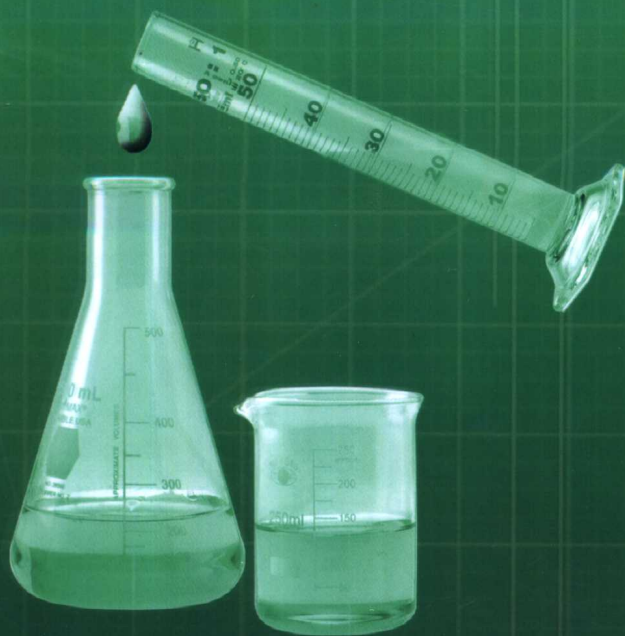


高等职业专科学校适用

食品质量检验实验

SHIPIN ZHILIANG JIANYAN SHIYAN

倪福莲 编 王光明 主审



中国计量出版社

CHINA METROLOGY PUBLISHING HOUSE

高等职业专科院校适用

食品质量检验实验

倪福莲 编
王光明 主审



中国计量出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

食品质量检验实验/倪福莲编. —北京: 中国计量出版社, 2004.1

高等职业专科院校适用

ISBN 7-5026-1914-3

I. 食… II. 倪… III. 食品检验—高等学校: 技术学校—教材 IV. TS207

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2004) 第 000756 号

内 容 提 要

本书为有关院校食品质量检验专业的实验指导, 包括白酒酒精度测定、甲醇测定, 汽水中固形物测定等 16 个食品质量检验实验。该书后附有实验中常用的换算表、校正表及常用标准等, 以帮助学员在完成理论学习的基础上, 进一步掌握实验操作技能。

中国计量出版社出版

北京和平里西街甲 2 号

邮政编码 100013

电话 (010)64275360

E-mail jlfbx@263.net.cn

北京市迪鑫印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行

版权所有 不得翻印

*

787mm × 1092 mm 16 开本 印张 6.5 字数 113 千字

2004 年 1 月第 1 版 2004 年 1 月第 1 次印刷

*

印数 1—4 000 定价: 15.00 元

前 言

根据高职高专主要培养应用型人才的要求,食品质量检验实验与食品质量检验课密切配合,互相衔接。

《食品质量检验实验》是食品质量检验专业实验的指导书。本书的特点是将教学与实验融合,引导学生掌握正确的操作方法,提高学生进行食品质量检验的基本技能、动手能力、观察能力、分析问题和解决问题的能力,同时巩固与加深理解《食品质量检验》中所学习的理论知识;还培养学生理论联系实际和实事求是、严肃认真的科学态度以及严格、细致、整洁的良好实验习惯。

本书共编选了 16 个实验,内容包括常见项目的测定和有限量组分的测定,微生物指标也有涉及;实验手段既有常规仪器的使用,也有较精密仪器的使用。为培养学生的思维能力,加强启发式训练,每个实验均附有思考题。本书的编写采用了最新颁布的国家标准。

