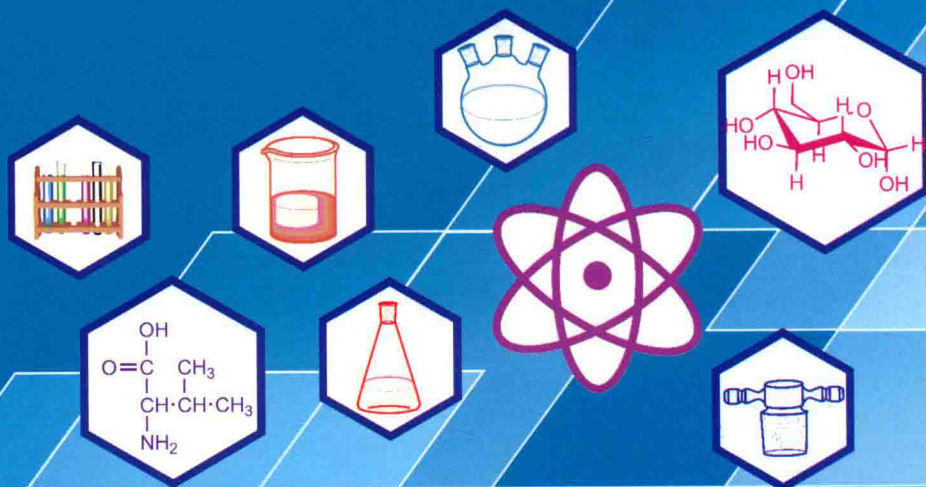


· 四川大学精品立项教材 ·

食品分析实验

SHIPIN FENXI SHIYAN

主 编 曾维才



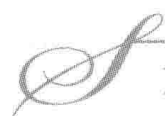
非
外
借



四川大学出版社

· 四川大学精品立项教材 ·

食品分析实验



HIPIN FENXI SHIYAN

主 编 曾维才
副主编 任 尧 何贵萍
主 审 孙 群 何 强



四川大学出版社

责任编辑:蒋 琦
责任校对:胡晓燕
封面设计:墨创文化
责任印制:王 炜

图书在版编目(CIP)数据

食品分析实验 / 曾维才主编. —成都: 四川大学出版社, 2018. 4
ISBN 978-7-5690-1776-2

I. ①食… II. ①曾… 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 (2018) 第 092490 号

书名 食品分析实验

主 编 曾维才
出 版 四川大学出版社
地 址 成都市一环路南一段 24 号 (610065)
发 行 四川大学出版社
书 号 ISBN 978-7-5690-1776-2
印 刷 郫县犀浦印刷厂
成品尺寸 185 mm×260 mm
印 张 15.75
字 数 384 千字
版 次 2018 年 8 月第 1 版
印 次 2018 年 8 月第 1 次印刷
定 价 45.00 元



版权所有◆侵权必究

◆读者邮购本书,请与本社发行科联系。
电话:(028)85408408/(028)85401670/
(028)85408023 邮政编码:610065
◆本社图书如有印装质量问题,请
寄回出版社调换。
◆网址:<http://www.scupress.net>

前 言

食品分析是专门研究各种食品组成成分的检测方法及其有关理论,进而评价食品品质的一门技术型学科。它主要依据物理、化学、生物化学等学科的基本理论,运用物理检测、化学分析及仪器分析等技术手段,参照不同的技术及检验标准,对食品工业中的原料、辅料、半成品、成品等物料进行分析检测,是食品质量管理的重要环节,起到监测食品品质、保障食品安全,为食品新产品、新技术、新工艺的开发提供科学支撑的重要作用。为了使食品类专业的学生能够了解、学习和掌握食品分析的新方法、新技术,更好地服务于食品工业,作者结合现代分析方法与检测技术的动态变化与发展方向,编写了本书。

本书的特点是注重学生实验能力与创新能力的培养,采用经典的实验案例、实验思考等,便于读者在深入理解实验理论的基础上进行实验操作,让读者举一反三,能真正掌握相关实验的重点与操作要点。全书包括食品分析实验的基本知识、感官检验与物理检验、水分和水分活度的测定、灰分及几种重要矿物元素的测定、酸度的测定、脂类的测定、碳水化合物的测定、蛋白质和氨基酸的测定、维生素的测定、常用食品添加剂的测定、食品中限量元素的测定、食品中有毒有害化合物的测定等内容。

