



普通高等教育“十三五”规划教材

# 食品分析 实验指导

EXPERIMENTAL INSTRUCTION  
OF FOOD ANALYSIS



李 敏 郑俏然 主编

非  
外  
借



中国轻工业出版社 | 全国百佳图书出版单位

普通高等教育“十三五”规划教材

# 食品分析实验指导

李 敏 郑俏然 主编

 中国轻工业出版社

## 图书在版编目 (CIP) 数据

食品分析实验指导/李敏, 郑悄然主编. —北京: 中国轻工业出版社, 2019. 1

普通高等教育“十三五”规划教材

ISBN 978 - 7 - 5184 - 2146 - 6

I. ①食… II. ①李… ②郑… III. ①食品分析—实验—高等学校—教材 IV. ①TS207.3 - 33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2018) 第 238520 号

责任编辑: 马妍 王艳丽      责任终审: 张乃东      整体设计: 锋尚设计  
策划编辑: 马妍              责任校对: 吴大鹏      责任监印: 张可

出版发行: 中国轻工业出版社 (北京东长安街6号, 邮编: 100740)

印刷: 三河市国英印务有限公司

经销: 各地新华书店

版次: 2019年1月第1版第1次印刷

开本: 787×1092 1/16 印张: 10.5

字数: 230千字

书号: ISBN 978 - 7 - 5184 - 2146 - 6 定价: 32.00元

邮购电话: 010 - 65241695

发行电话: 010 - 85119835 传真: 85113293

网 址: <http://www.chlip.com.cn>

Email: [club@chlip.com.cn](mailto:club@chlip.com.cn)

如发现图书残缺请与我社邮购联系调换

180475J1X101ZBW

## 本书编写人员

主 编 李 敏（长江师范学院）  
郑俏然（长江师范学院）

### 参编人员（按姓氏笔画排名）

王双慧（长江师范学院）  
乐 涛（重庆师范大学）  
冯晓汀（长江师范学院）  
刘 磊（重庆海关技术中心）  
许青莲（西华大学）  
李吉达（遵义医科大学）  
何秀丽（长江师范学院）  
谭 颀（长江师范学院）  
熊建文（广西科技大学鹿山学院）

本世纪初，我国食品安全事件频繁发生，食品质量堪忧。为了保障食品安全，保证食品质量，提高国民健康水平，我国于2015年颁布实施《中华人民共和国食品安全法》。新版《食品安全法》的实施，加强了对食品质量的监管，使我国食品质量状况持续好转。

食品分析为食品质量管理提供了技术支持，是食品质量管理的重要组成部分。为了保障食品质量，习近平总书记提出了“四个最严”，即最严格的监管，最严厉的处罚，最严肃的问责，最严谨的标准，以加强食品质量监管。世界食品分析技术突飞猛进，我国的现有食品分析方法标准远远落后于时代的要求，为此，我国近年来大幅修订标准，特别是对食品分析方法标准进行了大量的修订。在这样的背景下，原有的食品分析实验指导书已经无法满足教学和社会的需求。我们编写了这本教材，以满足教学和社会的需求。

本书分为4章，第1章食品分析实验室基本知识主要包括实验室安全与防护知识、常用试剂的配制与标定、分析检测结果与数据处理等内容；第2章基础实验主要包括营养成分、食品污染物、农药残留、兽药残留等的检测及食品质量相关检测；第3章综合实验主要包括食品的品质分析和评价；第4章设计性实验主要包括设计性实验的开设指导。

本书突出了权威性和标准性，以国家标准为准绳。近年来，大量食品分析国家标准重新修订，以往出版的类似教材中的检测方法没有与最新发布的国家标准同步更新，无法满足当前食品分析的技术需求。其次，本书突出对学生基本技能、应用性和创新性的培养。基础实验部分涵盖了食品常规质量分析、食品营养品质、食品安全品质分析的几乎所有实验项目，突出对学生基本技能的训练。综合实验主要针对食品品质进行分析和评价，培养学生的食品质量意识和综合应用能力。设计性实验培养学生的创新能力，建立科学研究的基本方法。再次，我们充分考虑了教材的通用性。

