



普通高等教育“十二五”规划教材

现代食品分析实验

高向阳 宋莲军 主编



科学出版社

普通高等教育“十二五”规划教材

现代食品分析实验

高向阳 宋莲军 主编

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书为“普通高等教育‘十二五’规划教材”之一,与《现代食品分析》(科学出版社,2012年)配套使用,主要介绍了食品分析的基本知识、食品感官检验与物理检验、食品中营养成分含量的测定、食品添加剂含量的测定、食品中有毒有害物质的测定以及综合训练实验和实习,注重对学生动手操作能力进行实验培训和提升,最后安排了部分食品的质量与安全鉴别小方法,供有兴趣的读者进一步学习和拓宽应用范围。内容的安排考虑了不同专业的实际需要,全书使用法定计量单位及符号进行阐述。

本书可作为高等院校食品科学与工程、食品质量与安全、食品营养与检验教育、商品检验、动植物检验检疫、应用化学等专业食品分析、食品理化检验课程的实验、实习用书,也可供食品质量监督、食品理化检验、食品产品研发和食品企业等有关单位的科技人员参考或作为培训用书。

图书在版编目(CIP)数据

现代食品分析实验/高向阳,宋莲军主编. —北京:科学出版社,2013

普通高等教育“十二五”规划教材

ISBN 978-7-03-035923-0

I. 现… II. ①高… ②宋… 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 257831 号

责任编辑:赵晓霞 / 责任校对:朱光兰

责任印制:阎磊 / 封面设计:迷底书装

科学出版社

北京东黄城根北街16号

邮政编码:100017

<http://www.sciencep.com>

北京华正印刷有限公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

2013年1月第 一 版 开本:787×1092 1/16

2013年1月第一次印刷 印张:12 1/4

字数:304 000

定价:25.00元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

《现代食品分析实验》编写委员会

主 编 高向阳 宋莲军

编 委 (按姓氏汉语拼音排序)

高向阳 乔明武 宋莲军

张浩玉 张 柯 赵秋艳

前 言

《现代食品分析实验》是“普通高等教育‘十二五’规划教材”之一,与《现代食品分析》(科学出版社,2012年)配套使用,内容紧密结合目前国内现代食品科学、食品工程、食品安全、食品营养等领域的生产和科研实际,以国家最新相关标准和经典实验为基础,以全面训练、提高学生的动手能力和操作技巧为目标,把“新”和“实用”、“适用”有机结合,精心选择了三十六个实验和六个综合训练实验及实习。

实验安排有“实验目的”、“实验原理”、“实验步骤”、“注意事项”、“思考题”等环节;第一章介绍了食品分析的一些基本知识;第二章至第五章,从食品感官检验与物理检验、食品中营养成分含量的测定、食品添加剂含量的测定、食品中有毒有害物质的测定等方面对参加实验者进行基本知识和动手能力的训练;第六章“综合训练实验和实习”为该课程的教学活动和教学实习留出了一定的空间。书中还编写了部分食品的质量与安全鉴别小方法和附录,全书用法定计量单位和符号统一进行撰写。考虑到各高校、不同专业实验课学时的差异和基本要求的不同,内容的安排留有余地,供各校不同的专业根据具体情况选用。“综合训练实验和实习”,学生要预习好相关内容,做好充分准备,在老师的指导下自主完成实验和实习,通过实践,达到实验水平和技能快速提高的目的。“实验拓展小资料”中安排了部分食品的质量与安全鉴别小方法,拓展了实用技术和方法,供有兴趣的同学学习。

开设现代食品分析实验课的目的是适应新世纪对人才的需要,培养学生严肃、严密、严格的科学态度和实验素质,提高学生的动手能力,训练学生进行科学实验的方法和技能,使学生在实验活动中逐步学会创新思维,提高学生独立工作和提出问题、分析问题、解决问题的能力,并为后续课程和将来从事食品分析和检验工作奠定坚实的基础。因此,学习和掌握现代食品分析的理论知识,熟练应用现代食品分析的操作技术和技巧,就是为学生谋划美好的就业前景和未来。

参加本书编写工作的有河南农业大学高向阳教授(前言、实验拓展小资料、附录),赵秋艳老师(第一章),宋连军副教授(第二、四章),乔明武老师(第三章);洛阳理工学院张柯老师(第五章),张浩玉老师(第六章)。全书由高向阳教授统稿、修改和定稿。编写过程中,本书得到了有关学校领导和部门的支持,作者参考了部分资料、文献,在此一并表示感谢。

由于编写者的学识水平有限,书中不可避免存在一些不足和疏漏,请使用者多提宝贵意见,以便再版修订时,努力使本书做到“教材常用常新、教师常教常新、学生常学常新、实验常做常新”。