全书由西华大学质量技术监督学院王光明校长(高级讲师)主审并提出宝贵意见,编者深表感谢。由于编者水平所限,如有错误之处,恳请读者和同行批评指正。

编 者
2003 年 12 月

总 则

一、实验中所用的水,在没有注明其他要求时,系指其纯度能满足分析要求的蒸馏水或去离子水。

二、实验中使用的液体化学试剂,如乙酸、乙醇、硫酸等,在没有注明浓度要求时,均指市售试剂规格的浓度(见附录 11)。

三、配制溶液的要求

(1) 溶液未指出用何种溶剂配制时,均指水溶液。

(2) 配制溶液所用的试剂和溶剂,应该不对被测定项目发生干扰。一般试剂和提取溶剂,可选用化学纯;配制微量物质标准溶液的试剂纯度,应该在分析纯以上;标定溶液所称取的基准物质应为基准级或优级纯。

四、溶液浓度的表示方法

(1) 标准滴定溶液浓度的表示见附录 5。

(2) 几种固体试剂的混合质量份数或液体试剂的混合体积份数可表示为(1+1)、(4+2+1)等。

(3) 如果溶液的浓度是以质量分数或体积分数表示的,则可用%分别表示为质量百分数或体积百分数。

(4) 溶液的质量浓度可表示为克每升或以适当分倍数表示(g/L 或 mg/mL 等)。

五、检验方法的一般要求

1. 称取

系指用天平进行的称量操作,其允许误差要求用数值的有效数位表示。如“称取 20.0 g”系指称量的允许误差小于等于 0.1 g;“称取 20.00 g……”系指称量的允许误差小于等于 $\pm 0.01\text{g}$ 。

2. 准确称取

系指用精密天平进行的称量操作,其允许误差小于等于 0.0001 g。

3. 恒重

系指在规定的条件下,连续两次干燥或灼烧后称定的质量差异不超过规定的范围。

4. 量取

系指用量筒或量杯取液体物质的操作,其允许误差要求用数值的有效数位表示。

5. 吸取

系指用移液管、刻度吸管量取液体物质的操作。其允许误差要求用数值的有效数位表示。

6. 空白试验

系指除不加样品外,采用完全相同的分析步骤、试剂和用量(滴定法中标准滴定液的用量除外)进行平行操作所得的结果。用于扣除样品中试剂本底和计算检验方法的检出限。

六、加热方面

1. 水浴温度

除另外有注明外,均指 98 ℃ 以上的水温。

2. 热水

系指 70 ~ 80 ℃ 的水温。

3. 温热或微热

系指于 40 ~ 50 ℃ 加热。

七、仪器设备

1. 玻璃量器

(1) 检验方法中所使用的滴定管、移液管、容量瓶、刻度吸管、比色管等玻璃量器均须按国家有关规定及规程进行校正。

(2) 玻璃量器和玻璃器皿需经彻底洗净后才能使用。洗涤方法和洗涤液配制见附录 11。

2. 控温设备

检验方法所使用的马弗炉、恒温干燥箱、恒温水浴锅等均需按国家有关规定进行测试和校正。

3. 测量仪器

天平、酸度计、温度计、分光光度计、色谱仪等均需按国家有关规定进行测试和校正。

检验方法中所列仪器为该方法所需要的主要仪器,一般实验室常用仪器不再列入。

八、分析结果

(1) 有效数的位数与实验方法中测量仪器精度最低的有效数的位数相同,并决定报告的测定值的有效数的位数。

(2) 结果表述:

平行样的测定值报告其算术平均值,根据(1)的原则对方法进行核查,一般测定值的有效数的位数应能满足卫生标准的要求,甚至高于卫生标准,报告结果可比卫生标准多一位有效数,如铅卫生标准为 1 mg/kg,报告值可为 1.0 mg/kg。