本书编写分工如下：第一章由许青莲编写；第二章由李敏、郑俏然、王双慧、乐涛、冯晓汀、李吉达、刘磊、何秀利、熊建文和谭颍编写；第三章由郑俏然、李吉达和熊建文编写；第四章由李敏、冯晓汀和许青莲编写。全书由李敏和郑俏然统稿。在编写的过程中，各位编写人员密切配合，积极支持编写工作，在此表示感谢。

本书由长江师范学院的高晓旭教授和卢春霞副研究员审稿，谨此致谢。

本书可作为高等院校食品科学与工程相关专业的本科教材，也可供食品分析工作者参考。由于编者水平和时间有限，缺点和错误在所难免，恳请广大读者和专家提出宝贵意见。

编者  
2018年10月

<b>第一章</b>	<b>食品分析实验室基本知识</b> .....	1
第一节	实验室安全及防护知识 .....	1
第二节	常用试剂的配制与标定 .....	3
第三节	食品分析结果与数据处理 .....	11
<b>第二章</b>	<b>基础实验</b> .....	16
第一节	样品采集及物理性检验 .....	16
实验一	食品样品采集、制备、前处理 .....	16
实验二	食品折射率、旋光度的测定 .....	19
实验三	食品黏度的测定 .....	21
实验四	食品硬度的测定 .....	23
实验五	食品质构的测定 .....	24
实验六	液态食品相对密度的测定 .....	26
实验七	采用色差计测定食品颜色 .....	28
第二节	食品中一般营养物质的分析检测 .....	29
实验一	食品中水分含量的测定 .....	29
实验二	食品中水分活度的测定 .....	31
实验三	食品中粗灰分的测定 .....	34
实验四	食品中还原糖的测定 .....	36
实验五	食品中总糖的测定 .....	38
实验六	食品中蛋白质含量的测定 .....	40
实验七	食品中粗脂肪含量的测定 .....	43
实验八	食品中维生素 C 含量的测定 .....	46
实验九	食品中胡萝卜素含量的测定 .....	47
实验十	电位滴定法测定食品中氨基酸总量 .....	50
实验十一	纤维素测定仪测定粗纤维的含量 .....	52
第三节	食品中矿物元素的分析检测 .....	54
实验一	食品中铁的测定 .....	54

实验二	食品中锌的测定	57
实验三	食品中钙的测定	60
实验四	食品中磷的测定	63
实验五	食品中铜的测定	66
实验六	食品中硒的测定	68
实验七	食品中钾的测定	71
实验八	食品中镁的测定	74
实验九	食品中钠的测定	77
第四节	食品添加剂的分析检测	80
实验一	食品中苯甲酸、山梨酸及糖精钠的测定	80
实验二	高效液相色谱法测定食品中合成着色剂	83
实验三	食品中亚硝酸盐和硝酸盐的测定	85
实验四	食品中二氧化硫的测定	89
第五节	食品中有害物质的分析检测	91
实验一	水产品中甲醛的测定	91
实验二	食品中龙葵碱的测定	93
实验三	黄曲霉毒素的测定	95
实验四	蔬菜中有机磷农药残留的测定	100
实验五	乳制品中三聚氰胺的检测	102
实验六	食品中铅的测定	105
实验七	油脂中丙二醛的测定	108
实验八	食品中生物胺的测定	109
实验九	食品中总汞的测定	114
实验十	食品中镉的测定	117
实验十一	食品中总砷的测定	120
实验十二	水产品及肉类中组胺的测定	122
实验十三	肉制品挥发性盐基氮含量测定	125
第六节	其他食品品质检测指标	127
实验一	食品中过氧化值的测定	127
实验二	油脂酸价的测定	130
实验三	食品中总酸的测定	135
实验四	食品中氯化物的测定	137
<b>第三章</b>	<b>综合实验</b>	<b>142</b>
实验一	腐乳一般品质的评价	142
实验二	食用猪油安全品质分析及评价	143

