

食品小丛书

食品 分析

〔日〕平野四蔵 等 编

江西科学技术出版社

食品小丛书

食 品 分 析

〔日〕平野四藏等编

陈 才 水 编译

江西科学技术出版社

1987年·南昌

食 品 小 丛 书

食 品 分 析

(日)平野四藏等编

陈 才 水 编 译

江西科学技术出版社出版

(南昌市新魏路5号)

江西省新华书店发行 江西新华印刷二厂印刷

开本787×1092 1/32 印张2.5 字数: 5.7万

1987年4月第1版 1987年4月第1次印刷

印数: 1—3,810

统一书号: 15425·3 定价: 0.52元

内 容 提 要

本书是食品小丛书中的一本，为食品分析检验规范工具书。书中介绍了食品中银、铝、砷、硼、钙、钼、铁、碘、氮、磷、铅、硫等元素的测定原理、具体方法等方面的知识，可供出口商品检验机构、食品科研机构、卫生部门、食品工业化验人员以及大专院校有关专业师生参考。

编 译 者 的 话

《无机应用比色分析》是由日本著名分析化学学者及第一线研究员组成编委会汇编出版的。

该书是日本国通用的分析规范工具书。书中比较全面地介绍了金属与非金属无机物在理、工、医、农、食品、药物等领域中的最新分析方法——JIS法（即日本工业标准法定方法）；还记载了各分析法原理、具体方法、步骤、应用、试剂、试样的处理以及操作上应注意的事项等，讲述尤为详细。

随着科学技术的发展和人们生活水平的提高，人们对食品的需求量越来越大。食品加工中无意带入或有意加入的附加剂对人体产生的危害及良好影响，越来越引起人们的注意和重视。因为有的金属、非金属无机物微量存在将引起人们慢性或急性中毒，甚至致人死亡；而有的金属、非金属无机物微量存在，又能增进人们健康、促进人体发育。如人体血铅含量就不应超过0.01~0.05毫克%，所以食品加工时，应注意铅及铅化物带入。又如钙、铁之类是人体健康发育需要的一种营养补充物料，所以在强化食品中，人们特意加入了一定量的钙、铁化合物。

本书从《无机应用比色分析》中，译出有关食品各金属，即Ag、Al、Ca、Cd、Co、Cs、Cu、Fe、Hg、K、Li、Mg、Mn、Ni、Pb、Rb和非金属无机物As、B、

C1、I、N、P、S的分析方法。由于原书中其它部分与食品无关而被略去，因此，译文中的编号译者重新进行了编排。

本书承王世宏副教授帮助校核，特此致谢！

由于译者水平有限，书中欠妥之处在所难免，敬请读者批评指正。

编译者

1983. 5.

目 录

一、食品中微量银的测定	(1)
1. 动、植物性及微生物性食品	(1)
2. 清凉饮料	(2)
二、食品中铝的测定	(3)
1. 啤酒	(3)
2. 发酵粉	(4)
三、食品中砷的测定	(5)
1. 食品	(5)
2. 速溶食品以及乳、乳制品	(8)
四、食品中硼的测定	(9)
食品(果实、蔬菜、海藻类)与清凉饮料	(9)
五、食品中钙的测定	(10)
1. 牛奶、大豆制品	(10)
2. 糖果类、黑砂糖、辛香料	(11)
3. 蛋、蛋制品、明胶、水产物及其制品	(12)
六、食品中镉的测定	(12)
七、食品中氯的测定	(14)
1. 速溶食品、瓶装食品	(14)
2. 食品(大豆制品、腌制物类、面类、面包、干酪)	(15)
八、食品中钴的测定	(17)
1. 速溶食品、葡萄酒、啤酒	(17)
2. 酵母	(18)
3. 奶、乳制品	(19)
九、食品中铈的测定	(19)

威士忌酒	(19)
十、食品中铜的测定	(20)
1. 威士忌酒	(20)
2. 辛香料以及种子、果实类、青豌豆	(21)
3. 食用油	(22)
4. 油菜籽油、大豆油	(23)
5. 豆类和豆制品	(25)
十一、食品中铁的测定	(26)
1. 嗜好品、调味品、辛香料	(26)
2. 强化面包、强化面粉	(28)
3. 食用油	(29)
4. 菜籽油及大豆油	(30)
5. 肉及肉制品	(31)
十二、食品中汞的测定	(32)
1. 鱼类	(32)
2. 瓶装食品	(34)
3. 苹果及西红柿	(35)
4. 牛奶	(38)
十三、食品中碘的测定	(39)
海藻类及鳞介类	(39)
十四、食品中钾的测定	(41)
食品(谷类及包装食品、水产物、清凉饮料)	(41)
十五、食品中锂的测定	(42)
威士忌酒	(42)
十六、食品中镁的测定	(43)
十七、食品中锰的测定	(44)
1. 海藻类	(44)
2. 萝卜	(45)
3. 麦芽、柑子	(46)