高向阳

2012年7月于郑州

目 录

前言

第一章 食品分析的基本知识	1
第一节 食品分析实验室的基本要求	1
一、食品分析实验室的要求	1
二、食品分析实验室的管理	1
第二节 实验室安全及防护知识	1
一、实验室危险性种类	2
二、实验室通用安全守则	2
三、常见的实验室事故急救和处理	3
第三节 常用试剂配制与标定	3
一、常见的酸碱试剂	3
二、物质浓度的表示方法	4
三、几种常用试剂的配制与标定	5
四、常用洗涤液的配制和使用方法	9
第四节 实验废弃物处理	9
一、各种废弃物的处理方法	10
二、有机溶剂的回收与净化	11
三、思考题	11
第二章 食品感官检验与物理检验	12
实验一 罐头食品和糕点的感官检验	12
实验二 食品色泽的测定	15
实验三 液态食品相对密度值的测定	20
实验四 折光法在食品分析中的应用	23
实验五 旋光法在食品分析中的应用	28
实验六 液态食品黏度的测定(旋转黏度计法)	31
实验七 食品质构的测定	34
第三章 食品中营养成分含量的测定	41
实验八 食品中水分含量的测定	41
实验九 食品中水分活度的测定	43
实验十 食品中酸度的测定	46
实验十一 食品中粗脂肪含量的测定	50
实验十二 食品中还原糖含量的测定	52
实验十三 食品中淀粉含量的测定	56
实验十四 食品中膳食纤维含量的测定	59
实验十五 食品中蛋白质含量的测定	62

实验十六	食品中氨基酸总量的测定	64
实验十七	食品中维生素 C 含量的测定	67
实验十八	食品中胡萝卜素含量的测定	71
实验十九	食品中总灰分含量的测定	75
实验二十	食品中 Ca、Fe、Zn 含量的测定	77
第四章	食品添加剂含量的测定	86
实验二十一	苯甲酸、山梨酸含量的测定	86
实验二十二	糖精钠含量的测定(薄层色谱法)	90
实验二十三	亚硝酸盐、硝酸盐含量的测定	92
实验二十四	食品中 BHA 与 BHT 的测定	96
实验二十五	食品中二氧化硫含量的测定	101
实验二十六	食品中合成着色剂的测定	103
第五章	食品中有毒有害物质的测定	109
实验二十七	食品中总砷含量的测定	109
实验二十八	食品中铅、镉、铬含量的测定	111
实验二十九	食品中汞含量的测定	115
实验三十	油脂过氧化值的测定	120
实验三十一	食品中挥发性盐基氮含量的测定	122
实验三十二	食品中苏丹红染料的测定	124
实验三十三	乳品中三聚氰胺含量的测定	127
实验三十四	食品中有机磷农药残留量的测定	130
实验三十五	食品中盐酸克伦特罗的测定	132
实验三十六	食品中掺杂掺假的测定	136
第六章	综合训练实验和实习	142
综合训练一	发酵乳的品质检测	142
综合训练二	腊肉的品质检测	148
综合训练三	果蔬汁饮料的品质检测	151
综合训练四	罐头的品质检测	155
综合训练五	方便面的品质检测	161
综合训练六	植物油的品质检测	165
	部分食品的质量与安全鉴别小方法	168
参考文献		183
附录		184
附表 1	相对原子质量	184
附表 2	实验室常用玻璃仪器的分类及选用	185

第一章 食品分析的基本知识

第一节 食品分析实验室的基本要求

食品分析实验室是实践教学的重要场所,除应达到一般实验室所具备的基本要求外,还应满足食品分析所具备的一些特殊要求。

一、食品分析实验室的要求

食品分析实验室除从事食品分析实验教学外,还应能具备从事以现行国家标准及地方、行业、企业等标准规定的检测方法,对食品的质量、安全进行分析评价,并且能承担科研、课外科技创新活动及综合性、设计性实验等任务。按照教学需要,实验室可分设为化学分析室、精密仪器室等。

1. 化学分析室

(1) 化学分析室应具备采光良好、排风好,上下水畅通,实验教学场地一次可容纳 15~30 人,每个学生应独立占有一套基本仪器设备,实验台桌可以是单边的也可以是双边的,每人所占实验台桌宽度不小于 0.6 m;长度不小于 1.0 m;两实验台桌之间的距离不小于 1.3 m。

(2) 化学分析室内应设有充足的洗水池和水龙头,并设有通风橱、排风扇和各种电源插座。

2. 精密仪器室

仪器室可根据仪器的功能、精密程度设立若干功能室,如气相色谱室、高效液相色谱室、原子吸收仪器室、荧光分析仪器室、电化学分析仪器室等,要求具有防震、防潮、防腐蚀、防尘和防有害、易燃、易爆气体等特点。温度应保持在 15~30℃,湿度为 65%~75%。放仪器的实验台应稳固,具有稳压和清洁的独立电源。

二、食品分析实验室的管理

食品分析实验室应配备专职的实验员,负责实验室的日常管理和具体的教学实验。

(1) 实验管理人员应具有相应的学历和职称,熟悉业务范围内的试剂药品和仪器设备的性能、使用和维护等知识。能指导教学大纲要求的全部实验,以及课外科技创新活动。

(2) 实验室内有完善的管理规章制度,包括“实验室工作守则”、“实验室安全、防火、卫生守则”、“实验室物品管理守则”、“仪器使用说明”、“仪器使用记录”、“实验室日志”、“实验准备记录”等备查资料,并有相应的责任人和管理条例。