(3) 样品测定值的单位应与卫生标准一致。

目 录

前言

总则	(i)
----------	-------

实验

实验一 白酒中酒精度的测定	(1)
实验二 用阿贝折射仪测汽水中固形物	(4)
实验三 直接干燥法测水分	(6)
实验四 电位滴定法测酱油中总酸和氨基酸氮	(8)
实验五 索氏提取法测定粗脂肪	(11)
实验六 高锰酸钾滴定法测定还原糖	(13)
实验七 甜奶粉中蔗糖的测定	(17)
实验八 半微量凯氏定氮法测粗蛋白	(20)
实验九 汽水中苯甲酸、山梨酸的测定——气相色谱法	(23)
实验十 格里斯试剂比色法测定亚硝酸盐	(26)
实验十一 比色法测定铅的含量	(29)
实验十二 食品中铜的测定——火焰原子吸收光谱法	(33)
实验十三 银盐法测定总砷含量	(36)
实验十四 白酒中甲醇的测定	(42)
实验十五 牛乳中细菌总数的检验	(45)
实验十六 牛乳中大肠菌群的检验	(49)

附录

附录 1 酒精水溶液相对密度与酒精度(乙醇含量)对照表	(56)
附录 2 酒精计温度、酒精度(乙醇含量)换算表	(66)
附录 3 阿贝折射仪测定固形物含量温度校正表(20 ℃)	(74)
附录 4 相当于氧化亚铜质量的葡萄糖、果糖、乳糖、转化糖质量表	(75)
附录 5 常用标准滴定溶液的配制和标定	(81)
附录 6 样品的消化	(87)
附录 7 常用仪器的使用方法	(90)
附录 8 常用指示剂的配制	(93)
附录 9 常用酸碱指示剂及其变色范围	(94)
附录 10 化学试剂规格表	(94)
附录 11 常用酸碱浓度表	(95)

参考文献	(96)
------------	--------

第一法 密度瓶法

一、实验目的

1. 掌握用密度瓶测液态食品的相对密度的方法
2. 学会用常压蒸馏装置分离提纯组分
3. 巩固分析天平的使用

二、实验原理

酒精相对密度,系指 20 ℃时酒精水溶液质量与同体积纯水质量之比,通常以 d_{20}^{20} 表示,然后,查表将酒精水溶液相对密度换算成体积分数,即酒精度(乙醇含量),以 % 表示,见附录 1。

三、实验设备

- (1)全玻璃蒸馏器(500 mL)。
- (2)超级恒温水浴(最大允许误差为 0.1 ℃)。
- (3)附温度计密度瓶(25 mL)。

四、实验内容与步骤

1. 样品的制备

用容量瓶量取 100 mL 酒样置于 500 mL 蒸馏瓶中,加 100 mL 水和数粒玻璃珠;装上冷凝器,以原 100 mL 容量瓶接收馏出液(外加冰浴),然后开启电炉

缓缓加热蒸馏;收集约 95 mL 馏出液时,取下,加水稀释至 100 mL 混匀,备用。

2. 测定

将密度瓶洗净、烘干、称量,反复操作,直至恒重。将煮沸冷却至约 15 ℃ 的蒸馏水注满恒重的密度瓶,插上带温度计的瓶塞(瓶中应无气泡)立即浸入 (20 ± 0.1) ℃ 的超级恒温水浴中,待内容物温度达到 20 ℃,并保持 20 min 不变后,取出,用滤纸吸去溢出支管的水,立即盖好小帽,擦干后称量。

将密度瓶中的水倒去,先用无水乙醇,再用乙醚冲洗密度瓶,吹干(或于烘箱中烘干),然后装满制备好的样品,按测量水的方法同样操作。

3. 计算

$$d_{20}^{20} = \frac{m_2 - m}{m_1 - m} \quad (1-1)$$

式中: d_{20}^{20} ——20 ℃ 时测得液体的相对密度;

m ——密度瓶的质量, g;

m_1 ——密度瓶和水的质量, g;