4. 蘑菇类、面粉·····	(48)
十八、食品中氮的测定·····	(48)
1. 肉、肉制品·····	(48)
2. 清凉饮料、清酒·····	(52)
十九、食品中镍的测定·····	(54)
1. 罐头食品·····	(54)
2. 奶油、人造奶油·····	(55)
二十、食品中磷的测定·····	(56)
1. 谷类和乳及乳制品·····	(56)
2. 食品(强化食品、肉、肉制品)和化学调味料·····	(57)
3. 糖类·····	(58)
二十一、食品中铅的测定·····	(59)
1. 食品·····	(59)
2. 罐头食品·····	(62)
3. 谷类(米、麦)、苹果、西红柿·····	(63)
二十二、食品中铷的测定·····	(64)
威士忌酒·····	(64)
二十三、食品中硫的测定·····	(65)
1. 明胶、糖蜜、麦芽糖、葫芦干·····	(65)
2. 鱼类、香料、蛋、蛋制品、强化食品·····	(66)

一、食品中微量银的测定^[1]

1. 动、植物性及微生物性食品：

1,10-二氮杂菲—溴连苯三酚红吸光光度法：取试样5~20克^{*1}置于白金坩埚内，放在550℃电炉上完全灰化。把这灰分放入高形烧杯（300毫升）内，加入5毫升的硝酸溶解后，再加入1毫升的硫酸，待出现硫酸白烟时，使其至于干涸，然后再放入水中待溶解后，加入2毫克的硝酸钾，用水稀释到100毫升。此外，再另取5~20毫克的试样放入烧瓶（300毫升）内分解，用硫酸、硝酸和高氯酸进行湿式灰化^{*2}。赶出高氯酸后，在分解溶液中加入水适当地加以稀释，随后加入2毫克的硝酸钾，加水至100毫升。用小型磁力搅拌器一边充分搅拌混和，一边用滴定管以每2毫升的比例添加8毫升四苯硼酸钠溶液〔3%（W/V）〕，然后放置30分钟。待沉淀物完全沉淀，用5C滤纸过滤后，又用水洗净直至铜离子完全消失为止。再连同过滤纸将沉淀物移入瓷坩埚（100毫升）内，用电炉加热到600℃左右使之灰化。冷却后加入少量的硝酸，并加热溶解，再把溶解物倒入100毫升容量瓶内，加水至100毫升。

在100毫升容量瓶中，加入1,10-二氮杂菲溶液（0.2%）1毫升、溴连苯三酚红溶液（0.0056%）2毫升、醋酸铵溶液〔20%（W/W）〕0.2毫升、阿拉伯树胶（2%）0.4毫升、EDTA溶液〔10%（W/V）〕1毫升，然后将上述溶液调制成的适量的试样溶液（含银量1~10微克）加进去，并摇动使之混合，再加水至10毫升（用635纳米波长测定其吸光度，以试剂作空白对比）^{*3}。

• 1. 在含有用特别操作法制造的添加物的食品中，检查银离子。

• 2. 将试样装入长颈烧瓶（200~300毫升）内，加入硝酸后，慢慢地加热，一边注意勿使其起泡或使里面东西溢出；一边加热到褐色的氧化氮气体逸出的现象转弱为止。当溶液都变成黄色液体时，就撤去火，并小心地加入2毫升的硫酸，再次加热，这次可稍加大火势。当褐色气体停止逸出，液体开始炭化并呈浓褐色，而且能看见白烟时，就停止加热，并非常小心地加入约2毫升的硝酸，接着再次加热。再次加热至当该溶液呈浓褐色并开始出现白烟时，就停止加热，小心地加入约2毫升的硝酸，又再一次加热。接着就依此反复添加硝酸，反复加热。当氧化氮气体已经停止产生，反应液体的黑褐色消失之时，就停止加热，并加入约1毫升的高氯酸（70%），然后再一直加热到产生了高氯酸的白烟为止。如果加热过程渐渐地加大火，就会产生剧烈的白烟，液体逐渐地趋于近乎无色。当高氯酸的白烟几乎都消失之时，则应停止加热，使之冷却。

