

SHIPIN JIANYAN YU FENXI SHIYAN JISHU

食品检验与分析实验技术

王远红 徐家敏 编



中国海洋大学出版社

SHIPIN JIANYAN YU FENXI SHIYAN JISHU
食品检验与分析实验技术

王远红 徐家敏 编

中国海洋大学出版社
· 青 岛 ·

图书在版编目(CIP)数据

食品检验与分析实验技术/王远红,徐家敏编. —青岛:中国海洋大学出版社,2006.9
ISBN 7-81067-914-7

I. 食… II. ①王…②徐… III. ①食品检验②食品分析 IV. TS207.3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2006)第 088128 号

食品检验与分析实验技术

王远红 徐家敏 编

出版发行 中国海洋大学出版社
社 址 青岛市鱼山路 5 号 邮政编码 266003
网 址 <http://www2.ouc.edu.cn/cbs>
电子信箱 hdcbs@ouc.edu.cn
订购电话 0532-82032573 82032644(传真)
责任编辑 魏建功 电 话 0532-82032121
印 制 日照报业印刷有限公司
版 次 2006 年 9 月第 1 版
印 次 2006 年 9 月第 1 次印刷
开 本 787 mm×960 mm 1/16
印 张 9.5
字 数 175 千字
定 价 20.00 元

版权所有

侵权必究

前 言

本书是食品检验与分析课的实验教材。食品检验与分析是食品工程专业的一门主要专业课,《食品检验与分析实验技术》是食品检验与分析课程的重要组成部分,占整个教学时数的一半。要掌握食品检验与分析实验技术,不仅需要无机化学、有机化学、分析化学等基础课程知识,而且需要食品化学、食品安全性评价等专业课程知识。根据教学大纲,要求学生掌握和应用食品分析、质量控制的基本理论和基本操作技能,从而培养学生具有较系统的实验思路和独立操作能力,包括相应仪器的使用。

本教材内容包括食品鲜度检验技术、食品营养成分的分析技术、食品有害有毒成分的分析技术三大部分。在内容选排上,尽量做到全面精练,教材共编排 33 个实验,基本包含了食品分析的内容,大多数实验适合不同种类食品的测定,有些实验收录两种方法,便于学生选择,同时注意了实验课教学和理论课教学的一致性。并且本技术课采用了多媒体演示的教学手段。

食品检验与分析中需要和配制使用许多试液,如酸碱滴定指示剂的配制和使用、混合指示剂、标准溶液的制备与标定、常用缓冲液的配制等,为了便于使用者查阅,我们将这部分内容编在书的附录中。

本书主要为食品工程专业的学生使用,亦可供同行专业人员参考。

由于《食品检验与分析实验技术》内容很多,且实验仪器及设备在不断改进与发展中,本书难免有疏漏之处,敬请读者批评指正。

编者

2006. 3. 18

目 录

实验须知	1
实验一 感官检验	3
实验二 挥发性盐基氮(TVB—N)的测定——微量扩散法	5
实验三 三甲胺(TMA—N)的测定——苦味酸三甲胺盐比色法	7
附 1:标准曲线绘制方法	9
附 2:721 可见分光光度计的使用与维护	10
实验四 海产鱼的鲜度检验——组胺的测定	11
实验五 鲜度指标 K 值的测定——液相色谱法	14
附:Agilent 1100 液相色谱仪操作规程	16
实验六 食品中的水分测定	18
(一)直接干燥法	18
(二)蒸馏法	20
实验七 食品中灰分的测定——总灰分的测定法	22
实验八 食品中蛋白质的测定——半微量凯氏定氮法	24
实验九 氨基酸总量的测定	27
(一)电位滴定法	27
(二)双指示剂法	28
附:PHS—2 型数字酸度计使用方法	30
实验十 食品中脂肪的测定——索氏抽提法	31
实验十一 食用植物油中脂肪酸败的测定——酸价法	34
实验十二 食用植物油中鲜度的测定——过氧化值法	36
实验十三 食用植物油中酸败产物丙二醛的测定——硫代巴比妥酸法	38
实验十四 食品中总糖、还原糖、蔗糖的测定——费林氏溶液滴定法	40
实验十五 食品中纤维素的测定——粗纤维素的测定法	45
实验十六 海藻中褐藻胶的测定——咔唑比色法	47
实验十七 食品中 β -胡萝卜素的测定——纸层析法	50