全书共分12章,各章节编写人员如下:

曾维才:第1章、第2章、第5章、第7章、附表。

任 尧:第4章、第8章、第10章(第1、2、5节)、第12章。

何贵萍:第3章、第6章、第9章、第10章(第3、4节)、第11章。

全书由曾维才策划和统稿,四川大学孙群教授和何强教授主审。

本书作为四川大学精品立项教材资助项目,得到学校许多同志的支持与帮助,四川大学轻纺与食品学院在读硕士研究生高麦瑞、高浩祥、卢云浩为本书的文字、图表处理做了大量的工作,在此一并表示衷心的感谢!

由于作者的水平和时间有限,书中难免有谬误和疏漏之处,敬请同行和读者指正。

作 者

2017年12月于四川大学

目 录

第 1 章 食品分析实验的基本知识	(1)
1.1 食品分析实验的任务、内容和检测方法	(1)
1.2 食品分析实验室的要求与管理	(3)
1.3 常用溶液的配制、标定与使用	(3)
1.4 常用玻璃仪器的洗涤、干燥与保管	(7)
1.5 食品分析实验常用仪器的使用与维护	(9)
1.6 样品的采集、制备与保存	(16)
1.7 样品的预处理	(18)
1.8 误差与数据处理	(23)
第 2 章 感官检验与物理检验	(26)
2.1 感官检验	(26)
实验 1 基本味觉的测试	(26)
实验 2 基本嗅觉的测试	(29)
实验 3 可乐饮料感官品质的差别检验	(30)
实验 4 巧克力感官品质的排列检验	(32)
实验 5 浓香型白酒感官品质的评分检验	(33)
实验 6 炼乳感官品质的描述性检验	(35)
2.2 物理检验	(37)
实验 7 牛乳相对密度的测定	(37)
实验 8 果汁中可溶性固形物含量的测定	(38)
实验 9 旋光法测定红薯粉中淀粉的含量	(40)
实验 10 不同成熟度香蕉外皮的色度测定	(41)
实验 11 面包质构特性的测定	(43)
第 3 章 水分和水分活度的测定	(45)
3.1 水分的测定	(45)
实验 12 常压干燥法测定曲奇饼干中水分的含量	(45)
实验 13 减压干燥法测定蜂蜜中水分的含量	(46)
实验 14 蒸馏法测定新鲜花椒中水分的含量	(48)
实验 15 卡尔·费休法测定茶叶中水分的含量	(49)

3.2 水分活度的测定	(52)
实验 16 康威氏皿扩散法测定白砂糖的水分活度	(52)
实验 17 水分活度测定仪测定新鲜花椒的水分活度	(55)
第 4 章 灰分及几种重要矿物元素的测定	(57)
4.1 灰分的测定	(57)
实验 18 大豆中总灰分的测定	(57)
实验 19 大豆中水溶性、水不溶性和酸不溶性灰分的测定	(59)
4.2 几种矿物元素的测定	(62)
实验 20 食品中钙含量的测定	(62)
实验 21 食品中铁含量的测定	(65)
实验 22 食品中碘含量的测定	(69)
实验 23 食品中锌含量的测定	(76)
实验 24 食品中硒含量的测定	(80)
第 5 章 酸度的测定	(83)
实验 25 食品中总酸度的测定	(83)
实验 26 食品中挥发酸含量的测定	(85)
实验 27 食品中有效酸度的测定	(88)
实验 28 牛乳外表酸度及发酵乳真实酸度的测定	(91)
实验 29 食品中有机酸含量的测定	(94)
第 6 章 脂类的测定	(99)
实验 30 索式提取法测定曲奇饼干中粗脂肪的含量	(99)
实验 31 酸水解法测定炸鸡块中脂肪的含量	(101)
实验 32 碱水解法测定炼乳中脂肪的含量	(102)
第 7 章 碳水化合物的测定	(105)
实验 33 直接滴定法测定绿豆糕中还原糖的含量	(105)
实验 34 高锰酸钾滴定法测定果汁中还原糖的含量	(108)
实验 35 酸水解法测定蛋糕中蔗糖的含量	(110)
实验 36 蒽酮比色法测定草莓酱中总糖的含量	(113)
实验 37 酸水解法测定火腿肠中淀粉的含量	(115)
实验 38 重量法测定竹笋中粗纤维的含量	(117)
实验 39 吡啶比色法测定果冻中果胶的含量	(119)
实验 40 高效液相色谱法测定食品中糖类的含量	(121)
第 8 章 蛋白质和氨基酸的测定	(124)
8.1 蛋白质的测定	(124)
实验 41 凯式定氮法测定奶粉中蛋白质的含量	(124)
实验 42 双缩脲法测定豆浆中蛋白质的含量	(127)