• 3. 标准曲线的作法：用标准银溶液的不同量（银0~10微克）进行本文上述的1,10-二氮杂菲溶液（0.2%）1毫升添加以后的操作。

（小笠原八十吉）

2. 清凉饮料：

双硫脲萃取吸光光度法^{*1}：用水浴把200~400毫升的试样^{*2}蒸发至干后，加入硫酸、硝酸，使之完全溶解，再加入浓氢氧化钠溶液，将pH值调节到3.5左右后，加水至200毫升。然后再移入分液漏斗内，把20毫升的缓冲溶液^{*3}混合进去。随后，在这种混合液里面加入10毫升的双硫脲溶液^{*4}，用力摇晃2分钟，使之混合，再静置一会让其分离为二层。接着分出下层，移到装有30毫升溶液^{*5}的另一个分液漏

斗中，摇动约20秒后静置一旁，再用干燥滤纸把下层的呈色过滤之后，立即用460纳米波长测定吸光度⁹⁰。

* 1. 本方法是测定双硫脲与银离子反应后生成的呈色络合物的一种方法。添加含有盐酸的EDTA的pH值3.5的缓冲溶液，是为了抑制银络合物所形成的干扰。由于残留的氯会干扰呈色，所以要采取预先加入1毫升亚硫酸钠溶液（1%）的措施。

* 2. 以前，银离子作为食品卫生检查的对象，通常是不被采用的。但是，最近在各行业中，银离子的利用在逐渐地增加，并在意想不到之处出现了问题。因此，采用了在清凉饮料中的银离子作为食品检查的对象。

* 3. 在68克的醋酸钠（三个结晶水）、462毫升的盐酸（1N），以及50毫升的EDTA溶液（0.01M）中，加入水使之全量为1升。该溶液的pH值是3.5。

* 4. 将不含氯化物的1毫克纯双硫脲溶于纯四氯化碳中，加CCl₄至100毫升。

* 5. 在1毫升的氨水及5毫升EDTA溶液（0.01M）中加水至1升。

* 6. 标准曲线的作法：各取200毫升的水分别置于分液漏斗中，并在其中加入标准银溶液的不同液量（银0~30微克），将这些按试样的做法同样进行操作。本法适合于银离子0.01~0.15ppm的定量。

（小笠原八十吉）

二、食品中铝的测定^[2]

1. 啤酒：

8-羟基喹啉萤光法：取试样25毫升放入长烧瓶中，加热蒸发成糖浆状。然后加入少量的硝酸，加温后再小心地加

入约4毫升的硫酸，一直加热到开始炭化为止。当试样开始炭化时，分别滴下数滴硝酸并继续加热，直至炭化现象消失为止，要一直重复该操作。接下继续加热，当产生硫酸白烟时，加入1毫升硝酸，再一直加热到完全产生褐色的烟为止。随后，在该溶液中加入约0.5克的硫酸铵和少量的水，再次加热至产生硫酸白烟之后，再继续加热5分钟，直至硝酸完全除去之后又加以冷却。接着在该分解液中加入约40毫升的水加以稀释，冷却后用水洗净并移入100~150毫升分液漏斗中。而后在该溶液中加入8-羟喹氯仿溶液〔0.2% (W/V)〕10毫升，并摇晃数秒钟使之混合，再加入氨水把pH值调节在8~11，用力摇晃约30秒静置后，把氯仿相放入20毫升的量瓶中。水相每次用4毫升氯仿，摇动二次；氯仿相则同刚才的氯仿相合并一起，再加入氯仿，使之正好是20毫升，用约1克的无水硫酸钠脱除氯仿溶液中的水，再用氯仿稀释到4~20倍^{*1}，把萤光素钠溶液（200微克/150毫升）为基准测定萤光的强度^{*2}。

*1.在铁含量很大的时候，要加大稀释率。一般地，用4~10倍的稀释率就完全可以除去铁的妨碍。

*2.标准曲线的作法：按步骤把标准铝溶液（铝0~80微克）放入烧杯中，加2毫升硫酸及水至40毫升左右。冷却后，从烧杯中全部移入100~150毫升分液漏斗中。以下操作同本文上述一样。