实验十八 食品中维生素 A 的测定——三点校正紫外分光光度法	55
附: V_A 测定——751GD 操作步骤	59
实验十九 食品中维生素 C 的测定——荧光法	61
附: 荧光分光光度计光学光路图及操作说明	64
实验二十 食品中钙的测定——高锰酸钾滴定法	66
实验二十一 食品中磷的测定——钼蓝比色法	68
实验二十二 食品中汞的测定——冷原子荧光光度法	70
附: 冷原子荧光测汞仪结构示意图及仪器操作说明	72
实验二十三 食品中总砷的测定	74
(一) 二乙基二硫代氨基甲酸银 (DDC-Ag) 比色法	74
(二) 古蔡氏砷斑法	76
实验二十四 食品中铅的测定——原子吸收分光光度法	79
附: 原子吸收分光光度计结构图及仪器操作说明	80
实验二十五 食品中铝的测定——铬天青 S 比色法	82
实验二十六 食品中亚硝酸盐的测定——N-1-萘基乙二胺比色法	85
实验二十七 食品中山梨酸、苯甲酸、糖精钠的测定	
——高效液相色谱法	88
实验二十八 食品中有机磷农药残留量的测定——气相色谱法	91
附: 气相色谱仪流程、火焰光度检测器示意图及气相色谱操作说明	94
实验二十九 食品中阿片生物碱的测定方法——薄层层析法	96
实验三十 畜禽肉中土霉素、四环素、金霉素残留量的测定方法	
——高效液相色谱法	99
实验三十一 酒中甲醇及高级醇类的测定——气相色谱法	102
实验三十二 牛乳掺假检验	105
实验三十三 褐藻胶(褐藻酸钠)的成品检验	110
附 1: NDJ-1 型旋转黏度计操作使用说明	114
附 2: 《中国药典》(2005 年版, 第二部) 附录 VIII H 重金属检查法	115
附 3: 《中国药典》(2005 年版, 第二部) 附录 VIII J 砷盐检查法	117
附 录	119
附录一 滤色片的颜色、透过光波长范围和试液颜色的关系	119
附录二 市售浓酸、浓氨水的比重和浓度	119
附录三 酸碱滴定指示剂的配制方法	120
附录四 酸碱滴定最常用指示剂的使用方法	122
附录五 混合指示剂	123

附录六	标准滴定溶液的配制与标定	125
附录七	常用缓冲液的配制方法	133
附录八	冷却剂和干燥剂	139
附录九	试剂的配制及保存	140
参考文献	143

实验须知

实验是食品检验与分析课程的重要组成部分。按教学大纲规定,实验课教学应做到:

1. 认真验证实验教材指定的食品分析理论,使学生加深对本学科专业知识的理解。
2. 正确介绍实验教材中各类代表性食品分析方法,使学生熟练掌握各种分析方法和操作技术,培养学生独立开展食品分析工作的能力。
3. 学生要全面了解食品分析工作的性质和内容,培养严肃认真、实事求是的科学态度和工作作风。

为提高实验教学质量,参加实验课者应努力做到:

1. 做好预习,明确实验的目的要求,弄清原理和操作要点,预先安排好实验进程,估计实验中可能发生的问题及处理解决办法。每次实验课均应有准备地接受教师的提问。

2. 严格按实验规程操作,虚心接受教师的指导,认真掌握操作技术,细心观察实验现象。进行教材指定内容以外的实验或重做实验需经教师批推。

3. 进入实验室要随身带一本预先编好页数的实验记录本。实验过程中应尊重实验事实,及时做好完整而确切的原始记录。要用钢笔书写,字体端正。原始数据应直接记于实验记录本上,绝不允许记于纸条、手或其他本子上再誊写,也不允许暂记在脑子里等下一个数据一起记录。

原始记录是实验报告的一部分,尊重原始记录是科学作风。记录本不准撕页,如记录有错,只能将写错处用双线画去(但要求仍能看清原来写错的数值),在其旁写上正确数据,不能涂改,涂改的原始记录无效。