实验三 果蔬饮料的品质评价 ..... 145

实验四 盐渍海蜇的品质分析 ..... 147

实验五 转基因食品的检测 ..... 148

**第四章 设计性实验** ..... 152

实验一 不同贮藏加工方式对食品中维生素 C 含量的影响 ..... 153

实验二 泡菜中亚硝酸盐含量的影响因素及控制 ..... 154

实验三 腐乳发酵过程中风味物质变化 ..... 154

**参考文献** ..... 155



# 食品分析实验室基本知识

## 第一节 实验室安全及防护知识

安全问题是实验室的头等大事，凡是进入实验室工作的人员都必须具有高度的安全意识，严格遵守各仪器设备的操作规程和实验室管理制度，时刻保持警惕，避免发生安全事故。

### 一、实验室通用安全守则

1. 实验室应有专人管理，并张贴相关实验室规章制度、安全守则、安全应急预案等。文本材料包括实验室使用记录本、仪器设备使用记录本、废液回收记录卡等。
2. 实验室应做好防盗、防火措施。配备消防器材，如常用的灭火器，并根据需要安装灭火用的喷洒装置。
3. 实验室应配备医药急救箱，并备有常规的药品。
4. 实验室内禁止存放食物、食具（食品感官鉴评实验室除外），严禁吸烟及饮食。
5. 实验人员必须熟悉所用仪器、设备的性能和使用方法，尤其是使用高温、高压、真空设备时，须严格按照设备操作规程进行操作。
6. 进行危险性的实验时，实验人员应先检查防护措施是否妥当后，才可进行操作。实验中操作人员需做好监护，不得擅自离开，实验完成后立即做好清理工作并记录。
7. 涉及有毒或有刺激性气体产生的实验，应在通风柜内进行。
8. 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、无水乙酸等），取用时尽可能佩戴防护眼镜和橡皮手套，瓶口不要直接对着人。
9. 实验中产生的有毒有害废物或废液应按照规定回收处理，不得任意排入下水道。
10. 实验完毕，实验人员应认真洗手，并做好实验室的清洁。离开实验室前，要检查水、电、门窗是否关好，确保安全，并做好登记。

### 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. 实验开始时,实验人员应严格遵守《实验室安全规则》。
2. 进行实验前,先由教师讲解实验流程及注意事项,并解答学生的疑问。
3. 实验过程中应保持实验室的整洁有序,天平、烘箱、水浴锅等公用仪器设备用后及时清理,公用试剂、药品务必用干净的刻度吸管或药匙取用,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. 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。
6. 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。
7. 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。待指导老师检查完实验原始记录后,签退离开实验室。
8. 值日同学打扫完公共卫生,协助老师再次检查所有设备电源是否断电,水阀是否关紧,关闭门窗,签退离开实验室。

## (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,顶部写上实验项目名称、实验日期、实验室名称、姓名、班级、学号等,正文部分包括实验原理、试剂与仪器、操作步骤、实验原始记录、数据处理、结果与讨论等几个部分。
2. 实验报告应独立完成,严禁抄袭,数据处理须科学,分析与讨论须科学合理。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,可以列出流程图;原始记录包括现象和数据的记录;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,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。

## 三、常见的实验室事故和应急处理

### 1. 实验室灭火

实验室灭火的原则: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,应采取不同的补救方法。

(1) 关闭所有加热设备的电源,快速移去附近的可燃物质,关闭通风装置,减少空气流通。

(2) 水是最常用的灭火物质,火势较小时,快速用喷洒装置进行灭火。但在下列情况下禁用:能与水发生猛烈作用的物质失火时,比水轻、不溶于水的易燃或可燃液体着火时,不能用水或二氧化碳灭火器,可以用干粉灭火器或干燥的黄沙灭火。