（ 瀬户 山崎 ）

2.发醇粉：

原子吸收光谱法：称取1克试样置于250毫升长颈烧瓶中，加入2.0毫升硫酸，接着慢慢地加入3毫升的30%过氧化氢溶液。当最初的剧烈反应停止之后开始加热，使试样炭

化。再加入 1 毫升的过氧化氢水溶液，加热直到溶液炭化为止。最后使之产生硫酸白烟。冷却后，加入 50 毫升的水并加入派雷克斯硼硅酸耐热玻璃片，煮沸 3~5 分钟，再冷却。若有必要可用滤纸过滤并用水完全洗净。再把滤液移入 100 毫升容量瓶中稀释至刻度*¹。把该溶液*²喷雾在火焰中*³，以 309.3 纳米波长测定吸光度*⁴。

*1. 作为空白试剂，用同于试样分解同量的 2.0 毫升硫酸及（30%）过氧化氢溶液配制。

*2. 铝含量多时，适当稀释作稀释溶液用（在 500 毫升水中加 20 毫升硫酸和 2.5 克氯化钠，然后用水稀释至 1 升）。

*3. 一氧化氮—乙炔火焰。

*4. 标准曲线的作法：将标准铝溶液的不同液量（铝 0~2 毫克）加入到 100 毫升容量瓶中，用注释*²的稀释液稀释，然后喷雾在火焰中测定吸光度。

此外，标准铝溶液（铝 1 毫克/毫升）的配制，就是用尽可能少的盐酸将纯铝丝 1.000 克溶解，待几乎都蒸发干涸之后，加入 500 毫升水、硫酸 20 毫升，以及 2.5 克的氯化钠，再加水稀释至 1 升。

（铃木 正巳）

三、食品中砷的测定^[3]

1. 食品：

顾尔特司东法：

a) 试验溶液的配制：提取以前处理*¹了的试样*²置于 500 毫升烧杯中，加水 20 毫升、硝酸 30 毫升，很均匀地混合之后，慢慢地加热，待激烈的反应结束之后，予以冷却。接着加入 10 毫升的硫酸，再次加热，并经常加入少量的硝酸，

防止内含物变成暗色。尔后加热到硫酸产生白烟、当内含物呈淡黄或近于无色之时，说明分解完毕。在以上的操作中，如分解延长时，宜加入1毫升的高氯酸，并加热分解，一直持续加热到残存的过量高氯酸都消失为止。冷却后，在分解溶液中加入75毫升的水以及25毫升的饱和草酸铵溶液，也一直加热到硫酸发生白烟为止。待冷却后，再加水至100毫升。

b)操作：从试验溶液中取出1~5毫升*³放入发生瓶中（如图1），把甲基橙试液作为指示剂用氨水加以中和，再加入（1:1）盐酸5毫升、碘化钾溶液*⁴5毫升、氯化亚锡溶液*⁵5毫升，放置10分钟后加水40毫升，并加入2克的粒状锌*⁶。然后立即把装在连接玻璃管B、C和D上的橡皮塞E装在发生瓶A上，将发生瓶浸在25℃的水中至颈部，放置1小时。再取下呈色的溴化汞试纸，用肉眼同标准呈色试纸加以比色，求

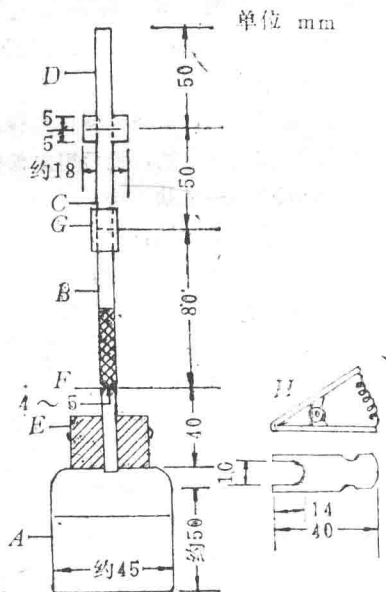


图1 砷试验装置

- A: 发生瓶，容量约60毫升，刻有40毫升的标线。
 B: 内径约6.5毫米的玻璃管。
 C和D: 是磨口玻璃管。接触部内径为6.5毫米，外径约18毫米。
 E: 橡皮塞。
 F: 玻璃管B处的下凹处，装有玻璃纤维。
 G: 橡皮管。
 H: 夹子