(3) 实验室应逐步实行对单位、学生和社会开放,不断提高综合使用效率,使之成为教学、科研、课程实习和毕业实习的重要人才培养基地。

第二节 实验室安全及防护知识

实验室的安全是头等大事,凡进入实验室工作的教师、实验员和学生都必须具有高度的安

全意识,严格遵守操作规程和规章制度,保持警惕,以避免事故发生。

一、实验室危险性种类

1. 易燃、易爆危险品

实验室内往往存有易燃和易爆化学危险品、高压气体钢瓶、低温液化气体等;另外,实验室还经常进行高压灭菌、蒸馏、干燥、浓缩等操作,如果操作不当或没有遵守安全操作规定,则可能导致安全事故的发生。

2. 有毒气体

在食品分析实验中,经常用到各种有机溶剂和具有易挥发性的有毒、有害试剂,实验过程中也可能产生有毒气体和腐蚀性气体,如不注意,都有引起中毒的可能。

3. 机械伤害

分析实验中经常涉及安装玻璃仪器、连接管道、接触运转中的设备等因素,操作者疏忽大意或操作不当是导致事故发生的主要原因。

4. 触电

实验室经常接触电气设备,用电安全必须时刻注意。

5. 其他危险

涉及放射性、微波辐射、电磁、电场的工作场所应有适当的防护措施,以防止对人造成伤害或污染环境。

二、实验室通用安全守则

为保障实验室人身及仪器设备安全,必须遵守下列安全守则。

(1) 实验室人员必须熟悉仪器、设备的性能和使用方法,按规定要求进行操作。

(2) 凡进行有危险性的实验,实验人员应先检查防护措施,确证防护妥当后,才可进行操作。实验过程中操作人员不得擅自离开,实验完成后立即做好清理工作,并做好记录。

(3) 凡涉及有毒或有刺激性气体发生的实验,均应在通风橱(柜)内进行,并做好个人防护,不得把头部伸进通风橱内。

(4) 凡接触或使用腐蚀和刺激性药品,如强酸、强碱、氨水、过氧化氢、冰醋酸等,取用时尽可能佩戴橡皮手套和防护眼镜,瓶口不要直接对着人,禁止用手直接拿取。开启有毒气体容器时应戴防毒面具。

(5) 不使用无标签(或无标志)容器盛放的试剂、试样。

(6) 实验中产生的有毒、有害废液、废物应集中处理,不得任意排放或流入下水道。酸、碱或有毒物品溅落时,应及时清理及除毒。

(7) 严格遵守安全用电规程,不使用绝缘或接地不良的电器设备,不准擅自拆修电器。

(8) 安装易破裂的玻璃仪器时,要用布巾包裹。往玻璃管上套胶皮管时,管口应烧圆滑,并用水或甘油润滑,以防玻璃管破裂割伤手。

(9) 实验完毕,实验人员应养成洗手离开的习惯。实验室内禁止吸烟和存放食物、食具(食品感官鉴评实验室除外)。

(10) 实验室应配备消防器材,实验人员要熟悉其使用方法并掌握有关的灭火知识。

(11) 实验结束离室前要检查水、电、燃气和门窗是否关好,确保安全,并做好登记。

三、常见的实验室事故急救和处理

1. 实验室灭火

实验室发生火灾危险的可能性很大,万一发生火灾,切忌惊慌失措,在拨打 119 报警电话的同时,如能在火灾发生的初期采取适当的措施,可以将损失大大减小。实验室灭火的原则是:移去或隔绝燃料的来源,隔绝空气(氧气)、降低温度。对不同物质引起的火灾,应采取不同的扑救办法。

(1) 防止火势蔓延,首先应切断电源,关闭所有加热设备,快速移去附近的可燃物质,关闭通风装置,减少空气流通。

(2) 立即扑灭火焰,设法隔断空气,使温度下降到可燃物的着火点以下。

(3) 火势较大时,可用灭火器扑救。常用的灭火器有:二氧化碳灭火器用以扑救电器、油类和酸类火灾,不能扑灭钾、钠、镁、铝等物质火灾;泡沫灭火器适用于有机溶剂、油类着火,不宜扑救电器火灾;干粉灭火器适用于扑灭油类、有机物、遇水燃烧物质的火灾;1211 灭火器适用于扑救油类、有机溶剂、精密仪器、文物档案等火灾。

水是最常用的灭火物质,但在下列情况下应注意:能与水发生猛烈作用的物质失火时,不能用水灭火;比水轻、不溶于水的易燃与可燃液体着火时,不能用水灭火;电气设备及电线着火时,首先用四氯化碳灭火器灭火,电源切断后才能用水扑救。严禁在未切断电源前用水或泡沫灭火器扑救。

2. 化学物质中毒及灼伤的急救

(1) 有毒气体的中毒。常见的有毒气体有氯气、硫化氢、氮氧化物、一氧化碳等。一旦发生中毒,要立即离开现场,将中毒者抬到空气新鲜处,报警或送医院抢救。

(2) 强酸、强碱灼伤。受到硫酸、盐酸、硝酸伤害时,立即用大量清水冲洗,然后用 2% 的小苏打冲洗患处;受到 NaOH、KOH 溶液伤害时,迅速用大量水冲洗,再用 2% 的稀乙酸或 2% 的硼酸充分洗涤患处。遇有衣服粘连在皮肤上,切忌撕开或揭开,以防破坏皮肤组织,大量冲水后再送医院由医生处理。