实验 43 紫外分光光度法测定复原乳饮料中蛋白质的含量	(129)
实验 44 水杨酸比色法测定蚕豆中蛋白质的含量	(132)
8.2 氨基酸的测定	(134)
实验 45 电位滴定法测定酱油中氨基酸态氮的含量	(134)
实验 46 双指示剂甲醛滴定法测定发酵乳饮料中氨基酸态氮的含量	(136)
实验 47 茚三酮比色法测定香菇中游离氨基酸的含量	(137)
实验 48 氨基酸分析仪法测定食品中氨基酸的含量	(139)
第 9 章 维生素的测定	(144)
9.1 水溶性维生素的测定	(144)
实验 49 2,6-二氯酚酚滴定法测定猕猴桃果实中抗坏血酸的含量	(144)
实验 50 荧光分光光度法测定黄豆中维生素 B ₁ 的含量	(146)
实验 51 荧光分光光度法测定胡萝卜中维生素 B ₂ 的含量	(150)
9.2 脂溶性维生素的测定	(153)
实验 52 高效液相色谱法测定食品中维生素 A 和 E 的含量	(153)
第 10 章 常用食品添加剂的测定	(157)
10.1 常用甜味剂的测定	(157)
实验 53 酚磺酞比色法测定零度可乐中糖精钠的含量	(157)
实验 54 高效液相色谱法测定糖果中阿斯巴甜的含量	(159)
实验 55 离子色谱法测定果冻中安赛蜜的含量	(161)
10.2 常用防腐剂的测定	(163)
实验 56 紫外分光光度法测定豆腐干中苯甲酸及其钠盐的含量	(163)
实验 57 硫代巴比妥酸比色法测定果蔬汁中山梨酸及其钾盐的含量	(164)
10.3 常用发色剂的测定	(166)
实验 58 盐酸萘乙二胺法测定火腿肠中亚硝酸盐的含量	(166)
实验 59 钼柱比色法测定泡菜中硝酸盐的含量	(168)
10.4 常用漂白剂的测定	(172)
实验 60 滴定法测定竹笋干中二氧化硫的含量	(172)
10.5 食用合成色素的测定	(174)
实验 61 薄层层析法测定彩虹糖中合成色素的含量	(174)
第 11 章 食品中限量元素的测定	(177)
实验 62 二硫脲比色法测定食品中铅的含量	(177)
实验 63 苯茚酮比色法测定食品中锡的含量	(180)
实验 64 原子荧光光谱法测定食品中总汞的含量	(182)
实验 65 石墨炉原子吸收光谱法测定食品中铬、铜、镉的含量	(186)
实验 66 银盐法测定食品中砷的含量	(191)
实验 67 扩散—氟试剂比色法测定食品中氟的含量	(196)

第 12 章 食品中有毒有害化合物的测定	(199)
实验 68 蔬菜中氨基甲酸酯类农药残留量的测定	(199)
实验 69 猪肉中氯霉素残留量的测定	(203)
实验 70 鱼肉中喹乙醇残留量的测定	(206)
实验 71 啤酒中甲醛含量的测定	(208)
实验 72 发霉玉米中黄曲霉毒素 M_1 和 B_1 含量的测定	(210)
实验 73 反复煎炸的植物油中苯并(a)芘含量的测定	(215)
实验 74 牛奶中三聚氰胺含量的测定	(217)
实验 75 腌鱼中 N-亚硝胺含量的测定	(219)
附表 1 随机数表	(222)
附表 2 常用缓冲溶液的配制方法	(224)
附表 3 相对密度和酒精浓度对照表	(230)
附表 4 可溶性固形物含量温度校正值	(234)
附表 5 相当于氧化亚铜质量的葡萄糖、果糖、乳糖、转化糖质量表	(235)
附表 6 硫代硫酸钠的毫摩尔数同葡萄糖质量 (m_1) 的换算关系	(242)
参考文献	(243)

