

高等学校食品与营养科学教学指导委员会推荐教材
高等教育食品科学与工程类“十二五”规划实验教材

FOOD ANALYSIS

EXPERIMENTS



食品分析实验

丁晓雯◎主编

中国林业出版社

教育部高等学校食品与营养科学教学指导委员会推荐教材
普通高等教育食品科学与工程类“十二五”规划实验教材

食品分析实验

丁晓雯 主编

中国林业出版社

内 容 简 介

全书包括水分、灰分、糖、脂、蛋白质、维生素等营养成分的测定方法，食品防腐剂的测定方法，食品中有毒有害物质的测定方法、综合实验和研究性设计等内容，共计 22 个实验。

本书可供高等院校的食品科学与工程、食品质量与安全等专业学生作为实验教材使用，也可供从事食品生产、监督的有关科技人员参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

食品分析实验/丁晓雯主编. —北京: 中国林业出版社, 2012. 8

教育部高等学校食品与营养科学教学指导委员会推荐教材 普通高等教育食品科学与工程类
“十二五”规划实验教材

ISBN 978-7-5038-6686-9

I. ①食… II. ①丁… III. ①食品分析 - 高等学校 - 教材 ②食品检验 - 高等学校 - 教材
IV. ①TS207.3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2012) 第 164876 号

中国林业出版社·教材出版中心

策划、责任编辑: 高红岩

电话: 83221489 83220109

传真: 83220109

出版发行 中国林业出版社 (100009 北京市西城区德内大街刘海胡同 7 号)

E-mail: jiaocai@163.com 电话: (010) 83224477

http: //lycb. forestry. gov. cn

经 销 新华书店
印 刷 中国农业出版社印刷厂
版 次 2012 年 8 月第 1 版
印 次 2012 年 8 月第 1 次印刷
开 本 787mm × 1092mm 1/16
印 张 9.5
字 数 210 千字
定 价 18.00 元

未经许可, 不得以任何方式复制或抄袭本书之部分或全部内容。

版权所有 侵权必究

普通高等教育食品科学与工程类“十二五”规划实验教材

编写指导委员会

主任 罗云波（中国农业大学食品科学与营养工程学院，教授）

委员（按拼音排序）

陈宗道（西南大学食品科学学院，教授）

程建军（东北农业大学食品学院，教授）

迟玉杰（东北农业大学食品学院，教授）

江连洲（东北农业大学食品学院，教授）

李洪军（西南大学食品科学学院，教授）

李里特（中国农业大学食品科学与营养工程学院，教授）

廖小军（中国农业大学食品科学与营养工程学院，教授）

任发政（中国农业大学食品科学与营养工程学院，教授）

赵国华（西南大学食品科学学院，教授）

赵心怀（东北农业大学食品学院，教授）

《食品分析实验》编写人员

主 编 丁晓雯

副主编 张英华 韩俊华 王 军

编 者 (按拼音排序)

陈燕卉 (中国农业大学)

丛 健 (上海海洋大学)

丁晓雯 (西南大学)

郭 鸽 (东北农业大学)

韩俊华 (河北科技大学)

金玉红 (山东农业大学)

李巨秀 (西北农林科技大学)

王 聪 (东北农业大学)

王 军 (中国农业大学)

肖治理 (华南农业大学)

张普生 (西南大学)

张英华 (东北农业大学)

郑 炯 (西南大学)

前 言

随着食品工业的发展和人民生活水平的提高，人们对食品的要求也从过去的能够果腹到现在不仅要求色、香、味、形俱佳，更要求有好的质量和特色。由于环境污染、农用化学品、食品添加剂的滥用等问题的不断出现，使食品的质量安全问题越来越突出，已引起广大消费者及政府的极大关注。而要判定食品质量的优劣，食品分析检测手段的应用是必不可少的。

本书参考了国内外众多高校和国家标准的相关资料，结合当前教学实际，根据课程性质和激发学生学习兴趣、综合应用知识能力的培养等要求编写而成。教材定位于食品类专业应用型本科教学，坚持科学性、先进性和适用性的原则。