3. 触电的急救

遇到人身触电事故时,必须保持冷静,立即拉下电闸断电,或用木棍将电源线拨离触电者。千万不要徒手和在脚底无绝缘体的情况下去拉触电者。如果人在高处,要防止切断电源后人摔伤。脱离电源后,检查伤员的呼吸和心跳情况。如果呼吸停止,立即进行人工呼吸,并报警呼救。

第三节 常用试剂配制与标定

一、常见的酸碱试剂

食品理化检验使用的试剂除特别注明外,一般为分析纯试剂。乙醇除特别注明外,是指 95% 的乙醇。实验用水除特别注明外,均为蒸馏水或去离子水。常用的酸碱试剂有盐酸、硫酸、硝酸、磷酸及氨水等,如果没有指明浓度,即为市售的浓盐酸、浓硫酸、浓硝酸、浓磷酸及浓氨水等。常用的市售酸碱试剂见表 1-1。

表 1-1 常用酸碱试剂

试剂名称	分子式	相对分子质量 M_r	密度 $\rho/(\text{g/mL})$	质量分数 $w/\%$	物质的量浓度 $c_B/(\text{mol/L})$
硫酸	H_2SO_4	98.07	1.83~1.84	95~98	17.8~18.4
盐酸	HCl	36.46	1.18~1.19	36~38	11.6~12.4
硝酸	HNO_3	63.01	1.39~1.40	65~68	14.4~15.2
磷酸	H_3PO_4	98.00	1.69	85	14.6
冰醋酸	CH_3COOH	60.05	1.05	99	17.4
乙酸	CH_3COOH	60.05	1.04	36	6.3
高氯酸	HClO_4	100.5	1.68	70~72	11.7~12.0
氨水	$\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$	17.03	0.88~0.90	25~28	13.3~14.8

二、物质浓度的表示方法

混合物中或溶液中某物质的含量通常有以下几种表示方法,可用于试剂的浓度或分析结果的表达。

(1) 质量分数 $w(\%)$:指被测组分的质量与样品或试液的质量之比,可用符号 w_B 表示,B代表溶质,如 $w_{\text{HCl}}=37\%$,表示 100 g 溶液中含有 37 g 氯化氢。如果分子和分母的质量单位不同,则质量分数应加上单位,如 mg/kg、mg/g、 $\mu\text{g/g}$ 等。

(2) 体积分数 $\varphi(\%)$:指在相同的温度和压力下,溶质的体积与溶液的体积之比,可用符号 φ_B 表示,B代表溶质,如 $\varphi_{\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}}=80\%$,表示 100 mL 溶液中含有 80 mL 无水乙醇。

(3) 质量浓度 $\rho(\text{g/L})$:指溶质的质量与溶液的体积之比,可用符号 ρ_B 表示,B代表溶质,如 $\rho_{\text{NaOH}}=10 \text{ g/L}$,指 1 L 溶液中含有 10 g 氢氧化钠。 $\rho_{\text{NaOH}}=10 \text{ g}/100 \text{ mL}$,指 100 mL 溶液中含有 10 g 氢氧化钠。当浓度很稀时,可用 mg/L、 $\mu\text{g/L}$ 、ng/L 等表示。

(4) 物质的量浓度 $c(\text{mol/L})$:指溶质的物质的量与溶液的体积之比,可用符号 c_B 表示,B代表溶质的基本单元,如 $c_{\text{H}_2\text{SO}_4}=1 \text{ mol/L}$,表示 1 L 溶液中含有 1 mol 的 H_2SO_4 。

(5) 比例浓度:指溶液中各组分的体积比,如正丁醇+氨水+无水乙醇(7+1+2),指 7 倍体积的正丁醇、1 倍体积的氨水和 2 倍体积的无水乙醇混合而成的溶液。

(6) 滴定度 $T(\text{g/mL})$:指 1 mL 标准溶液相当于被测物的质量,可用 $T_{S/X}$ 表示,S 表示滴定剂(标准溶液)的化学式,X 代表被测物质的化学式,如 $T_{\text{HCl}/\text{Na}_2\text{CO}_3}=0.005316 \text{ g/mL}$,表示 1 mL 盐酸标准溶液相当于 0.005316 g 碳酸钠。

《中华人民共和国计量法》规定,国家采用国际单位制。国家计量局于 1984 年 6 月 9 日颁布了《我国法定计量单位的使用方法》。食品分析中所用的计量单位均采用中华人民共和国法定计量单位法定的名称及其符号。分析检测中常用的量及其单位的名称和符号见表 1-2。

表 1-2 分析检测中常用的量及其单位的名称和符号

量的名称	量的符号	单位名称	单位符号	倍数与分数单位
物质的量	n_B	摩尔[尔]	mol	mmol 等
质量	m	千克	kg	g、mg、 μg 等
体积	V	立方米	m^3	$\text{L}(\text{dm}^3)$ 、mL 等
摩尔质量	M_B	千克每摩尔[尔]	kg/mol	g/mol 等
摩尔体积	V_B	立方米每摩尔[尔]	m^3/mol	L/mol 等
物质的量浓度	c_B	摩尔[尔]每立方米	mol/m^3	mol/L 等