第 1 章 食品分析实验的基本知识

1.1 食品分析实验的任务、内容和检测方法

1. 食品分析实验的任务

食品分析实验的任务是运用物理、化学、生物化学等学科的基本理论及各种科学技术，对食品工业生产中的物料（原料、辅助材料、半成品、成品、副产品等）的主要成分及其含量和有关工艺参数进行检测。

2. 食品分析实验的内容

食品分析实验就是专门研究各类食品组成成分（图 1-1）的检测方法及有关理论，进而评价食品品质的一项技术性手段。它是食品质量管理过程中的一个重要环节，在确保原材料供应方面起着保障作用，在生产过程中起着“眼睛”的作用，在最终产品检验方面起着监督和标示作用，贯穿于食品开发、研制、生产和销售的全过程。食品分析实验的内容主要涉及食品安全性检测、食品营养组分检测及食品感官检验。



图 1-1 食品的组成成分

(1) 食品安全性检测。

食品安全性检测包括对食品添加剂使用情况，食品中限量或有害元素含量，各种农药、兽药、渔药残留，环境污染物，包装材料有害物质，微生物污染，食品加工中形成

的有害物质，以及食品原材料中固有的某些有毒有害物质的定性定量分析与检测。食品安全性检测是食品分析的一项重要内容。

(2) 食品营养组分检测。

食品中能供给人体用于构成机体和维持正常生命活动所需的有效成分称为营养成分或营养素，它主要包括蛋白质、碳水化合物、脂类、维生素、矿物质和水。食品中营养组分的检测包括对上述六大营养素以及食品营养标签所要求项目的检测。此外，也包括对保健食品中功能性成分及特殊成分的检测。食品营养组分检测是食品分析的经常性项目和主要内容。

(3) 食品感官检验。

食品感官检验是通过人的感觉，即视觉、嗅觉、味觉、触觉，对食品的质量状况做出客观的评价。也就是通过眼观、鼻嗅、口尝以及手触等方式，对食品的色、香、味、形进行综合性鉴别分析，最后以文字、符号或数据的形式做出评判。根据检验时利用的感觉器官，感官检验可分为视觉检验、嗅觉检验、味觉检验和触觉检验。尽管目前已开发出电子鼻、电子舌等先进仪器，但其始终代替不了人的感觉器官。最可靠、直接、快速的食品品质分析仍然是人的感官评价。食品感官检验是食品分析检验的第一项内容，如果感官检验不合格，即可判定该食品不合格，无须再进行其他理化检验。食品感官检验是食品分析的重要组成部分。

3. 食品分析实验常用的检测方法

(1) 物理检测法。

物理检测法是根据食品的物理常数与食品组成成分及含量之间的关系，对食品的相关物理常数或物理量进行检测，从而评价食品品质的方法。该方法可大致分为两类：第一类是根据食品的某些物理常数（如密度、相对密度、折射率、旋光度等）与食品的组成成分及其含量之间存在的数学关系，通过对物理常数的测定，从而间接地检测食品的组成成分及其含量；第二类是基于某些物理量为食品质量指标的重要组成部分，由此对该物理量的测定可直接评价食品的品质，如罐头的真空度，饮料的透明度、色度、黏度，面包的硬度、咀嚼性，冰激凌的膨胀度等。

(2) 化学检测法。

化学检测法又称化学分析法，是利用物质的化学反应及其计量关系测定物质组分含量的方法，可分为容量法、重量法和比色法三类，它是目前食品分析中最基本、最重要的手段，承担着日常分析工作总量中约 60% 的分析任务，在生产实践和科学研究中被广泛使用。目前，食品中六大营养素的常规检测仍然主要依靠化学检测法。

(3) 仪器检测法。

仪器检测法是一种利用分析仪器半自动或全自动地分离、纯化、分析和鉴定物质组分的方法，被广泛应用于食品分析领域，如高效液相色谱法、气相色谱—质谱联用法、氨基酸自动分析仪法、傅立叶红外变换光谱法、紫外—可见分光光度法等。这类技术和方法的灵敏度和精密度高，样品需要量少，分析速度快，测定结果可电子化，具有强大的生命力，是食品分析中发展最快的一种检测方法。