4. 防止试剂、药品污染,取用时应仔细观察标签和取用工具上的标志,杜绝错盖瓶盖或不随手加盖的现象发生。当不慎发生试剂污染时,应及时报告教师。公用试剂、药品应在指定位置取用。此外,取出的试剂、药品不能再倒回原瓶。

5. 爱护仪器,小心使用,破损仪器应及时登记报损、补发。使用精密仪器,需经教师同意,用后签名登记。

6. 实验时确保安全,时刻注意防火、防爆。发现事故隐患及时报告,不懂时

不要擅自动手处理。

7. 洗液一般只限于洗涤滴定管、吸量管、容量瓶等使用。使用时,应先用水冲洗仪器,沥至无滴水后,用洗液浸洗。其他玻璃仪器一般用肥皂或去污粉刷洗。注意节约蒸馏水,清洗玻璃仪器应遵守少量多次的原则。

8. 爱护公物,节约水电、药品和试剂。可回收利用的溶剂应回收至指定的容器中,不可任意弃去。腐蚀性残液应倒入废液缸中,切勿倒进水槽。

9. 实验完毕应认真清理实验台,仪器洗净后放回原处,擦净台面,晾好抹布、毛刷,放齐凳子,锁好柜子经教师同意后,方可离开。值日生还应负责整理公用试剂台、打扫地面卫生、清除垃圾及废液缸中污物,并检查水、电、门窗等安全事宜。

10. 认真总结实验结果,按指定格式填写实验报告,并按规定时间提交实验报告。

实验一 感官检验

在感官指标中,水产品的组织状态、黏度、气味、煮沸后肉汤等是相当直观的质量指标,真实地反映了扑捞过程的情况、贮藏运输时的温度环境,以及库存时日,甚至能更深层地表达了其成分之间的关系是否保持或接近动物活体时的状况。因此,水产品感官指标的检查 and 品评,其重要意义是不言而喻的。

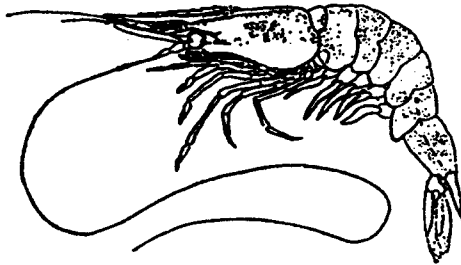
一、目的要求

1. 了解形态特征。
2. 掌握感官鉴定、水煮检验及物理鉴定鲜度的基本方法。

二、实验内容

(一) 实验材料——对虾

对虾体细长,侧扁,体外被几丁质外骨骼,身体分头胸部及腹部。头胸部被有甲壳,称头胸甲,其前端有长而尖、平直前伸的额角,额角上、下缘有齿。第一触角触鞭较长,其长度大于头胸甲。头胸甲具触角刺、肝刺及胃上刺,腹部第四至六节背面中央有纵脊,体透明,微呈青蓝色,胸部及胸部肢体略带红色,尾肢末端为深棕蓝色并夹带红色,雄性体色较黄,雌性生殖腺成熟前显豆瓣绿色,成熟后呈棕黄色。



(二) 感官鉴别特征

1. 色泽。
2. 气味(有无氨臭味)。
3. 外观有无光泽。
4. 虾体肉质坚密情况如何。

5. 虾头胸部和腹部连接如何。

新 鲜	不 新 鲜
色泽、气味正常,外观有光泽,半透明,虾体肉质紧密,有弹性。甲壳紧闭附着虾体,虾头胸部和腹部连接膜不破裂。养殖虾体色受养殖场底质影响,体表呈青黑色,色素斑点清晰明显	外壳失去光泽,甲壳黑变较多,体色变红,甲壳与虾体分离。虾肉组织松软,有氨臭味,带头虾头胸部脱开,头部甲壳变红、变黑

(三)物理测量方法

1. 量体长:左手拿虾,并将虾放直,右手拿尺子测量眼柄基部至尾节末端的长度,以厘米为单位。
2. 质量:整虾称量,注意把虾放在表面皿上称量。
3. 计算平均体长、平均质量。