续表

量的名称	量的符号	单位名称	单位符号	倍数与分数单位
质量分数	w_B	—	%	—
质量浓度	ρ_B	千克每立方米	kg/m^3	g/L 、 g/mL 等
体积分数	φ_B	—	%	—
滴定度	$T_{S/X}, T_S$	克每毫升	g/mL	—
密度	ρ	千克每立方米	kg/m^3	g/mL 、 g/m^3
相对原子质量	A_r	—	—	—
相对分子质量	M_r	—	—	—

三、几种常用试剂的配制与标定

(一) 盐酸标准溶液的配制与标定

1. 配制

(1) 1 mol/L、0.5 mol/L、0.1 mol/L 盐酸溶液:分别量取 90 mL、45 mL、9 mL 盐酸加水稀释至 1 L。

(2) 盐酸溶液 [$c(\text{HCl}) \leq 0.02 \text{ mol/L}$]:临用前将浓度高的标准滴定溶液用煮沸并冷却的水稀释,必要时重新标定。

(3) 溴甲酚绿-甲基红混合指示剂:量取 30 mL 溴甲酚绿的乙醇溶液(2 g/L),加入 20 mL 甲基红的乙醇溶液(1 g/L),混匀。

2. 标定

准确称取于 270~300℃ 高温炉中灼烧至恒量的基准试剂无水碳酸钠,标定 1 mol/L 盐酸溶液称取 1.9 g,标定 0.5 mol/L 盐酸溶液称取 0.95 g,标定 0.1 mol/L 盐酸溶液称取 0.2 g (称准至 0.0001 g),溶于 50 mL 水中,加 10 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示液,用配制好的盐酸溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色,煮沸 2 min,冷却后继续滴定至溶液再呈暗红色。同时做空白实验。

盐酸标准滴定溶液的浓度 [$c(\text{HCl})$], mol/L;用式(1-1)计算:

$$c(\text{HCl}) = \frac{m \times 1000}{(V_1 - V_2) M\left(\frac{1}{2} \text{Na}_2\text{CO}_3\right)} \quad (1-1)$$

式中: m 为无水碳酸钠的质量, g; V_1 为样品消耗盐酸标准溶液的体积, mL; V_2 为空白消耗盐酸标准溶液的体积, mL; $M(1/2\text{Na}_2\text{CO}_3)$ 为无水碳酸钠的基本计算单元, g/mol, $M(1/2\text{Na}_2\text{CO}_3) = 52.994 \text{ g/mol}$ 。

(二) 硫酸标准溶液的配制与标定

1. 配制

(1) 硫酸溶液 [$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/L}$]:量取 30 mL 硫酸,缓缓注入适量水中,冷却至室温后用水稀释至 1 L,混匀。

(2) 硫酸溶液 [$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.5 \text{ mol/L}$]:量取 15 mL 硫酸,同步骤(1)的操作。

(3) 硫酸溶液 [$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$]:量取 3 mL 硫酸,同步骤(1)操作。

2. 标定

用基准试剂无水碳酸钠标定,操作步骤及计算同盐酸标准溶液的标定。

(三) 氢氧化钠标准溶液的配制与标定

1. 配制

(1) 氢氧化钠饱和溶液的配制:称取 110 g 氢氧化钠,溶于 100 mL 无二氧化碳的水中,摇匀,注入聚乙烯容器中,密闭放置至溶液清亮。

(2) 氢氧化钠溶液 $[c(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}]$:用塑料管量取 54 mL 上层澄清的氢氧化钠饱和溶液,用无二氧化碳的水稀释至 1 L,摇匀。

(3) 氢氧化钠溶液 $[c(\text{NaOH})=0.5 \text{ mol/L}]$:用塑料管量取 27 mL 上层澄清的氢氧化钠饱和溶液,用无二氧化碳的水稀释至 1 L,摇匀。

(4) 氢氧化钠溶液 $[c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}]$:用塑料管量取 5.4 mL 上层澄清的氢氧化钠饱和溶液,用无二氧化碳的水稀释至 1 L,摇匀。

(5) 酚酞指示剂(10 g/L):称取酚酞 1 g 溶于适量乙醇中,再用乙醇稀释至 100 mL。

2. 标定

准确称取于 105~110℃电烘箱中干燥至恒量的基准邻苯二甲酸氢钾,标定 1 mol/L 氢氧化钠溶液称取 7.5 g,标定 0.5 mol/L 氢氧化钠溶液称取 3.8 g,标定 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液称取 0.75 g(称准至 0.0001 g),加无二氧化碳的水溶解(标定 1 mol/L、0.5 mol/L 的氢氧化钠溶液加水 80 mL,标定 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液加水 50 mL),加 2 滴酚酞指示剂,用配制好的氢氧化钠溶液滴定至溶液呈粉红色,保持 30 s。同时做空白实验。

氢氧化钠标准溶液的浓度 $[c(\text{NaOH})]$,mol/L;按式(1-2)计算:

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m \times 1000}{(V_1 - V_2)M} \quad (1-2)$$

式中: m 为基准邻苯二甲酸氢钾的质量,g; V_1 为氢氧化钠标准溶液的用量,mL; V_2 为空白实验中氢氧化钠标准溶液用量,mL; M 为邻苯二甲酸氢钾的基本计算单元,g/mol, $M(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4) = 204.22 \text{ g/mol}$ 。