本书结合实际工作的需求，共编写了 22 个实验，主要介绍了食品基本质量指标如水分、灰分和酸度的测定方法；食品营养成分如糖类（总糖、膳食纤维）、脂肪（粗脂肪、牛乳中脂肪）、蛋白质、维生素（维生素 C、维生素 A）的测定方法；有毒有害物质如甲醇、亚硝酸盐、丙烯酰胺、反式脂肪酸、黄曲霉毒素、有机磷农药和有害元素汞、镉、铅、砷的测定方法。在实验手段方面，不仅编写了基础的标准溶液的配制、标定，标准曲线的绘制、回归方程的求得，滴定法、比色法等内容，还适应实验仪器快速发展和综合应用的需求，在实验内容中编写了气相色谱法、液相色谱法、原子吸收法、原子荧光法的应用。为了培养学生综合应用知识，判断食品品质的能力，编写了综合实验，如汞、铅、镉、砷的测定，黄曲霉毒素 B₁、B₂、G₁、G₂ 的测定，食用植物油脂酸败指标的比较测定，鲜肉新鲜度的检验等内容；为了进一步使学生掌握食品分析的技能，具有一定的综合利用所学知识设立检测指标的能力，给出了 2 个研究性实验设计的题目，实验指导教师和学生可以根据需要和兴趣延伸出更多的题目。

本书对食品分析实验知识的介绍突出了系统性、先进性和可操作性，但由于篇幅和实验教学要求所限，不可能将与食品有关的每种物质的检测方法都编写入内。只要掌握了一类方法的原理和技术，就可以起到举一反三的作用。因此，本书不仅适合于高等院校食品科学相关专业学生作为实验教材使用，而且适于从事食品生产、食品质量管理的各类工作人员参考。

本书由西南大学丁晓雯负责全书的统稿工作，并编写内容简介、前言及实验六中的“乙酰丙酮比色法”“水杨酸比色法”，实验七中的“氯仿-甲醇提取法”，实验九中的

2 前 言

“荧光法”，实验十二中的“快速法”，实验十五中的“酶联免疫试剂盒快速测定食品中黄曲霉毒素 B₁”，实验十六中的“禁用防腐剂的定性”，实验十七中的“快速检测法”；肖治理编写第一章和实验八；郑炯编写实验一和实验十五中的“高效液相色谱法”；张英华编写实验二和实验十八；金玉红编写实验三，金玉红、韩俊华编写实验十一中的“气相色谱法测定蒸馏酒中甲醇及高级醇”“比色法测定蒸馏酒中甲醇”；李巨秀编写实验四和实验五；丛健编写实验六中的“微量凯氏定氮法”和实验十七中的“气相色谱法”；陈燕卉编写实验七中的“索氏提取法”和实验十四；郭鸽编写实验九中的“钼蓝比色法”“紫外分光光度法”和实验十六中的“高效液相色谱法”；韩俊华编写实验十和实验十一中的“比色法测定蒸馏酒中杂醇油”；王聪编写实验十二中的“比色法”和实验十三；王军编写实验十九和实验二十；张普生编写第三章“附录”。

由于编者的水平和时间所限，书中不妥之处请广大读者批评指正。

编者

2012年2月

目 录

前 言

| | |
|--|-------|
| 第一章 实验室基本知识 | (1) |
| 一、食品分析实验室安全规则 | (1) |
| 二、食品分析实验守则 | (2) |
| 第二章 实 验 | (4) |
| 实验一 食品中水分的测定 | (4) |
| 实验二 食品中灰分的测定 | (8) |
| 实验三 食品总酸度和有效酸度的测定 | (12) |
| 实验四 总糖的提取和测定 | (16) |
| 实验五 膳食纤维的测定 | (20) |
| 实验六 食品中蛋白质的测定 | (26) |
| 实验七 食品中脂肪的测定 | (35) |
| 实验八 牛乳中脂肪的测定 | (40) |
| 实验九 食品中维生素 C 的测定 | (43) |
| 实验十 食品中胡萝卜素和维生素 A 的测定 | (50) |
| 实验十一 蒸馏酒中甲醇及高级醇的测定 | (63) |
| 实验十二 食品中亚硝酸盐的测定 | (70) |
| 实验十三 油炸食品中丙烯酰胺的测定 | (73) |
| 实验十四 烘焙、油炸食品中反式脂肪酸含量的测定 | (76) |
| 实验十五 食品中黄曲霉毒素 B ₁ 、B ₂ 、G ₁ 、G ₂ 的测定 | (85) |
| 实验十六 食品中苯甲酸的测定 | (91) |
| 实验十七 食品中有机磷农药残留量的测定 | (95) |
| 实验十八 食品中有害元素的测定 | (101) |
| 实验十九 食用植物油酸败指标的比较测定 | (115) |