(四)水煮试验方法

在洗净烧杯中加少量的水(以水刚浸没样品为宜)煮沸,虾去头、去皮,整体放入煮开的水中,盖上表面皿,再次煮沸后停止加热,开盖立即嗅气味,再看汤汁,最后品尝口味。

项 目	新 鲜	不 新 鲜
气 味	具有本种类固有香气味	有腥臭味或氨味
口 味	具有本种类固有的鲜味,肉质有弹性	无鲜味,肉质变糜,有氨臭味
汤 汁	清晰或有本种类色素的色泽;汤内无碎肉	肉质腐败脱落,悬浮于汤内,汤汁混浊

实验二 挥发性盐基氮(TVB—N)的测定 ——微量扩散法

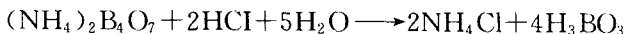
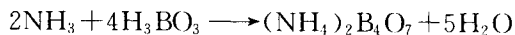
肉品的理化检验指标目前仍偏重于其新鲜程度,肉及肉制品的品种范围包括鲜、冻畜禽及腌腊肉、火腿、酱卤肉、灌肠制品、烧烤肉、熟干肉等肉制品。其卫生质量指标包括:屠宰加工后符合市场鲜销的感官指标、挥发性盐基氮指标、汞污染残留的允许量规定;复制加工后的水分、酸价、过氧化值等的范围;添加剂中亚硝酸盐和食盐的控制要求。挥发性盐基氮是肉品鲜度检验之一。

一、目的要求

1. 了解样品中挥发性盐基氮的来源及产生原理。
2. 掌握微量扩散法测定挥发性盐基氮。

二、原理

样品中的挥发性盐基氮包括氨及低级胺类,在碱性条件下挥发,于 37℃ 被密闭的康维氏皿内室中的硼酸所吸收,并以标准的 0.01 mol/L 盐酸滴定,然后计算其含量。



本方法系国标(GB/T5009.44—1996)肉与肉制品卫生标准的标准分析方法,鲜(冻)肉类理化检验中的微量扩散法,适用于肉类及水产品鲜度检验。

三、试剂

1. 0.01 mol/L 盐酸标准溶液。
2. 混合指示液:甲基红指示液为 2 g/L 乙醇溶液。次甲基蓝指示液为 1 g/L 乙醇溶液。临用时将上述两种指示液等量混合。
3. 200 g/L 三氯乙酸。
4. 饱和碳酸钾溶液:称取 50 g 碳酸钾,加 50 mL 水,微加热助溶,使用时取上清液。
5. 吸收液:20 g/L 硼酸溶液。
6. 水溶性胶:称取 10 g 阿拉伯胶,加 10 mL 水,微加热助溶,再加 5 mL 甘油及 5 g 无水碳酸钾混匀。

四、仪器

1. 扩散皿(标准型),又称康维氏皿。
2. 微量滴定管:最小分度 0.01 mL。
3. 组织捣碎机。

五、实验步骤

1. 样品处理:将鲜肉除去脂肪、骨、筋后,用组织捣碎机搅碎并均匀,取样品 10.0 g,放入 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 水放置 30 min,并不断搅拌,再加入 200 g/L 三氯乙酸 20 mL,放置 10 min,过滤到 100 mL 容量瓶中,用蒸馏水少量多次冲洗残渣,并定容至刻度,样品浸出液待测。

2. 将干燥后的康维氏皿涂水溶性胶。

3. 康维氏皿内室加入 20 g/L 硼酸 1 mL,混合指示剂 1 滴,再于外室的一边准确加入 1 mL 样品浸出液,然后手持玻璃盖,一手在外室另一侧快速加入 1 mL 饱和碳酸钾溶液,立即加盖,并轻轻转动器皿,使两液充分混合均匀。

4. 将康维氏皿于 37°C 温箱内保温 2 h。

5. 开盖后用 0.01 mol/L 标准盐酸滴定内室硼酸吸收液至终点呈蓝紫色。

6. 做两个样品时,同时做 1 个试剂空白。

六、计算

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 14}{m \times \frac{1}{100}} \times 100$$