(3) 火势较大时,可用灭火器扑救。根据燃烧物质的性质选用合适的灭火器:灭A类火(固体有机物燃烧的火),可选用干粉灭火器、水基型灭火器、洁净气体灭火器;灭B类火(液体或可融化固体燃烧的火),可选用干粉、洁净气体、二氧化碳或水基型灭火器;灭C类

火（气体燃烧的火）和灭E类火（燃烧时物质带电的火），可选用干粉、洁净气体和二氧化碳灭火器。电气设备及电线着火时，先切断电源，再用相应的灭火器进行灭火。

(4) 如果在采取措施后火势仍无法控制，快速拨打119。

## 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，立即离开现场，将中毒者抬到空气流通处，并立即拨打120。

(2) 受到硫酸、盐酸等强酸灼伤时，立即用大量清水冲洗，然后用质量浓度为20g/L的碳酸氢钠溶液冲洗患处，反复多次；受到氢氧化钠、氢氧化钾等强碱溶液灼伤时，先用大量水冲洗，再用质量分数为2%的醋酸溶液或硼酸溶液充分洗涤患处。遇有衣服粘连在皮肤上，切忌擅自处理，大量冲水后再去医院由专业医务人员处理。

## 3. 触电的急救

遇到人身触电事故时，应立即拉下电闸断电，或用木棍使电源远离触电者。千万不要徒手或在脚底无绝缘体的情况下去拉触电者。

## 第二节 常用试剂的配制与标定

### 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。水除特别注明外均为蒸馏水或去离子水。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 $\rho$ / (g/mL)	质量分数 $\omega$ /%	物质的量浓度 $c_n$ / (mol/L)
硫酸	$H_2SO_4$	98.1	1.84 (约)	96~98	18
盐酸	HCl	36.5	1.18 (约)	36~38	12
硝酸	$HNO_3$	63.02	1.4 (约)	65~68	16
磷酸	$H_3PO_4$	98	1.7	85	15
无水乙酸	$CH_3COOH$	60.05	1.05 (约)	99	17
乙酸	$CH_3COOH$	60.05	1.04	36	6.3
甲酸	HCOOH	46.02	1.2	90	23
高氯酸	$HClO_4$	100.5	1.67	70	12
氨水	$NH_3 \cdot H_2O$	17	0.9 (约)	25~28	15

## 二、物质浓度的表示方法

混合物（或溶液）中某物质的含量通常有以下几种表示方法。

### 1. 溶质质量分数

溶质质量分数指溶质的质量与溶液的质量之比，可用符号  $\omega_B$  表示，B 代表溶质。如  $\omega_{\text{KCl}} = 15\%$ ，表示 100g 氯化钾溶液中含有 15g 氯化钾。如果溶质和溶液的质量单位不同，则质量分数应加上单位，如 mg/g,  $\mu\text{g/g}$  等。

### 2. 溶质体积分数

溶质体积分数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  $\varphi_B$  表示，B 代表溶质。如  $\varphi(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}) = 80\%$ ，表示 100mL 乙醇溶液中含有 80mL 无水乙醇。

### 3. 质量浓度

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

### 4. 物质的量浓度

物质的量浓度是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。如  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1\text{mol/L}$ ，表示 1L 硫酸溶液中含有 1mol 的  $\text{H}_2\text{SO}_4$ 。

### 5. 比例

比例是指溶液中各组分的体积比。如：正丁醇：氨水：无水乙醇 = 7:1:2，是指由 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

滴定度是指 1mL 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）的分子式，X 代表被测物质的分子式。如  $T(\text{HCl}/\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0.005316\text{g/mL}$ ，表示 1mL 盐酸标准溶液相当于 0.005316g 碳酸钠。