1.2 食品分析实验室的要求与管理

食品分析实验室除从事食品分析实验教学外,还应具备能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、安全进行分析评价的功能,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。

食品分析实验室应采光良好、排风好、上下水畅通,实验教学场地一次性可容纳15~30人,每个学生应独立拥有一套基本的仪器设备,实验台应具有合适的各类电源插口。条件允许的情况下,可设立独立的若干功能室,如气相色谱室、高效液相色谱室、原子吸收室、荧光分析室、电化学分析室等。同时,食品分析实验室还应具有防震、防潮、防腐蚀、防尘,以及防有害、易燃、易爆气体的特点,室内温度保持在15℃~30℃、湿度为65%~75%。

食品分析实验室应配备专职的实验室管理人员,负责实验室的日常管理和具体的实验教学工作。具体管理要求如下:

(1) 实验室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项目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”等管理记录资料,并按照相应的管理规定进行日常的检查和管理。

(3) 实验室应逐级对单位、学校和社会开放,不断提高实验室的综合利用效率,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。

1.3 常用溶液的配制、标定与使用

1. 1 mol/L 盐酸标准滴定溶液

(1) 配制。

量取 90 mL 盐酸,加适量水稀释至 1000 mL。

溴甲酚绿—甲基红指示液:0.2%溴甲酚绿乙醇溶液 30 mL,加入 0.1%甲基红乙醇溶液 20 mL。

(2) 标定。

精密称取约 1.5 g 在 270℃~300℃干燥至恒量的基准无水碳酸钠,加 50 mL 水使之溶解。加 10 滴溴甲酚绿—甲基红指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由绿色转为暗紫色。同时做试剂空白实验。

(3) 计算。

$$c(\text{HCl}) = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.0530}$$

式中, $c(\text{HCl})$ ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度, 单位为摩尔/升 (mol/L);

m ——基准无水碳酸钠的质量, 单位为克 (g);

V_1 ——盐酸标准滴定溶液的用量, 单位为毫升 (mL);

V_2 ——试剂空白实验中盐酸标准滴定溶液的用量, 单位为毫升 (mL);

0.0530 ——与 1 mL 盐酸标准滴定溶液相当的无水碳酸钠的质量, 单位为克 (g)。

2. 1 mol/L 硫酸标准滴定溶液

(1) 配制。

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 1000 mL, 混匀。

(2) 标定。

精密称取约 1.5 g 在 270°C~300°C 干燥至恒量的基准无水碳酸钠, 加 50 mL 水使之溶解。加 10 滴溴甲酚绿—甲基红指示液, 用硫酸标准滴定溶液滴定至溶液由绿色转为暗紫色。同时做试剂空白实验。

(3) 计算。

$$c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.0530}$$

式中, $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)$ ——硫酸标准滴定溶液的实际浓度, 单位为摩尔/升 (mol/L);

m ——基准无水碳酸钠的质量, 单位为克 (g);

V_1 ——硫酸标准滴定溶液的用量, 单位为毫升 (mL);

V_2 ——试剂空白实验中硫酸标准滴定溶液的用量, 单位为毫升 (mL);

0.0530 ——与 1 mL 硫酸标准滴定溶液相当的无水碳酸钠的质量, 单位为克 (g)。

3. 1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液

(1) 配制。

氢氧化钠饱和溶液: 称取 120 g 氢氧化钠, 加 100 mL 水, 振摇使之溶解成饱和溶液, 冷却后置于聚乙烯塑料瓶中, 密封, 放置数日, 澄清后备用。

氢氧化钠标准滴定溶液: 量取 56 mL 澄清的氢氧化钠饱和溶液, 加适量新煮沸过的冷水至 1000 mL, 摇匀。

酚酞指示液: 10 g/L 乙醇溶液。

(2) 标定。

精密称取约 6 g 在 105°C~110°C 干燥至恒量的基准邻苯二甲酸氢钾, 加 80 mL 新煮沸过的冷水, 使之尽量溶解。加 2 滴酚酞指示液, 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色, 0.5 min 不褪色。同时做试剂空白实验。