式中,

X ——样品中挥发性盐基氮(TVB-N)含量(mg/100 g);

V_1 ——测定用样液消耗盐酸标准溶液体积(mL);

V_2 ——试剂空白消耗盐酸标准溶液体积(mL);

c ——盐酸标准溶液的摩尔浓度;

m ——样品的质量;

14——与 1.00 mL 盐酸标准溶液($c_{\text{HCl}} = 0.1000 \text{ mol/L}$)相当的以毫克表示的氮的质量。

七、提前准备工作

将康维氏皿三套洗净烘干。

八、思考题

本实验中应注意哪些方面?

实验三 三甲胺(TMA—N)的测定 ——苦味酸三甲胺盐比色法

三甲胺(TMA—N)是评定海产鱼虾鲜度质量的指标之一,也可以用于肉及肉制品。

一、目的要求

1. 了解样品由细菌作用导致腐败的机制。
2. 掌握干燥苦味酸制备。

二、原理

TMA—N $[(\text{CH}_3)_3\text{N}]$ 是动物性食品中由于细菌作用,在腐败过程中将氧化三甲胺 $[(\text{CH}_3)_3\text{NO}]$ 还原而产生的,系含氮的挥发性物质。以无水甲苯提取样品中的三甲胺,提取后的三甲胺与苦味酸作用,生成呈黄色的苦味酸三甲胺盐,在420 nm波长下,测其吸光值,与三甲胺的标准曲线进行比较,然后计算其含量。

本方法系国标(GB/T5009.44—1996)肉与肉制品卫生标准的标准分析方法中火腿肠理化检验。

三、试剂

1. 200 g/L 三氯乙酸。
2. 甲苯:用无水硫酸钠脱水,再用1 mol/L 硫酸振摇蒸馏,以除其干扰物质,最后再以无水硫酸钠脱水。
3. 苦味酸甲苯溶液。
(1)贮备液:将2 g干燥的苦味酸溶于100 mL无水甲苯中,配成20 g/L的苦味酸甲苯溶液。
(2)应用液:将贮备液稀释成0.2 g/L苦味酸甲苯溶液,即可应用。
4. 500 g/L 碳酸钾溶液。
5. 100 mL/L 甲醛溶液:先将甲醛(含量36%~38%)用碳酸镁振摇处理,并过滤,吸取过滤液10 mL用水稀释至100 mL。
6. 无水硫酸钠。
7. TMA—N标准溶液的配制,称取盐酸三甲基胺约0.5 g,用水溶解并稀释

成 100 mL;取 20 mL 上述溶液再稀释成 100 mL,取此液 5 mL 以 K 氏微量定氮法准确测出其 TMA-N 的含量。然后稀释使每毫升含有 100 μg 的 TMA-N,作为储备液,测定时将此液再稀释 10 倍,使每毫升中含有 10 μg TMA-N。

四、仪器

1. 分光光度计。
2. 25mL Maijel Gerson 反应瓶。
3. 微量 K 氏定氮仪。

五、实验步骤

1. 样品处理:取被检肉样(视新鲜程度确定取样量)剪细研匀,加水 50 mL,移入 100 mL 三角瓶中,搅拌放置 10 min,再加 10 mL 200 g/L 三氯乙酸,振摇,放置 10 min,沉淀蛋白质,在干燥漏斗中用干燥滤纸过滤于干燥烧杯中,滤液备用。

2. 标准、样品 TMA-N 的萃取:取 25 mL Maijel Gerson 反应瓶,分别按下表加入试剂。

数 量 项目	管号	0	1	2	3	4	5	6
TMA-N (10 $\mu\text{g}/\text{mL}$)		0	1	3	5	7	样品 3 mL	样品 5 mL
水(mL)		10	9	7	5	3	7	5
10%甲醛(mL)		1	1	1	1	1	1	1
甲苯(mL)		10	10	10	10	10	10	10
1 : 1 K_2CO_3 (mL)		3	3	3	3	3	3	3