《中华人民共和国计量法》规定，量和单位采用国际单位制。原国家计量局于 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、法定的量和单位名称及其符号 [GB 3100 ~ 3102—1993 《量和单位》]。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]	mol	mmol 等
质量	$m$	千克	kg	g, mg, $\mu\text{g}$ 等
体积	$V$	立方米	$\text{m}^3$	L ( $\text{dm}^3$ ), mL ( $\text{cm}^3$ ) 等
摩尔质量	$M_B$	千克每摩 [尔]	kg/mol	g/mol 等
摩尔体积	$V_B$	立方米每摩 [尔]	$\text{m}^3/\text{mol}$	L/mol 等
物质的量浓度	$c_B$	摩 [尔] 每立方米	$\text{mol}/\text{m}^3$	mol/L 等
质量分数	$\omega_B$	—	1	—

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
质量浓度	$\rho_B$	千克每立方米	$\text{kg/m}^3$	g/L, g/mL 等
体积分数	$\varphi_B$	—	1	—
滴定度	$T_{S/X}, T_S$	克每毫升	g/mL	—
密度	$\rho$	千克每立方米	$\text{kg/m}^3$	g/mL, $\text{g/m}^3$ 等
相对原子质量	$A_r$	—	1	—
相对分子质量	$M_r$	—	1	—

### 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. 盐酸标准溶液的配制

- (1) 盐酸溶液 (1mol/L) 量取 90mL 盐酸, 加水稀释至 1000mL。
- (2) 盐酸溶液 (0.5mol/L) 量取 45mL 盐酸, 加水稀释至 1000mL。
- (3) 盐酸溶液 (0.1mol/L) 量取 9mL 盐酸, 加水稀释至 1000mL。
- (4) 溴甲酚绿 - 甲基红混合指示液 量取 30mL 溴甲酚绿的乙醇溶液 (2g/L), 加入 20mL 甲基红的乙醇溶液 (1g/L), 混匀。

##### 2. 盐酸标准溶液的标定

(1) 标定步骤 采用减重法准确称取 1.5g 于 270 ~ 300℃ 干燥至恒重的基准无水碳酸钠, 加入 50mL 水使之溶解, 再加 10 滴溴甲酚绿 - 甲基红混合指示液, 用盐酸溶液 (1mol/L) 滴定至溶液由绿色转变为暗红色, 煮沸 2min, 冷却至室温, 继续滴定至溶液再呈暗红色, 做 3 次以上平行试验, 同时做试剂空白试验。

- (2) 标定盐酸溶液 0.5mol/L 步骤同 (1), 但基准物无水碳酸钠的量改为 0.75g。
- (3) 标定盐酸溶液 0.1mol/L 步骤同 (1), 但基准物无水碳酸钠的量改为 0.15g。

##### 3. 结果计算

盐酸标准溶液浓度按式 (1-1) 计算。

$$c = \frac{m}{(V_1 - V_2)(M/2)} \quad (1-1)$$

式中  $c$ ——盐酸标准溶液的物质的量浓度, mol/L;

$m$ ——基准无水碳酸钠的质量, g;

$V_1$ ——样品消耗盐酸标准溶液的体积, mL;

$V_2$ ——空白试验消耗盐酸标准溶液的体积, mL;

$M$ ——基准无水碳酸钠的摩尔质量, 105.98g/mol。

至少取 3 次平行实验结果的平均值, 结果保留小数点后 4 位, 每次实验结果的相对平均偏差不得超过 0.2%。

#### (二) 硫酸标准溶液的配制与标定

##### 1. 硫酸标准溶液的配制

- (1) 硫酸溶液 [ $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 1\text{mol/L}$ ] 量取 30mL 硫酸, 缓缓注入适量水中, 冷却

至室温后用水稀释至 1000mL, 混匀。

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

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

## 2. 硫酸溶液的标定

(1) 标定步骤 采用减重法准确称取 1.9g 于 270 ~ 300°C 干燥至恒重的基准无水碳酸钠, 加入 50mL 水使之溶解, 再加入 10 滴溴甲酚绿 - 甲基红混合指示液, 用硫酸溶液 [ $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 1\text{mol/L}$ ] 滴定至溶液由绿色转变为暗红色, 煮沸 2min, 冷却至室温, 继续滴定至溶液再呈暗红色, 做 3 次以上平行试验, 同时做试剂空白试验。