2 目 录

| | |
|--------------------------------|--------------|
| 实验二十 鲜肉新鲜度的检验 | (122) |
| 实验二十一 酱腌菜的检验 (综合设计实验) | (128) |
| 实验二十二 臭豆腐风味成分分析 (综合设计实验) | (129) |
| | |
| 第三章 附 录 | (130) |
| 一、常用洗涤液的配制和使用方法 | (130) |
| 二、实验室常用标准缓冲液的配制 | (131) |
| 三、实验室常用指示剂的配制 | (137) |
| | |
| 参考文献 | (141) |

第一章 实验室基本知识

一、食品分析实验室安全规则

(一) 实验室安全管理

1. 实验室应有专人管理，应在显眼位置张贴实验室规章制度和安全守则以及管理人员的联系电话，对可能出现的事故应制订应急处理程序或预案。
2. 实验室应做好防盗、防火措施。
3. 进入实验室的教学班次应有记录。
4. 不准在实验室吸烟、进食(感官评定实验除外)。
5. 最后离开实验室的人员要检查水、电、门窗等是否关闭，确认安全无误方可离开。

(二) 实验室试剂管理

1. 试剂应分类、有序存放，取用登记。对字迹不清的标签要及时更换；过期和没有标签的药品不能使用，并要进行妥善处理。
2. 存放有高度危险性化学试剂或样品(如腐蚀、易燃、易爆、有毒、生物危险和放射性试剂等)以及易燃液体和气体的位置应远离实验操作区，远离热源和火源，并应当采取其他安保措施，如设置可锁闭的门、可锁闭的冷冻箱，限制人员进入等。有条件的实验室应在使用腐蚀性和危险化学品的的位置附近设置洗眼和应急喷淋装置。
受光照易变质的化学试剂应存放在阴凉通风处。
3. 剧毒试剂应专柜存放，双人双锁保管。
4. 配制的试剂应贴标识，注明试剂名称、浓度、配制时间及配制人；除有特殊规定外，存放期不应超过3个月。
5. 实验室废气排放、排污和排水通道应保持通畅。有毒有害的废液、废渣应使用专用的废弃物容器分类收集、存放并集中处理。

(三) 学生实验安全须知

1. 学生进入实验室应穿实验服。
2. 实验中应保持实验室光线充足、通风良好。
3. 实验前充分预习，了解实验规程及注意事项。
4. 了解试剂的性质，对腐蚀、易燃、易爆、有毒的试剂，取用应特别注意，防止意外发生。接触有毒或有腐蚀性药品应佩戴手套，取用的管、皿及容器应清洗干净。

5. 涉及有毒或刺激性气体的实验操作必须在通风橱内进行。
6. 进行有危险性的实验时, 应检查好防护措施再操作, 实验中做好监护, 不得擅自离开。
7. 使用高温、高压、真空设备应特别小心, 严格遵守实验规程。
8. 使用玻璃仪器应轻取轻放, 防止破裂。
9. 注意废液、废渣的分类回收。
10. 注意用水、用电安全。
11. 发现意外应立即报告老师, 及时处理。
12. 实验结束后应认真洗手, 做好实验室的清洁。离开实验室前应切断水、电、气。

二、食品分析实验守则

(一) 实验前的准备

1. 教师应提前向学生发放实验教材或讲义、进行预实验, 按分组(每组一般不超过3人)准备好实验试剂、药品及仪器, 写好板书。
2. 学生实验前应认真预习, 熟悉实验原理、实验内容、操作步骤及注意事项。

(二) 实验过程须知

1. 应严格遵守《实验室安全规则》。
2. 实验开始前一般应由教师讲解实验步骤及注意事项, 解答学生的疑问。
3. 实验过程应保持实验室的整洁有序, 天平、烘箱、水浴锅、通风橱等公用仪器设备用后及时清理, 公用试剂、用品取用后应及时放回原处。
4. 严格遵守实验操作规范, 避免失误、减少误差, 保证数据的可靠性。
5. 使用仪器设备前, 应仔细阅读说明, 熟悉操作步骤后才动手操作, 必要时向老师求助咨询。
6. 实验过程应仔细观察、勤于思考, 及时记录实验数据及实验现象, 灵活运用理论知识解释实验现象和问题。
7. 实验小组成员应分工明确、团结协作、相互理解、互相配合。
8. 仪器设备出现损坏的应进行登记, 实验过程中出现异常现象或遇到危险应立即报告老师。
9. 实验完成后, 应清洁实验台面, 清洗并清点实验用品, 摆放整齐后离开。实验室公共卫生应安排学生轮值。