m_2 ——密度瓶和酒样的质量, g。

根据酒精水溶液密度 d_{20}^{20} 查附录 1 《酒精水溶液相对密度与酒精度(乙醇含量)对照表》得出酒精度(乙醇含量,%)。

第二法 酒精计法

一、实验目的

掌握用酒精计测白酒酒精度的方法

二、实验原理

同“第一法”,用酒精计直接读取温度和酒精计的示值,然后查附录 2

《酒精计温度、酒精度（乙醇含量）换算表》换算成 20℃时的酒精度。

三、实验设备

酒精计（最大允许误差为 0.1 度）。

四、实验内容和步骤

将“第一法”中制得的酒样倒入洁净、干燥的量筒中，静置数分钟，待酒中气泡消失后，放入洗净、擦干的酒精计，再轻轻按一下，静止后，水平观测与弯月面相切处的刻度示值，同时插入温度计记录温度，根据测得温度和酒精示值查附录 2，换算成 20℃时的酒精度，%。

思考题

1. 用密度瓶法，酒精计法测白酒中的酒精度时，为何要对样品进行制备？
2. 密度瓶法定容的要点是什么？
3. 酒精计法测定时为何需要同时测酒样的温度查表校正？

实验二

用阿贝折射仪测汽水中固形物

一、实验目的

1. 了解阿贝折射仪工作原理及维护
2. 加深、巩固对阿贝折射仪基本结构的认识
3. 学会使用阿贝折射仪

二、实验原理

根据临界角与折射率成正比的关系：

$$n_1 = n_2 \sin \alpha \quad (2-1)$$

式中： n_1 ——被测物质的折射率；

n_2 ——折射仪棱镜的折射率；

α ——临界角，随样品溶液浓度大小而改变，在刻度尺上直接刻成折射率的数值以及对应固形物含量。

三、实验设备

阿贝折射仪。

四、实验内容与步骤

1. 校准

阿贝折射仪在使用前应进行校准。通常用测定蒸馏水折射率的方法来进行校正，即在标准温度（20℃）下折射仪应表现出折射率为 1.332 99 或 0% 可溶性固形物。若温度不在 20℃ 时，折射率亦有所不同。根据实验所得，温度在 10~30℃ 时，蒸馏水的折射率如表 2—1 所示。

对折射率读数较高的折射仪，通常是用特制的具有一定折射率的标准玻

璃块来校正。校正时，可揭开下面棱镜，把上方棱镜表面调整到水平位置，然后在标准玻璃块的抛光面上加一滴折射率很高的液体（ α -溴萘）使之湿润，贴在上方棱镜的抛光面上，然后进行校正。无论用蒸馏水或标准玻璃块来进行校正折射仪，如遇读数不准确时，可借助仪器上特有的校正螺旋，将其调整到正确读数。

2. 测定

(1) 分开两面棱镜，将棱镜表面擦干，用滴管滴 1~2 滴样液于下面棱镜的磨沙面上，迅速将两面棱镜闭合，调节反射镜，使两镜筒内视野最亮。

(2) 由目镜观察，转动棱镜调节旋钮，使视野出现明暗两部分。

表 2—1 蒸馏水在 10~30℃ 时的折射率

温度 $t/^\circ\text{C}$	蒸馏水折射率	温度 $t/^\circ\text{C}$	蒸馏水折射率	温度 $t/^\circ\text{C}$	蒸馏水折射率
10	1.333 71	17	1.332 34	24	1.332 63
11	1.333 63	18	1.333 16	25	1.332 53
12	1.333 59	19	1.333 07	26	1.332 42
13	1.333 53	20	1.332 99	27	1.332 31
14	1.333 46	21	1.332 90	28	1.332 20
15	1.333 39	22	1.332 81	29	1.332 08
16	1.333 32	23	1.332 72	30	1.331 96