(2) 标定硫酸溶液 [ $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.5\text{mol/L}$ ] 步骤同 (1), 但基准物无水碳酸钠的量改为 0.95g。

(3) 标定硫酸溶液 [ $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.1\text{mol/L}$ ] 步骤同 (1), 但基准物无水碳酸钠的量改为 0.2g。

## 3. 结果计算

硫酸标准溶液浓度 [ $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)$ ] 按式 (1-2) 计算。

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

式中  $m$ ——基准无水碳酸钠的质量, g;

$V_1$ ——硫酸标准溶液的体积, mL;

$V_2$ ——空白试验消耗硫酸标准溶液的体积, mL;

$M$ ——无水碳酸钠的摩尔质量, 105.98g/mol。

至少取 3 次平行实验结果的平均值, 结果保留小数点后 4 位, 每次实验结果的相对平均偏差不超过 0.2%。

## (三) 氢氧化钠标准溶液的配制与标定

### 1. 氢氧化钠标准溶液的配制

(1) 氢氧化钠饱和溶液的配制 称取 120g 氢氧化钠, 加无二氧化碳的蒸馏水 100mL, 搅拌使之溶解成饱和溶液, 冷却后置于聚乙烯塑料瓶中, 密闭, 放置数日, 澄清后备用。

(2) 氢氧化钠溶液 (1mol/L) 吸取 56.0mL 澄清的氢氧化钠饱和溶液, 加适量新煮沸过的冷却的蒸馏水至 1000mL, 摇匀。

(3) 氢氧化钠溶液 (0.5mol/L) 吸取 28.0mL 澄清的氢氧化钠饱和溶液, 加无二氧化碳的蒸馏水至 1000mL, 摇匀。

(4) 氢氧化钠溶液 (0.1mol/L) 吸取 5.6mL 澄清的氢氧化钠饱和溶液, 加无二氧化碳的蒸馏水至 1000mL, 摇匀。

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

### 2. 氢氧化钠标准溶液的标定

(1) 标定步骤 采用减重法准确称取 6g 于 105 ~ 110°C 干燥至恒重的基准邻苯二甲酸氢钾, 加 80mL 无二氧化碳的蒸馏水溶解, 加 2 滴酚酞指示剂, 用配制的氢氧化钠溶液 (1mol/L) 滴定至溶液呈粉红色, 保持 30s 不褪色。平行实验做 3 次以上, 并以水代替邻苯二甲酸氢钾溶液做空白对照试验。

(2) 标定氢氧化钠溶液 (0.5mol/L) 步骤同 (1), 但基准邻苯二甲酸氢钾的量改为 3g。

(3) 标定氢氧化钠溶液 (0.1 mol/L) 步骤同 (1), 但基准邻苯二甲酸氢钾的量改为 0.6 g, 加入 50 mL 无二氧化碳的蒸馏水溶解。

### 3. 结果计算

氢氧化钠标准溶液浓度按式 (1-3) 计算。

$$c = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times M} \quad (1-3)$$

式中  $c$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的物质的量浓度, mol/L;

$m$ ——邻苯二甲酸氢钾的质量, g;

$V_1$ ——氢氧化钠标准溶液体积, mL;

$V_2$ ——空白试验消耗氢氧化钠标准溶液的体积, mL;

$M$ ——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量, 204.22 g/mol。

至少取 3 次平行实验结果的平均值, 结果保留小数点后 4 位, 每次实验结果的相对平均偏差不超过 0.2%。

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

#### 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 2 周, 用已处理过的 4 号玻璃滤锅 (在同样浓度的高锰酸钾溶液中缓缓煮沸 5 min) 过滤, 并将溶液贮存于棕色瓶中。