(三) 实验报告撰写

1. 实验报告应使用统一格式的实验报告纸手写, 顶部写上实验名称、姓名、班级、学号、实验日期等, 正文部分应包括实验原理、试剂与仪器、操作步骤、实验结果、分

析与讨论几个部分。

2. 实验报告应独立完成、严禁抄袭、格式正确、书写工整、数据处理科学、计算正确、分析与讨论科学合理。试剂与仪器只需列出实际使用的即可；操作步骤应简明扼要，可以采用流程图的形式，同时应描述实验现象；数据处理与结果计算中，应当完整列出原始数据和计算公式，实验数据或结果可以适当采用图表进行说明，计算过程应注意有效数字和修约规则，结果的量和单位应采用我国的法定计量单位；分析与讨论可以包括对实验结果的评价、出现异常结果的原因分析、实验成功的经验、操作的失误与不足、对实验现象的解释、实验后的心得体会、改进建议等。

(肖治理)

第二章 实 验

实验一 食品中水分的测定

I 直接干燥法

一、实验目的

掌握直接干燥法测定食品中水分的原理和关键步骤。

二、实验原理

利用食品中水分的物理性质，在 101.3 kPa(一个大气压)、温度 100 ~ 105 ℃使样品中水分挥发，测定样品干燥减失的质量，通过干燥前后的称量数值计算出食品中水分的含量。

三、试剂与仪器

1. 试剂

- (1) 盐酸 优级纯。
- (2) 氢氧化钠(NaOH) 优级纯。
- (3) 6 mol/L 盐酸溶液 量取 50 mL 盐酸，加水稀释至 100 mL。
- (4) 6 mol/L 氢氧化钠溶液 称取 24 g 氢氧化钠，加水溶解并稀释至 100 mL。
- (5) 海砂 可以自行制备。取海砂或河砂，用水洗去泥土，再用盐酸(6 mol/L)煮沸 0.5 h，用水洗至中性，再用氢氧化钠溶液(6 mol/L)煮沸 0.5 h，用水洗至中性，经 105 ℃干燥备用。

2. 仪器

扁形铝制或玻璃制称量瓶，电热恒温干燥箱，干燥器(内附有效干燥剂，一般为变色硅胶)，电子天平(感量 0.1 mg)。

四、操作步骤

(一) 固体样品

取洁净铝制或玻璃制的扁形称量瓶，置于 101 ~ 105 ℃干燥箱中，瓶盖斜支于瓶边，

加热 1.0 h, 取出盖好, 置于干燥器内冷却 0.5 h, 称量, 并重复干燥至前后 2 次质量差不超过 2 mg, 即为恒重。

将混合均匀的样品磨细至颗粒小于 2 mm, 不易研磨的样品应尽可能切碎, 称取 2 ~ 10 g 样品(精确至 0.1 mg), 放入此称量瓶中, 样品厚度不超过 5 mm, 如为疏松样品, 厚度不超过 10 mm, 加盖, 精密称量后, 置 101 ~ 105 °C 干燥箱中, 瓶盖斜支于瓶边, 干燥 2 ~ 4 h 后, 盖好取出, 放入干燥器内冷却 0.5 h 后称量。然后再放入 101 ~ 105 °C 干燥箱中干燥 1 h 左右, 取出, 放入干燥器内冷却 0.5 h 后再称量。重复以上操作至前后 2 次质量差不超过 2 mg, 即为恒重。

注: 2 次恒重值在最后计算中, 取最后一次的称量值。

(二) 半固体或液体样品

取洁净的称量瓶, 内加 10 g 海砂及一根小玻棒, 置于 101 ~ 105 °C 干燥箱中, 干燥 1.0 h 后取出, 放入干燥器内冷却 0.5 h 后称量, 并重复干燥至恒重。然后称取 5 ~ 10 g 样品(精确至 0.1 mg), 置于称量瓶中, 用小玻棒搅匀放在沸水浴上蒸干, 并随时搅拌, 擦去称量瓶底部的水滴, 置 101 ~ 105 °C 干燥箱中干燥 4 h 后盖好取出, 放入干燥器内冷却 0.5 h 后称量。以下按上述(一)从“然后再放入 101 ~ 105 °C 干燥箱中干燥 1 h 左右……”起依相同方法操作。

五、结果计算

样品中水分含量按下式计算:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_3} \times 100$$