(3) 计算。

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.2042}$$

式中, $c(\text{NaOH})$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, 单位为摩尔/升 (mol/L);

m ——基准邻苯二甲酸氢钾的质量, 单位为克 (g);

V_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液的用量,单位为毫升(mL);

V_2 ——试剂空白试验中氢氧化钠标准滴定溶液的用量,单位为毫升(mL);

0.2042——与1 mL 氢氧化钠标准滴定溶液相当的邻苯二甲酸氢钾的质量,单位为克(g)。

4. 0.1 mol/L 氢氧化钾标准滴定溶液

(1) 配制。

称取6 g 氢氧化钾,加入新煮沸过的冷水溶解,并稀释至1000 mL,混匀。

(2) 标定。

精密称取约0.6 g 在105℃~110℃干燥至恒量的基准邻苯二甲酸氢钾,加50 mL 新煮沸过的冷水,溶解。加2滴酚酞指示液,用氢氧化钾标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色,0.5 min 不褪色。同时做试剂空白试验。

(3) 计算。

$$c(\text{KOH}) = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.2042}$$

式中, $c(\text{KOH})$ ——氢氧化钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔/升(mol/L);

m ——基准邻苯二甲酸氢钾的质量,单位为克(g);

V_1 ——氢氧化钾标准滴定溶液的用量,单位为毫升(mL);

V_2 ——试剂空白试验中氢氧化钾标准滴定溶液的用量,单位为毫升(mL);

0.2042——与1 mL 氢氧化钾标准滴定溶液相当的邻苯二甲酸氢钾的质量,单位为克(g)。

5. 0.1 mol/L 高锰酸钾标准滴定溶液

(1) 配制。

称取约3.3 g 高锰酸钾,加1000 mL 水,煮沸15 min,加塞静置2 d 以上,用垂熔漏斗过滤,置于具玻璃塞的棕色瓶中密塞保存。

(2) 标定。

精密称取约0.2 g 在110℃干燥至恒量的基准草酸钠,加入250 mL 新煮沸过的冷水,10 mL 硫酸,搅拌使之溶解。迅速加入约25 mL 高锰酸钾标准滴定溶液,待褪色后,加热至65℃,继续用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈微红色,保持30 s 不褪色。在滴定终了时,溶液温度不低于55℃。同时做试剂空白实验。

(3) 计算。

$$c\left(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4\right) = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.067}$$

式中, $c\left(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4\right)$ ——高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔/升(mol/L);

m ——基准草酸钠的质量,单位为克(g);

V_1 ——高锰酸钾标准滴定溶液的用量,单位为毫升(mL);

V_2 ——试剂空白实验中高锰酸钾标准滴定溶液的用量,单位为毫升(mL);

0.067——与1 mL高锰酸钾标准滴定溶液相当的草酸钠的质量,单位为克(g)。

6. 0.1 mol/L 硝酸银标准滴定溶液

(1) 配制。

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

淀粉指示液:称取0.5 g可溶性淀粉,加入5 mL水,搅匀后缓缓倾入95 mL沸水中,随加随搅拌,煮沸2 min,放冷,稀释至100 mL备用。此指示液应现配现用。

荧光黄指示液:5 g/L乙醇溶液。

(2) 标定。

精密称取约0.2 g在270℃干燥至恒量的基准氯化钠,加入50 mL水使之溶解。加入淀粉指示液5 mL,边摇动边用硝酸银标准滴定溶液避光滴定,近终点时,加入3滴荧光黄指示液,继续滴定至混浊液由黄色变为粉红色。

(3) 计算。

$$c(\text{AgNO}_3) = \frac{m}{V \times 0.05844}$$

式中, $c(\text{AgNO}_3)$ ——硝酸银标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔/升(mol/L);

m ——基准氯化钠的质量,单位为克(g);

V ——硝酸银标准滴定溶液的用量,单位为毫升(mL);