#### 2. 标定

采用减重法准确称取 0.2 g 在 110°C 下干燥至恒重的基准物草酸钠于锥形瓶中, 溶于 100 mL 硫酸溶液 (8+92) 中, 用配制的高锰酸钾溶液滴定, 近终点时加热至约 65°C, 继续滴定至溶液呈粉红色, 保持 30 s 不褪色, 在滴定终了时, 溶液温度不低于 55°C。平行实验做 3 次以上, 同时做空白试验。

#### 3. 结果计算

高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度 [ $c(1/5 \text{KMnO}_4)$ ] 按式 (1-4) 计算。

$$c = \frac{m \times 1000}{(V_1 - V_2) \times (M/2)} \quad (1-4)$$

式中  $m$ ——基准物草酸钠的质量, g;

$V_1$ ——实际消耗  $\text{KMnO}_4$  标准滴定溶液的体积, mL;

$V_2$ ——空白消耗标准滴定溶液的体积, mL;

$M$ ——草酸钠的摩尔质量, 134.02 g/mol。

至少取 3 次平行实验结果的平均值, 结果保留小数点后 4 位, 每次实验结果的相对平均偏差不超过 0.2%。

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

#### 1. 配制

直接称样法称取 6.4 g 草酸, 加适量的水使之溶解并稀释至 1000 mL, 混匀。

#### 2. 标定

量取 35.00 ~ 40.00 mL 配制好的草酸溶液, 加 100 mL 硫酸溶液 (8+92), 用高锰酸钾标准滴定溶液 [ $c(1/5 \text{KMnO}_4) = 0.1 \text{mol/L}$ ] 滴定, 近终点时加热至约 65°C, 继续滴定至溶液呈

粉红色，并保持 30s。在滴定终点时，溶液温度应不低于 55℃。平行实验做 3 次以上，同时做空白试验。

### 3. 结果计算

草酸标准滴定溶液的浓度  $[c(1/2 \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)]$  按式 (1-5) 计算。

$$c = \frac{(V_1 - V_2) \times c_1}{V} \quad (1-5)$$

式中  $V_1$ ——高锰酸钾标准溶液体积，mL；

$V_2$ ——试剂空白试验消耗高锰酸钾标准溶液体积，mL；

$c_1$ ——高锰酸钾标准滴定溶液的物质的量浓度，mol/L；

$V$ ——草酸溶液体积，mL。

至少取 3 次平行实验结果的平均值，结果保留小数点后 4 位，每次实验结果的相对平均偏差不得超过 0.2%。

## (六) 硝酸银标准滴定溶液的配制与标定 $[c(\text{AgNO}_3) = 0.1 \text{mol/L}]$

### 1. 配制

#### (1) 硝酸银标准滴定溶液的配制

①称取 17.5g 硝酸银，加入适量水使之溶解，并稀释至 1000mL，混匀，避光保存。

②需用少量硝酸银标准溶液时，可采用减重法准确称取 4.3g（精确到 0.001g）在硫酸干燥器中干燥至恒重的硝酸银（优级纯），加水使之溶解，移至 250mL 容量瓶中，并稀释至刻度，混匀，避光保存。

(2) 淀粉指示液 称取 0.5g 可溶性淀粉，加入 5mL 水，搅匀后缓缓倾入 100mL 沸水中，随加随搅拌，煮沸 2min，放冷，备用。此指示液应临用时配制。

(3) 荧光黄指示液 称取 0.5g 荧光黄，用乙醇溶解并稀释至 100mL。

### 2. 标定

(1) 采用上述 1 (1) ①配制的硝酸银标准溶液进行标定 采用减重法准确称取 0.2g 在 500~600℃ 灼烧至恒重的基准氯化钠，加入 50mL 水使之溶解。加入 5mL 淀粉指示液，边摇动边用硝酸银标准溶液避光滴定，近终点时，加入 3 滴荧光黄指示液，继续滴定混浊液由黄色变为粉红色，平行操作 3 次以上。