式中: X —— 样品中水分的含量, %;

m_1 —— 称量瓶(加海砂、玻棒)和样品的质量, g;

m_2 —— 称量瓶(加海砂、玻棒)和样品干燥后的质量, g;

m_3 —— 称量瓶(加海砂、玻棒)的质量, g。

水分含量 $\geq 1\%$ 时, 计算结果保留 3 位有效数字; 水分含量 $< 1\%$ 时, 结果保留 2 位有效数字。

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 5%。

【思考题】

1. 直接干燥法有什么局限性? 对哪些样品不适用?
2. 直接干燥法测得的水分含量中除了水分还包括哪些物质?
3. 测定样品中的水分含量时, 加入海砂的作用是什么?

II 减压干燥法

一、实验目的

掌握减压干燥法测定食品中水分的原理和方法。

二、实验原理

在达到 40 ~ 53 kPa 压力后加热至 $(60 \pm 5) ^\circ\text{C}$ ，采用减压烘干方法去除样品中的水分，再通过烘干前后的称量数值计算出水分的含量。

三、仪器

真空干燥箱，扁形铝制或玻璃制称量瓶，内附有效干燥剂的干燥器，分析天平。

四、操作步骤

1. 样品的制备

粉末和结晶样品直接称取；较大块的样品经研钵粉碎，混匀备用。

2. 测定

取已恒重的称量瓶称取 2 ~ 10 g(精确至 0.1 mg)样品，放入真空干燥箱内，将真空干燥箱连接真空泵，抽出真空干燥箱内空气(所需压力一般为 40 ~ 53 kPa)，并同时加热至 $(60 \pm 5) ^\circ\text{C}$ 。关闭真空泵上的活塞，停止抽气，使真空干燥箱内保持一定的温度和压力，经 4 h 后，打开活塞，使空气经干燥装置缓缓通入至真空干燥箱内，待压力恢复正常后再打开。取出称量瓶，放入干燥器中 0.5 h 后称量，并重复以上操作至前后 2 次质量差不超过 2 mg，即为恒重。

五、结果计算

样品中水分含量按下式计算：

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_3} \times 100$$

式中： X ——样品中水分的含量，%；

m_1 ——称量瓶(加海砂、玻棒)和样品的质量，g；

m_2 ——称量瓶(加海砂、玻棒)和样品干燥后的质量，g；

m_3 ——称量瓶(加海砂、玻棒)的质量，g。

水分含量 $\geq 1\%$ 时，计算结果保留 3 位有效数字；水分含量 $< 1\%$ 时，结果保留 2 位有效数字。

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

【思考题】

1. 减压干燥法适用于哪些样品中水分含量的测定？
2. 干燥器有什么作用？如何正确使用和维护干燥器？

(郑 炯)

实验二 食品中灰分的测定

I 总灰分的测定

一、实验目的

掌握灰分的测定与控制成品质量的关系；掌握灰化条件与样品组分的关系；掌握食品的基本灰化方法。

二、实验原理

先将样品的水分去掉，然后将样品小心地加热炭化和灼烧，除尽有机物质，称取残留的无机物，即可求出总灰分的含量。

本方法适用于各类食品中灰分含量的测定。

三、仪器

高温电炉（马弗炉），耐1200℃的高温的瓷坩埚，坩埚钳，干燥器，分析天平。

四、操作条件的选择

1. 灼烧温度

一般为500~600℃，多数样品以(525±25)℃为宜。对于不同类型的食品，灰化温度大致如下：

| | |
|-------------------------|-------|
| 水果及其制品、肉及肉制品、糖及糖制品、蔬菜制品 | ≤525℃ |
| 谷类食品、乳制品(奶油除外，奶油≤500℃) | ≤550℃ |
| 鱼、海产品、酒类 | ≤550℃ |

2. 灼烧时间

以样品灰化完全为度，即重复灼烧至灰分呈白色或灰白色并达到恒重(前后2次称量相差不超过0.5mg)为止，一般需2~5h。

对于谷类饲料和茎秆饲料，灰化时间规定为：600℃灼烧2h。

五、操作步骤

1. 样品的预处理

(1)样品的采取量 奶粉、大豆粉、调味料、鱼类及海产品等取1~2g；谷类食品、肉及肉制品、糕点、牛乳取3~5g；蔬菜及其制品、糖及糖制品、淀粉及其制品、奶油、蜂蜜等取5~10g；水果及其制品取20g；油脂取50g。