每管都振摇 60 次,放置 10 min,移去下层水,加无水硫酸钠约 0.5 g 脱水。

3. 测吸光值:取 7 只干燥的试管分别加入 5 mL 0.2 g/L 苦味酸甲苯溶液,加 5 mL 上述相对应甲苯的提取液,轻轻振荡,混合均匀,于 420 nm 波长下,测吸光值,以 TMA-N 浓度为横坐标,以吸光值为纵坐标,绘图,查出样品中所含的浓度。

六、计算

$$X = \frac{C}{m \times \frac{V_1}{V_2}} \times 100$$

式中,

X——样品中 TMA-N 含量(mg/100 g);

C ——相当于 TMA—N 的标准量(mg)；

V_1 ——样品液的测定体积(mL)；

V_2 ——样品稀释的总体积(mL)；

m ——样品的重量(g)。

七、提前准备工作

将 7 支 $\phi 20 \times 200$ 试管, 5 mL 吸量管、小漏斗各 1 个, 2 个 100 mL 烧杯洗净烘干。

八、思考题

干燥的苦味酸怎样制备？

附 1: 标准曲线的绘制方法

1. 直接绘图法: 在光度测定法中, 常需绘制标准曲线, 以被测物质的浓度或质量为横坐标, 吸光度为纵坐标, 在坐标纸上制图。

2. 直接回归方程法: 用最小二乘法计算直线回归方程式:

$$x = by + a$$
$$b = \frac{n \sum xy - \sum x \sum y}{n \sum y^2 - (\sum y)^2}$$
$$a = \frac{\sum y^2 \sum x - \sum y \sum xy}{n \sum y^2 - (\sum y)^2}$$

式中,

b ——直线斜率;

a —— x 轴上的截距, 为一个常数;

n ——不同浓度的个数;

x ——被测物质的浓度($\mu\text{g/mL}$)或含量(μg);

y ——吸光度(多次测定结果的平均值)。

3. 电脑 Excel 作图: 程序 \rightarrow Microsoft Excel \rightarrow 分别输入 x, y 值 \rightarrow 点击图表向导 \rightarrow 选择 x, y 散点图 \rightarrow 子图表类型中选第 2 个图 \rightarrow 下一步 \rightarrow \rightarrow 完成。显示直线。

在直线上右手键打开 \rightarrow 选择添加趋势线 \rightarrow 选择选项 \rightarrow 选择设置截距、显示公式、显示 R 平方值 \rightarrow 确定。得到直线方程。

附 2:721 可见分光光度计的使用与维护

一、721 可见分光光度计的使用

1. 打开比色皿暗箱盖,接通电源,预热 20 min。
2. 使用“ λ ”钮,选择所要求的波长,波长范围 360~800 nm;选择适当灵敏度,“1”为最低(尽可能采用灵敏度较低档,这样仪器有更高的稳定性)。
3. 调节“0”钮,使读数电表“T”指示为零,将参比溶液置于光路,盖上比色皿暗箱盖,调节“100%”钮,使读数电表“T”指示为满刻度 100。
4. 连续几次调整“0”和“100”,仪器即可以进行测定工作。
5. 拉动样品杆,读电表上“A”值,即为样品测定值,测定值处于 0.8 之内为宜。

注意:①测量完毕后,应打开暗箱盖,以防光电管疲劳而减少使用寿命。
②比色皿分毛面与光面,应将光面用擦镜纸擦干净后,放置在光路上。

二、仪器的维护

1. 仪器电压要保证稳定,若波动较大,使用 220V 稳压电源;仪器要良好接地。
2. 仪器工作不正常时,如无输入、光源灯不亮、电表指针不动,应首先检查保险丝有否损坏,然后检查电路。
3. 器底部有两只干燥剂筒,应保持其干燥性,发现变色应立即换新干燥剂或加以烘干再用。另外有两包硅胶放在比色皿暗箱内,当仪器停止使用后,也应该定期烘干。
4. 当仪器停止工作时,必须切断电源,开关放在“关”。为了避免仪器积灰和沾污,在停止工作期间内,用塑料套子罩盖整个仪器,在套子内应放数袋防潮硅胶。
5. 仪器工作几月或搬动后,要检查波长精确性等,以使确保仪器的正常使用和测定准确。