(四) 高锰酸钾标准溶液 $[c(1/5 \text{ KMnO}_4)=0.1 \text{ mol/L}]$ 的配制与标定

1. 配制

称取 3.3 g 高锰酸钾,溶于 1050 mL 水中,缓缓煮沸 15 min,冷却,于暗处放置两周,用已处理过的 4 号玻璃滤坩过滤,储存于棕色瓶中。玻璃滤坩的处理方法为将其在同样浓度的高锰酸钾溶液中缓缓煮沸 5 min。

2. 标定

称取 0.25 g 于 105~110℃电烘箱干燥至恒量的基准草酸钠,溶于 100 mL 硫酸溶液(8+92)中,用配制好的高锰酸钾溶液滴定,近终点时加热至 65℃,继续滴定至溶液呈粉红色,保持 30 s 不褪色。同时做空白实验。

高锰酸钾标准滴定溶液的浓度 $[c(1/5 \text{ KMnO}_4)]$,mol/L;按式(1-3)计算:

$$c\left(\frac{1}{5} \text{ KMnO}_4\right) = \frac{m \times 1000}{(V_1 - V_2)M\left(\frac{1}{2} \text{ Na}_2\text{C}_2\text{O}_4\right)} \quad (1-3)$$

式中: m 为基准草酸钠的质量,g; V_1 为 KMnO_4 标准滴定溶液消耗的体积,mL; V_2 为空白消耗

KMnO_4 标准滴定溶液的体积, mL; $M(1/2\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)$ 为草酸钠的基本计算单元, g/mol, $M(1/2\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)=66.999$ g/mol。

(五) 草酸标准滴定溶液 [$c(1/2\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)=0.1\text{mol/L}$] 的配制与标定

1. 配制

称取 6.4g 草酸($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), 加适量的水使之溶解并稀释至 1000 mL, 混匀。

2. 标定

准确吸取 35.00~40.00 mL 配制好的草酸标准溶液, 加 100 mL 硫酸溶液(8+92), 用高锰酸钾 [$c(1/5\text{KMnO}_4)=0.1\text{mol/L}$] 滴定, 近终点时加热至 65°C , 继续滴定至溶液呈粉红色, 并保持 30 s 不褪色。同时做空白实验。

草酸标准滴定溶液的浓度 [$c(1/2\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)$], mol/L; 按式(1-4)计算:

$$c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4\right)=\frac{(V_1-V_2)\times c_1}{V} \quad (1-4)$$

式中: V_1 为高锰酸钾标准溶液用量, mL; V_2 为空白实验中高锰酸钾标准溶液用量, mL; c_1 为高锰酸钾标准滴定溶液的浓度 ($1/5\text{KMnO}_4$), mol/L; V 为草酸标准溶液用量, mL。

(六) 硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定

1. 配制

(1) 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液: 称取 26 g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) (或 16 g 无水硫代硫酸钠), 加 0.2 g 无水碳酸钠, 溶于 1 L 水中, 缓缓煮沸 10 min, 冷却。放置两周后过滤, 保存在棕色瓶中备用。

(2) 0.02 mol/L、0.01 mol/L 的硫代硫酸钠标准溶液: 临用前取 0.1 mol/L 的硫代硫酸钠标准溶液, 加新煮沸过的冷水稀释制成。

2. 标定

准确称取 0.18 g 于 $120^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥至恒量的基准重铬酸钾, 置于碘量瓶中, 加入 25 mL 水使之溶解。加入 2 g 碘化钾固体及 20 mL 硫酸溶液(20%), 摇匀, 于暗处放置 10 min。加 150 mL 水 ($15 \sim 20^\circ\text{C}$), 用配制好的硫代硫酸钠溶液滴定, 近终点时加 2 mL 淀粉指示液(10 g/L), 继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色。同时做空白实验。

硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$], mol/L; 按式(1-5)计算:

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=\frac{m \times 1000}{(V_1-V_2)M\left(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\right)} \quad (1-5)$$

式中: m 为基准重铬酸钾的质量, g; V_1 为硫代硫酸钠标准溶液的用量, mL; V_2 为空白实验中硫代硫酸钠标准溶液用量, mL; $M(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$ 为重铬酸钾的基本计算单元, g/mol, $M(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=49.031$ g/mol。

(七) 碘标准滴定溶液 [$c(1/2\text{I}_2)=0.1\text{mol/L}$] 的配制与标定

1. 配制

(1) $c(1/2\text{I}_2)=0.1\text{mol/L}$ 碘标准滴定溶液: 称取 13 g 碘及 35 g 碘化钾, 溶于 100 mL 水中, 稀释至 1 L, 摇匀, 储存于棕色瓶中。

(2) $c(1/2\text{I}_2)=0.02\text{mol/L}$ 碘标准滴定溶液: 临用前取 0.1 mol/L 的碘标准滴定溶液稀

释制成。

2. 标定

量取 35.00~40.00 mL 配制好的碘溶液,置于碘量瓶中,加 150 mL 水(15~20℃),用 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,近终点时加 2 mL 淀粉指示液(10 g/L),继续滴定至溶液蓝色消失。

同时用水做空白实验:取 250 mL 水(15~20℃),加 0.05~0.20 mL 配制好的碘溶液及 2 mL 淀粉指示液(10 g/L),用 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液蓝色消失。