0.05844——与1 mL硝酸银标准滴定溶液相当的氯化钠的质量,单位为克(g)。

7. 0.1 mol/L 碘标准滴定溶液

(1) 配制。

称取13.5 g碘,加36 g碘化钾、50 mL水,溶解后加入3滴盐酸及适量水稀释至1000 mL。用垂熔漏斗过滤,置于阴凉处,密闭、避光保存。

酚酞指示液:10 g/L乙醇溶液。

淀粉指示液:同6。

(2) 标定。

精密称取约0.15 g在105℃干燥1 h的基准三氧化二砷,加入1 mol/L氢氧化钠溶液10 mL,微热使之溶解。加入20 mL水及2滴酚酞指示液,加入适量1 mol/L硫酸溶液至红色消失,再加2 g碳酸氢钠、50 mL水及2 mL淀粉指示液,用碘标准滴定溶液滴定至溶液呈浅蓝色。同时做试剂空白实验。

(3) 计算。

$$c = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.04946}$$

式中, c ——碘标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔/升(mol/L);

m ——基准三氧化二砷的质量,单位为克(g);

V_1 ——碘标准滴定溶液的用量,单位为毫升(mL);

V_2 ——试剂空白实验中碘标准滴定溶液的用量,单位为毫升(mL);

0.04946——与1 mL 碘标准滴定溶液相当的三氧化二砷的质量,单位为克(g)。

8. 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液

(1) 配制。

称取26 g 硫代硫酸钠及0.2 g 碳酸钠,加入适量新煮沸过的冷水使之溶解,并稀释至1000 mL,混匀,放置一个月后过滤备用。

淀粉指示液:同6。

硫酸(1+8):量取10 mL 硫酸,慢慢倒入80 mL 水中。

(2) 标定。

精密称取约0.15 g 在120℃干燥至恒量的基准重铬酸钾,置于500 mL 碘量瓶中,加入50 mL 水使之溶解。加入2 g 碘化钾,轻轻振摇使之溶解。再加入硫酸(1+8) 20 mL,密封,摇匀,放置暗处10 min 后用250 mL 水稀释。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈浅黄绿色,再加入淀粉指示液3 mL,继续滴定至蓝色消失而呈亮绿色。反应液及稀释用水的温度不应高于20℃。同时做试剂空白实验。

(3) 计算。

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.04903}$$

式中, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔/升(mol/L);

m ——基准重铬酸钾的质量,单位为克(g);

V_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的用量,单位为毫升(mL);

V_2 ——试剂空白实验中硫代硫酸钠标准滴定溶液的用量,单位为毫升(mL);

0.04903——与1 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液相当的重铬酸钾的质量,单位为克(g)。

1.4 常用玻璃仪器的洗涤、干燥与保管

1. 仪器的洗涤

洗涤仪器是一项很重要的操作。仪器洗得是否合格,会直接影响分析结果的可靠性。虽然不同的分析任务对仪器洁净程度的要求可能有所不同,但至少要达到倾去水后器壁上不挂水珠的程度。仪器应该如何洗,并无严格的程序,通常主要根据污垢的性质、程度进行,一般应遵循以下几个步骤:

(1) 倾尽仪器内原有物质。这个步骤切不可忽略,它除了有利于后续的洗涤外,还可防止事故发生。例如曾经有因未倾尽仪器内残余的金属钠,清洗时遇水爆炸,伤及人身安全的事故发生过。

(2) 用水洗。根据仪器的种类和规格,选择合适的毛刷,蘸水刷洗,洗去灰尘和可

溶性物质。

(3) 用洗涤剂洗。用毛刷蘸取洗涤剂溶液，先反复刷洗，然后边刷边用水冲洗，倾去水后器壁上不挂水珠，则已洗净。

(2)、(3) 两个步骤如在超声波清洗器中进行，则既省时、省事，效率又高。用超声波清洗器时，可依照洗涤容器的大小，装满待洗仪器，启动超声波发生器后，即可自动清洗。

经 (2)、(3) 两步洗涤后，再用纯水（蒸馏水）少量分数次涮洗，洗去所沾的自来水，最少需涮洗 3 次。

用上述方法仍难洗净的仪器，或不使用毛刷刷洗的仪器，可根据污物的性质，选用相应的洗液浸洗。洗液的种类有很多，应根据不同的污物选用不同的洗液。洗液一般能重复使用，用毕立即倒回瓶中，下次再用。洗液的种类、适用范围及配方见表 1-1。