(2) 采用上述 1 (1) ②法配制的硝酸银标准溶液不需要标定。

### 3. 结果计算

硝酸银标准滴定溶液的浓度按式 (1-6) 计算。

$$c = \frac{m \times 1000}{V_0 \times M} \quad (1-6)$$

由上述 1 (1) ①配制的硝酸银标准滴定溶液：

式中  $m$ ——基准氯化钠的质量，g；

$V_0$ ——硝酸银标准溶液体积，mL；

$M$ ——氯化钠的摩尔质量， $M(\text{NaCl}) = 58.442 \text{g/mol}$ 。

由上述 1 (1) ②配制的硝酸银标准滴定溶液：

式中  $m$ ——硝酸银的质量，g；

$V_0$ ——硝酸银标准溶液体积，mL；



$M$ ——硝酸银的摩尔质量,  $M(\text{AgNO}_3) = 170\text{g/mol}$ 。

至少取3次平行实验结果的平均值, 结果保留小数点后4位, 每次实验的相对平均偏差不超过0.2%。

硝酸银标准滴定溶液(0.02mol/L、0.01mol/L)是临用前取硝酸银标准滴定溶液(0.1mol/L)稀释制成。

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

#### 1. 配制

(1) 碘标准滴定溶液 采用直接称样法。称取13.5g碘, 加36g碘化钾、50mL水, 溶解后加入3滴盐酸及适量水稀释至1000mL。用垂融漏斗过滤, 置于阴凉处, 密闭, 避光保存。

(2) 淀粉指示液 称取1.0g可溶性淀粉, 加入5mL水, 搅匀后缓缓倾入100mL沸水中, 随加随搅拌, 煮沸2min, 放冷, 备用。此指示液应临用时配制。

#### 2. 标定

准确量取35.00~40.00mL配制的碘溶液, 置于碘量瓶中, 加150mL水(15~20℃), 加5mL盐酸溶液 [ $c(\text{HCl}) = 0.1\text{mol/L}$ ], 用硫代硫酸钠标准滴定溶液 [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1\text{mol/L}$ ] 滴定, 近终点时加2mL淀粉指示液, 继续滴定至溶液蓝色消失。

用水做消耗碘的空白试验, 取250mL水(15~20℃), 加5mL盐酸溶液 [ $c(\text{HCl}) = 0.1\text{mol/L}$ ], 加0.05~0.2mL配制的碘溶液及2mL淀粉指示液, 用硫代硫酸钠标准滴定溶液 [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1\text{mol/L}$ ] 滴定至溶液蓝色消失。

#### 3. 结果计算

碘标准滴定溶液浓度 [ $c(1/2\text{I}_2)$ ] 按式(1-7)计算。

$$c(1/2\text{I}_2) = \frac{(V_1 - V_2) \times c_1}{V_3 - V_4} \quad (1-7)$$

式中  $V_1$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液体积, mL;

$V_2$ ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积, mL;

$c$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液物质的量浓度, mol/mL;

$V_3$ ——碘溶液体积, mL;

$V_4$ ——空白试验加入碘溶液体积, mL。

至少取3次平行实验结果的平均值, 结果保留小数点后4位, 每次实验结果的相对平均偏差不超过0.2%。

碘标准滴定溶液(0.02mol/L)是临用前取碘标准滴定溶液(0.1mol/L)稀释制成。

### (八) 硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定 [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1\text{mol/L}$ ]

#### 1. 配制

称取26g五水合硫代硫酸钠(或16g无水硫代硫酸钠)及0.2g无水碳酸钠, 溶于1000mL水中, 缓缓煮沸10min, 冷却。放置2周后用4号玻璃滤锅过滤, 保存在棕色瓶中。

#### 2. 标定

称取0.18g已于(120±2)℃干燥至恒量的工作基准试剂重铬酸钾, 置于碘量瓶中, 溶于25mL水, 加2g碘化钾及20mL硫酸溶液(20%), 摇匀, 于暗处放置10min。加150mL水(15~20℃), 用配制的硫代硫酸钠溶液滴定, 近终点时加2mL淀粉指示液(10g/L), 继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色。平行试验3次以上, 同时做试剂空白试验。