(3) 旋转色散补偿器旋钮，使视野中只有黑白两色。

(4) 旋转棱镜调节旋钮，使明暗分界线在十字线交叉点。

(5) 从读镜筒中读取折射率读数。

折射率随温度不同而变化，通常在 20℃ 下测定。如测定时温度不是 20℃，而是在室温下进行，则需记录实验时的温度并按实际测定温度进行校正（校正表见附录 3）。

思考题

1. 阿贝折射仪测定时，为何需同时测温度并查表校正？
2. 旋转色散补偿器有何作用？

一、实验目的

1. 掌握直接干燥法测水分的方法
2. 学会烘箱的正确使用, 恒重要求的基本操作
3. 巩固、熟练天平称量

二、实验原理

食品中的水分一般是指在 100 °C 左右直接干燥的情况下, 所失去物质的总量。直接干燥法适用于在 95 ~ 105 °C 下, 不含或含其他挥发性物质甚微的食品。

三、实验设备

- (1) 干燥箱 (电烘箱)。
- (2) 分析天平。

四、实验试剂

- (1) 盐酸 [$c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/L}$]:

量取 100 mL 盐酸, 加水稀释至 200 mL。

- (2) 氢氧化钠溶液 [$c(\text{NaOH}) = 6 \text{ mol/L}$]:

称取 24 g 氢氧化钠, 加水稀释至 100 mL。

- (3) 海沙:

取用水洗去泥土的海沙或河沙, 先用 6 mol/L 盐酸煮沸 0.5 h, 用水洗至中性, 再用 6 mol/L 氢氧化钠溶液煮沸 0.5 h, 用水洗至中性, 经 105 °C 干燥备用。

五、实验内容与步骤

1. 固体样品

取洁净铝制或玻璃制的扁形称量瓶置于 95 ~ 105 °C 干燥箱中, 瓶盖斜支于瓶边, 加热 0.5 h, 取出盖好瓶盖, 置干燥器内冷却 0.5 h, 称量, 并重复干燥至恒重。称取 2.00 ~ 10.0 g 样品放入此称量瓶中, 样品厚度约为 5 mm, 加盖, 准确称量后, 置 95 ~ 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 95 ~ 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。至前后两次质量差不超过 2 mg 即为恒重。

2. 半固体或液体样品

取洁净的蒸发皿, 内加 10 g 海沙及一根小玻棒, 置于 95 ~ 105 °C 干燥箱中, 干燥 0.5 ~ 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。然后精密称取 5 ~ 10 g 样品, 置于蒸发皿中, 用小玻璃棒搅匀放在沸水浴上蒸干并随时搅拌, 擦去皿底的水滴, 置 95 ~ 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。之后, 再放入 95 ~ 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。至前后两次质量差不超过 2 mg 即为恒重。

3. 计算

$$w(\text{H}_2\text{O}) = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_3} \times 100 \quad (3-1)$$

式中: $w(\text{H}_2\text{O})$ ——样品中水分的质量分数, %;

m_1 ——称量瓶(或蒸发皿加海沙、玻棒)和样品的质量, g;

m_2 ——称量瓶(或蒸发皿加海沙、玻棒)和样品干燥后的质量, g;

m_3 ——称量瓶(或蒸发皿加海沙、玻棒)质量, g。

思考题

1. 干燥箱内温度是否均匀? 将样品放入干燥箱内应注意什么问题?
2. 含糖、味精等易分解的食品可否用直接干燥法测水分? 为什么?

实验四

电位滴定法测酱油中总酸和氨基酸氮

一、实验目的

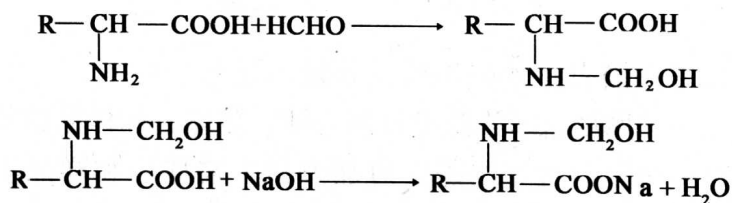
1. 了解酸度计的工作原理
2. 学会使用酸度计
3. 巩固氢氧化钠标准滴定溶液的配制与标定