表 1-1 洗液的种类、适用范围及配方

污物种类	洗液	常用浓度（或配方）
铁锈、水垢、BaCO ₃	稀盐酸、稀硝酸	1 : 3 工业用酸
油脂	重铬酸钾—硫酸	50 g 工业用重铬酸钾溶于 100 mL 热水，冷却后将 900 mL 工业用浓硫酸缓缓注入，边注入边搅拌
	碱性高锰酸钾	4 g 高锰酸钾溶于 100 mL 水中，另加 10 g 氢氧化钠，搅匀
	碱性酒精	工业用酒精与 30% NaOH 溶液等体积混合
	洗涤剂	常规浓度
MnO ₂ （盛高锰酸钾后遗留物）	草酸—稀硫酸	5 g 草酸溶于 1 L 10% 工业用硫酸中
钼酸（MoO ₃ ）	稀碱	2% NaOH 溶液
	稀氨水	1 : 1 氨水
指示剂	酒精	工业用
	稀酸	1 : 3 盐酸
	稀碱	2% NaOH 溶液
银盐（AgCl、Ag ₂ O 等）	稀硝酸	1 : 3 硝酸
	稀氨水	1 : 1 氨水
	硫代硫酸钠	1 mmol/L 硫代硫酸钠溶液

2. 仪器的干燥

不同的化验操作，对所用仪器是否干燥及干燥的程度要求不同。有些可以是湿的，如容量瓶，有些则要求是干燥的，如滴定管、吸管（如有水，可用操作溶液涮洗除去）；有时只要求没有水痕，有时则要求完全无水。所以应根据实验要求来干燥仪器。常用的干燥方法有以下几种：

(1) 倒置滴干。把洗净的仪器倒置在干净的架子上或专用橱内，任其自然滴水、晾干。

(2) 烘干。洗净的仪器控出水后，放入 $105^{\circ}\text{C}\sim 110^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中烘干。

(3) 热（冷）风吹干。急于干燥的仪器或不适合烘干的仪器（如量器）可用吹风机吹干。

3. 仪器的保管

洗净、干燥的仪器还存在保管的问题，若保管不好，会使清洁的仪器重新被污染。应本着方便、实用、有序、安全的原则对仪器进行摆放和保管。

仪器宜按种类、规格顺序存放，尽可能倒置，这样做既可自然控干，又能防尘。如烧杯等，可倒扣于仪器柜内；烧瓶、量筒、容量瓶、锥形瓶等，可在柜子的隔板上打孔，将仪器倒插于孔中。

滴定管用洗净后，可装满纯水，夹在滴定管夹上，并在管口戴一塑料帽，或倒夹于滴定管夹上。吸管可用纸包住两端，置于模式吸管架上；如为竖式吸管架，可给整个架子加防尘罩。

成套的专用仪器，如索氏提取器、蒸馏水器等，用毕洗净后，放回原用的包装盒中。

小件仪器，可放在带盖的托盘中。最好是塑料托盘，盘内要垫层洁净滤纸。已烘干并需在干燥状态使用的小件仪器，如称量皿、接收瓶，要存放于干燥器内。

1.5 食品分析实验常用仪器的使用与维护

1. 玻璃仪器使用常识

(1) 烧杯、烧瓶、锥形瓶、试管、蒸发皿等烧器可用于加热操作。除试管外，其余器具加热时需垫石棉网。

(2) 容量瓶、量筒、移液管等量器不可用于加热操作，无须烘干，不能盛放或吸取热溶液，也不可用作储液器。

(3) 酸式滴定管、容量瓶、比色管、分液漏斗等具塞磨口仪器，其玻璃塞应与仪器主体配套使用，使用前应检查、匹配，使用后应及时洗净并在磨口夹上纸条，避免磨口黏合。此外，玻璃磨口仪器不可存放强碱溶液。

(4) 玻璃磨口仪器的磨口打不开时，可用温水、稀酸或有机溶剂（甲醇、丙酮）等浸泡，或用木锤、塑料锤轻敲，有助于打开粘连处。

2. 滴定管的使用

滴定管是化学分析中用来精确测量滴定溶液体积的仪器，分为酸式滴定管和碱式滴定管，如图 1-2 所示。酸式滴定管下端为活塞，盛装除碱性溶液以外的溶剂；碱式滴定管下端为含玻璃珠的胶管，盛装除氧化性溶液以外的溶剂。