造醋酸与合成醋酸的鉴定。

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/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008, ISO 3696:1987, MOD)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

酿造醋酸 biogenic acetic acid

以粮谷、薯类、水果等为原料,经发酵法生产制得的醋酸(冰乙酸)。

3.2

合成醋酸 synthetic acetic acid

以碳氢化合物乙炔、乙烯、甲醇等石化产品为原料,经合成法生产制得的醋酸(冰乙酸)。

4 原理

酿造醋酸中 ^{14}C 的含量是稳定在一定范围内,而合成醋酸中的 ^{14}C 大量衰变,只有微量残存。基于碳的同位素 ^{14}C 在酿造醋酸与合成醋酸中的含量有明显不同,用液体闪烁法测定醋酸中 ^{14}C 含量,以酿造醋酸的 ^{14}C 为100,合成醋酸的 ^{14}C 为0, ^{14}C 在二者混合物中的含量为其中间值,可以定量地测定二者的比率,以此作为鉴定方法。

5 试剂和溶液

5.1 甲苯闪烁液:称取2,5-二苯基恶唑4 g(PPO,闪烁纯)和双[2-(5-苯基恶唑基)]苯(POPOP,闪烁纯)0.1 g,用甲苯溶解,并定容至1 000 mL。

5.2 内部标准放射源:

5.2.1 标准放射源:碳-14(正十六烷)标准溶液(GBWO 4319,一级),活度/浓度为39 075 Bq/g。

5.2.2 配制:称取1g标准放射源(精确至0.000 1 g),用甲苯定容至500 mL,并计算出每毫升甲苯中标准放射源含量(dpm/mL)。

5.3 甲苯。

5.4 酿造醋酸标样。

5.5 合成醋酸标样。

6 仪器

6.1 低本底液体闪烁分析仪。

6.2 移液管:1 mL、10 mL。

7 分析步骤

7.1 试样的制备

将醋酸样品用水(应符合 GB/T 6682 的规定)稀释到 95%,以防止淬灭。

7.2 ^{14}C 比活度的测定(以计数效率表示)——内标法

取两只闪烁杯,吸取 10 mL 试样(7.1)、9 mL 甲苯闪烁液(5.1)和 1 mL 甲苯于一只闪烁杯中,于另一闪烁杯吸入 10 mL 试样(7.1)、9 mL 甲苯闪烁液(5.1)和 1 mL 内部标准放射源(5.2),混合。

用低本底液体闪烁分析仪的 ^3H 通道计测 100 min,据此求出每分钟衰变数的计数值(dpm),计算计数效率。

7.3 结果计算

7.3.1 计数效率按式(1)计算。

$$E = \frac{B - A}{P} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

E ——计数效率;

B ——试样+甲苯闪烁液+内部标准放射源(10 mL+9 mL+1 mL)的每分钟衰变数计数值,单位为每分钟衰变数(dpm);

A ——试样+甲苯闪烁液+甲苯(10 mL+9 mL+1 mL)的每分钟衰变数计数值,单位为每分钟衰变数(dpm);

P ——每毫升内部标准放射源的每分钟衰变数计数值(已知),单位为每分钟衰变数(dpm)。

7.3.2 试样中的表观计数值(dpm)按式(2)计算。

$$D = \frac{A - C}{E} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

D ——试样中的表观计数值,单位为每分钟衰变数(dpm);

A ——试样+甲苯闪烁液+甲苯(10 mL+9 mL+1 mL)的每分钟衰变数计数值,单位为每分钟衰变数(dpm);

C ——甲苯闪烁液+甲苯(9 mL+1 mL)的每分钟衰变数计数值,单位为每分钟衰变数(dpm);

E ——计数效率。

7.3.3 试样中每克碳的表观每分钟衰变数计数值(dpm)按式(3)计算。

$$D = \frac{D_1}{m \times 0.4} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

D ——试样中每克碳的表观每分钟衰变数计数值,单位为每分钟衰变数(dpm);

D_1 ——试样中的表观每分钟衰变数计数值,单位为每分钟衰变数(dpm);

m ——闪烁杯中醋酸的质量,单位为克(g);

0.4——醋酸中含碳量折算系数。

7.3.4 试样中酿造醋酸的比率按式(4)计算。

$$P = \frac{D - D_h}{D_p - D_h} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

P ——试样中酿造醋酸的比率;

D ——试样中每克碳的表观每分钟衰变数计数值,单位为每分钟衰变数(dpm);

D_h ——合成醋酸标样中的表观每分钟衰变数计数值,单位为每分钟衰变数(dpm);

D_p ——酿造醋酸标样中的表观每分钟衰变数计数值,单位为每分钟衰变数(dpm)。

注 1: 以酿造醋酸标样、合成醋酸标样代替试样即可测定并计算 D_p 、 D_h 。

注 2: 食醋中酿造醋酸比率的测定参见附录 A。

7.4 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 5%。

附录 A

(资料性附录)

食醋中酿造醋酸比率的测定

A.1 原理

同第4章。

A.2 试剂和溶液

A.2.1 焦磷酸。

A.2.2 碳酸钙(作沉降用)。

其余试剂同第5章。

A.3 仪器

A.3.1 低本底液体闪烁分析仪。

A.3.2 旋转蒸发器。

A.3.3 蒸发皿:直径120 mm。

A.3.4 减压蒸馏装置:带有冷阱。

A.3.5 抽气过滤装置。

A.3.6 分析天平:感量0.1 mg。

A.3.7 电热干燥箱。

A.3.8 恒温水浴。

A.3.9 移液管:1 mL、10 mL。

A.3.10 干燥器:用变色硅胶作干燥剂。

A.4 用食醋制备醋酸的步骤

吸取一定量食醋(醋酸制备量应大于20 mL),置于1 000 mL蒸馏瓶中,45℃减压蒸馏。弃去初始馏分10 mL~20 mL,取中间馏分,残液为20 mL左右时停止蒸馏。

收集蒸馏液,缓缓搅拌加入约40 g碳酸钙(应过量使反应完全),加热沸腾10 min以促进反应。冷却后抽气过滤,滤液用旋转蒸发器浓缩,看到析出醋酸钙时即停止。

将上述浓缩液倾倒至蒸发皿中,置于水浴上(98℃~100℃)蒸发干涸,呈白色结晶状后,将蒸发皿中的醋酸钙转移入称量皿中,置于电热干燥箱内,于130℃干燥15 h(称量至恒量停止干燥)。

在干燥后的醋酸钙中加入3倍量的焦磷酸,充分搅拌,浸润后移入500 mL蒸馏烧瓶中,于水浴中静置20 min~30 min。连接冷阱,减压蒸馏60 min~90 min,收集结冰的醋酸。

A.5 食醋中酿造醋酸比率的测定

A.5.1 试样的制备

同7.1。

A.5.2 ^{14}C 比活度的测定

同7.2。

A.5.3 结果计算

同 7.3。

A.5.4 精密度

同 7.4。