碘标准滴定溶液的浓度 $[c(1/2I_2)]$,mol/L;按式(1-6)计算:

$$c\left(\frac{1}{2}I_2\right)=\frac{(V_1-V_2)c_1}{V_3-V_4} \quad (1-6)$$

式中: V_1 为硫代硫酸钠标准溶液的滴定体积,mL; V_2 为空白实验消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,mL; c_1 为硫代硫酸钠标准溶液的浓度,mol/L; V_3 为碘溶液的体积,mL; V_4 为空白实验中加入的碘溶液的体积,mL。

(八) 乙二胺四乙酸二钠标准溶液的配制与标定

1. 配制

(1) 0.1 mol/L 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液:称取 40 g 乙二胺四乙酸二钠($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$),加入 1 L 水,加热使之溶解,冷却后摇匀。置于玻璃瓶中,注意避免与橡皮塞、橡皮管接触。

(2) 0.05 mol/L、0.02 mol/L 乙二胺四乙酸二钠标准溶液(EDTA):分别称取 20 g、8 g 乙二胺四乙酸二钠进行配制,操作同(1)。

2. 标定

(1) 0.1 mol/L、0.05 mol/L 乙二胺四乙酸二钠标准溶液:准确称取于 800℃±50℃的高温炉中灼烧至恒量的基准试剂氧化锌(分别称 0.3 g、0.15 g,称准至 0.0001 g),用少量水湿润,加 2 mL 盐酸溶液(20%)溶解,加 100 mL 水,用氨水溶液(10%)调节溶液 pH 至 7~8,加 10 mL pH≈10 氨-氯化铵缓冲溶液及 5 滴铬黑 T 指示液(5 g/L),用配制好的乙二胺四乙酸二钠溶液滴定至溶液由紫色变为纯蓝色。同时做空白实验。

乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度 $[c(EDTA)]$,mol/L;按式(1-7)计算:

$$c(EDTA)=\frac{m \times 1000}{(V_1-V_2)M(ZnO)} \quad (1-7)$$

式中: m 为用于滴定的基准氧化锌的质量,g; V_1 为乙二胺四乙酸二钠标准溶液用量,mL; V_2 为空白实验中乙二胺四乙酸二钠标准溶液用量,mL; $M(ZnO)$ 为氧化锌基本计算单元,g/mol, $M(ZnO)=81.39$ g/mol。

(2) 0.02 mol/L 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液:准确称取约 0.4200 g 于 800℃±50℃的高温炉中灼烧至恒量的基准试剂氧化锌,用少量水湿润,加 3 mL 盐酸溶液(20%)溶解,移入 250 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。吸取 35.00~40.00 mL,加 70 mL 水,用氨水溶液(10%)调节溶液 pH 至 7~8,再加 10 mL pH≈10 氨-氯化铵缓冲液及 5 滴铬黑 T 指示液(5 g/L),用配制好的乙二胺四乙酸二钠溶液滴定至溶液由紫色变为纯蓝色。同时做空白实验。

乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度 $[c(EDTA)]$,mol/L;按式(1-8)计算:

$$c(\text{EDTA}) = \frac{m \times \frac{V_1}{250} \times 1000}{(V_2 - V_3)M(\text{ZnO})} \quad (1-8)$$

式中： m 为用于滴定的氧化锌的质量，g； V_1 为吸取氧化锌溶液的量，mL； V_2 为乙二胺四乙酸二钠标准溶液用量，mL； V_3 为试剂空白实验中乙二胺四乙酸二钠标准溶液用量，mL； $M(\text{ZnO})$ 为氧化锌的基本计算单元，g/mol， $M(\text{ZnO}) = 81.39 \text{ g/mol}$ 。

(九) 氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液 [$c(\text{KOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$] 的配制与标定

1. 配制

称取 8 g 氢氧化钾，置于聚乙烯容器中，加少量水（约 5 mL）溶解，用乙醇（95%）稀释至 1 L，密闭放置 24 h。用塑料管虹吸上层清液至另一聚乙烯容器中。

2. 标定

称取 0.75 g 于 105~110℃ 电烘箱中干燥至恒量的基准试剂邻苯二甲酸氢钾，溶于 50 mL 无二氧化碳的水中，加 2 滴酚酞指示液（10 g/L），用配制好的氢氧化钾-乙醇溶液滴定至溶液呈粉红色，同时做空白实验。临用前标定。

氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液的浓度 [$c(\text{KOH})$]，mol/L；按式（1-9）计算：

$$c(\text{KOH}) = \frac{m \times 1000}{(V_1 - V_2)M(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4)} \quad (1-9)$$

式中： m 为基准邻苯二甲酸氢钾的质量，g； V_1 为氢氧化钾-乙醇标准溶液的用量，mL； V_2 为空白实验中氢氧化钾-乙醇标准溶液的用量，mL； $M(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4)$ 为邻苯二甲酸氢钾的基本计算单元，g/mol， $M(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4) = 204.22 \text{ g/mol}$ 。

四、常用洗涤液的配制和使用方法

(1) 合成洗涤剂：主要是洗衣粉、洗洁精等，主要用于油脂和某些有机物的洗涤。

(2) 铬酸洗液（100 g/L）即重铬酸钾-浓硫酸洗液：称取化学纯重铬酸钾 100 g 于烧杯中，加入 100 mL 水，微加热使其溶解，冷却，缓缓加入化学纯硫酸，边加边用玻璃棒搅动，防止硫酸溅出，开始有红色晶体析出，硫酸加到一定量晶体可溶解，加硫酸至溶液总体积为 1 L。