二、实验原理

酱油的总酸以氢氧化钠标准滴定溶液滴定，以酸度计测定终点，结果以乳酸（ $\text{CH}_3\text{—CHCOOH}$ ）含量表示。

OH

样品中的酸性物质用氢氧化钠溶液中和后，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，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定，以酸度计确定滴定终点。有关化学反应式为：



三、实验设备

- (1) 酸度计。
- (2) 磁力搅拌器。
- (3) 微量滴定管（10 mL）。

四、实验试剂

(1) 氢氧化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaOH}) = 0.050 \text{ mol/L}$]:

配制及标定见附录 5。

(2) 甲醛 ($\varphi = 36\%$)。

五、实验内容与步骤

1. 总酸的测定

准确吸取酱油 5 mL 置于 100 mL 容量瓶中, 加水至刻度, 混匀。准确吸取此稀释液 20 mL 置于 200 mL 烧杯中, 加水 60 mL, 插入酸度计的指示电极和参比电极, 开动磁力搅拌器, 用 $c(\text{NaOH}) = 0.050 \text{ mol/L}$ 的氢氧化钠标准滴定溶液滴定至 $\text{pH} = 8.2$, 记录用去氢氧化钠标准滴定溶液的体积, 计算总酸含量。

2. 氨基酸氮的测定

向上述测定总酸后的溶液中准确加入甲醛溶液 10 mL, 再继续用 $c(\text{NaOH}) = 0.050 \text{ mol/L}$ 的氢氧化钠标准滴定溶液滴定至 $\text{pH} = 9.2$ 。记录用去氢氧化钠标准滴定溶液体积, 供计算氨基酸氮含量用。

3. 空白实验

取水 80 mL, 先用 $c(\text{NaOH}) = 0.050 \text{ mol/L}$ 的氢氧化钠标准滴定溶液滴定至 $\text{pH} = 8.2$, 记录用去的氢氧化钠标准滴定溶液的体积, 此为测总酸的空白实验。再准确加入甲醛溶液 10 mL, 继续用 $c(\text{NaOH}) = 0.05 \text{ mol/L}$ 氢氧化钠标准滴定溶液滴定至 $\text{pH} = 9.2$, 第二次所用氢氧化钠标准滴定溶液的体积即为测定氨基酸氮的试剂空白实验。

4. 计算

$$\rho_{\text{乳酸}} = \frac{(V_1 - V_2) \times c(\text{NaOH}) \times M(\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3)}{5 \times \frac{V_3}{100} \times 1000} \times 100 \quad (4-1)$$

$$\rho_{\text{氮}} = \frac{(V_5 - V_4) \times c(\text{NaOH}) \times M(\text{N})}{5 \times \frac{V_3}{100} \times 1000} \times 100 \quad (4-2)$$

- 式中：
- $\rho_{\text{乳酸}}$ ——总酸含量（以乳酸计），g/100 mL；
 - $\rho_{\text{氮}}$ ——氨基酸氮含量，g/100 mL；
 - V_1 ——测定总酸时，滴定样品稀释液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积（mL）；
 - V_2 ——总酸空白实验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积（mL）；
 - V_3 ——样品稀释液的取用量（mL）；
 - $c(\text{NaOH})$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度（mol/L）；
 - V_4 ——为氨基酸氮空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积（mL）；
 - V_5 ——测氨基酸氮时，滴定样品稀释液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积（mL）；
 - $M(\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3)$ ——乳酸的摩尔质量， $M(\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3) = 90.08 \text{ g/mol}$ ；
 - $M(\text{N})$ ——氮的摩尔质量， $M(\text{N}) = 14.01 \text{ g/mol}$ 。

思考题

1. 试述电位滴定法的原理？
2. 使用酸度计时应注意什么问题？
3. 哪些因素会对测定造成误差？