出亚砷酸。

在玻璃管B中，装进玻璃纤维离F处约30毫米的高度，用醋酸铅溶液均匀地加以湿润，湿润时预先轻轻地从管的下端吸引，以便把玻璃纤维和器壁上过剩的液体除掉。醋酸铅溶液配制是把9.5克的三个结晶水的醋酸铅溶解在滴有一滴醋酸的100毫升的水中，然后用水稀释到二倍。使用之前，要在玻璃管C和D的连接处夹进溴化汞试纸^{*7}，并用夹子H把两个管子固定住。

c) 标准呈色试纸的制作：分别吸取标准砷溶液^{*9}的不同液量（砷0~2.0微克）放入数个发生瓶A中，在瓶里加入中和试验溶液所需要氨水的量，以甲基橙作指示剂，用硫酸（1:2）加以中和，以下步骤就和b)相同的做法进行操作。

*1. 不要用水洗原试样。当试样进行了适当的处理以后，把它取出约1公斤，用混合搅拌切机器根据需从上一边压或者一边加入适量的水，均匀切细以供试验使用。此外，对试样的均匀切细，不能使用带有黄铜制容器的均化器。①黄瓜要除去藤。②西红柿要除去蒂。③葡萄就用整个果实（连皮带籽）。④苹果要除去蒂、花蒂和芯的部分。

*2. 黄瓜、西红柿、苹果、葡萄的试样采取量约相当于20克原固体试样的量。

*3. 黄瓜、西红柿和葡萄各取量5毫升，苹果取量1毫升。

*4. 把碘化钾（特级）16.5克溶于水中，并加水至100毫升。

*5. 把4克不含砷的二个结晶水的氯化亚锡，溶于250毫升的盐酸中，再放入具塞瓶内，密封保存起来。

*6. 用无砷1000~1401微米锌粒。

*7. 把用于色层分离的滤纸细心均匀地裁成宽约3厘米、长10厘米的小片，把5克的溴化汞溶解在100毫升的酒精中

[95% (V/V)], 然后再把滤纸浸入溴化汞酒精溶液中, 并时时摇动, 放在阴暗处约一小时后取出, 在暗处放在滤纸上保持水平并使之自然干燥, 接着, 再把它切成直径约18毫米的圆形, 密封在褐色瓶内保存在暗处。此外, 或者用手接触过显色部分, 在二天以上变干燥状态的就不能使用。

*8. 由于溴化汞试纸的显色, 会因光、热、湿气等而退色, 所以比色之操作应尽可能迅速地进行。

*9. 要把标准溶液 (砷 1 毫克/毫升) 用水稀释到 1000 倍。

(铃木 启介)

2. 速溶食品以及乳、乳制品:

挥发分离—砷钼蓝吸光光度法:

a) 试验溶液的配制: 把11厘米的圆形滤纸折成喇叭状, 安在直径为 9 厘米的瓷皿上。

取 5~20 克碎成粉状的试样放入其内 (砷含量不能超过 10 微克), 加入 6 毫升的饱和硝酸镁溶液, 用玻璃棒搅均匀。在水浴上加热蒸干之后, 用电炉徐徐加热, 用 600℃ 的高温使之迅速灰化。再用水湿润该灰, 并溶解在 17 毫升的盐酸 (1:1) 中。随后把该溶液移到砷化氢发生装置 (如图 2 所示) 的烧瓶 a 中, 再分数次用 25 毫升的盐酸洗净瓷皿洗液移入烧瓶 a 中。然后再加入 10 毫升的盐酸使之呈强酸性, 就

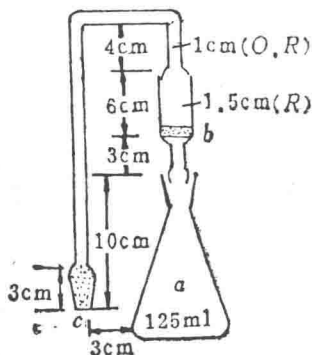


图 2 砷化氢发生装置

- a: 是125毫升锥形烧瓶。
- b: 是粗眼的玻璃过滤板。
在里面装有用醋酸铅溶液浸湿过的烧结玻璃绒。
- c: 部分是粗眼的玻璃过滤棒, 含有砷化氢的气体在这里接触到吸收液。