该洗液是强氧化剂，用于洗涤油污及有机物，但氧化作用比较慢，直接接触器皿数分钟至数小时才有作用。使用时防止被水稀释，用后倒回原瓶内，可反复使用，直至溶液变为绿色。

(3) 氢氧化钾-乙醇洗液（100 g/L）：取 100 g 氢氧化钾，用 50 mL 水溶解后，加工业乙醇至 1 L。碱性乙醇洗液可用于洗涤油污、树脂等。

(4) 酸性草酸或酸性羟胺洗液：称取 10 g 草酸或 1 g 盐酸羟胺，溶于 10 mL 盐酸（1+4）中，该洗液可洗涤氧化性物质。对沾污在器皿上的氧化剂，酸性草酸作用较慢，羟胺作用快且易洗净。

(5) 硝酸洗液：常用浓度（1+9）或（1+4），主要用于浸泡清洗测定金属离子时的器皿。一般浸泡过夜，取出用自来水冲洗，再用去离子水或亚沸水冲洗。注意洗涤后的玻璃仪器应防止二次污染。

第四节 实验废弃物处理

食品理化检验中产生的废弃物，大多数都是有毒、有害物质，有些还是剧毒或致癌物质，如

果不经处理而直接排放就会污染环境,损害人体健康。实验废弃物必须在排放前先经处理。能回收利用的则回收,减少排放量;不能回收利用的经处理达到排放标准再排放,可保护实验人员身体健康,减少环境污染。

一、各种废弃物的处理方法

实验室常见的废弃物包括废气、废液和废渣。

1. 有毒气体的排放与处理

对于产生少量有毒气体的实验,可在通风橱内进行,通过排风设备将少量有毒气体排到室外,以免污染室内空气。对于产生毒气量较大的实验,必须备有毒气吸收或处理装置。例如,二氧化氮、二氧化硫、氯气、硫化氢、氟化氢等可用碱溶液吸收,一氧化碳可直接点燃使其转化为二氧化碳。

2. 废渣的处理

实验过程产生的废渣,如达到排放标准,可直接处理或与煤渣、煤粉一起焙烧后填埋(应有固定地点)。如是可回收的则应分门别类存放,对于不溶固体物质严禁倒入水池以防堵塞下水管道。

3. 常见废液的处理方法

(1) 无机酸类废液。实验产生的废液中量较大的是废酸液,可收集于陶瓷或塑料桶中,然后用耐酸塑料网纱或玻璃纤维过滤,滤液再用石灰或废碱中和,调 pH 至 6~8 后,用大量水稀释后排放。少量的滤渣可埋于地下。

(2) 氢氧化钠、氨水等废碱液。可用稀废酸中和至 pH 6~8 后,再用大量水冲稀排放。

(3) 含砷废液。含砷废液可加入氧化钙,调节 pH 为 8 左右,使生成砷酸钙和亚砷酸钙沉淀。也可将废液调至 pH 10 以上,然后加入适量的硫化钠,与砷反应生成难溶、低毒的硫化物沉淀。

(4) 含铬废液。实验中含铬量较大的是废弃的铬酸洗液,铬酸洗液如失效变绿,可用高锰酸钾氧化法使其再生,继续使用。方法为:先在 110~130℃ 下不断搅拌加热浓缩,除去水分后,冷却至室温,缓缓加入高锰酸钾粉末,每 1 L 洗液中加入 10 g 左右,直至溶液呈深褐色或微紫色(注意不要加过量),边加边搅拌,直接加热至有红色三氧化铬出现,停止加热。稍冷,通过玻璃砂芯漏斗过滤,除去沉淀,冷却后析出三氧化铬沉淀,再加适量硫酸使其溶解即可使用。失效的少量废铬酸洗液或其他含铬废液可用废铁屑还原残留的六价铬为三价铬,再用废碱液或石灰中和使生成低毒的氢氧化铬沉淀。将废渣埋于地下。

(5) 含氰废液。氰化物是剧毒物质,含氰废液必须认真处理,切记不可与酸混合。少量的含氰废液可先加氢氧化钠调 pH 大于 10,再加少量高锰酸钾使 CN^- 氧化分解。量大的含氰废液可用碱性氯化法处理。方法为:先用碱调至 pH 大于 10,再加入漂白粉,使 CN^- 氧化成氰酸盐,并进一步分解为 CO_2 和 N_2 。

(6) 含汞废液。含汞盐废液应先调 pH 8~9 后,加入适当过量的硫化钠,生成硫化汞沉淀,同时加入共沉淀剂硫酸亚铁,生成硫化亚铁沉淀,从而吸附硫化汞使其沉淀下来。静置后分离,再离心过滤,清液中的含汞量降到 0.02 mg/L 以下时,可直接排放。少量残渣可埋于地下,大量残渣需用焙烧法回收汞或再制成汞溶液,但要注意,一定要在通风橱内进行。

(7) 含铅、镉等重金属离子的废液。含重金属离子的废液,最有效和经济的处理方法是加碱或硫化钠使铅、镉等重金属离子变成难溶性的氢氧化物或硫化物而沉积下来,再过滤分离,