

中华人民共和国卫生部

食品卫生检验方法

理化部分



技术标准出版社

中华人民共和国卫生部

食品卫生检验方法

理化部分

技术标准出版社

中华人民共和国卫生部
食品卫生检验方法
理化部分

技术标准出版社出版
(北京复外三里河)

技术标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

开本 787×1092 1/16 印张 17¹/₄ 字数 397,000

1979年9月第一版 1979年9月第一次印刷

印数 1—53,000

书号: 15169·3-97 定价 2.20 元

限国内发行

前 言

《食品卫生检验方法（初稿）（一）理化部分》于1964年由卫生部卫生防疫司印发以来，经各地、各部门在食品卫生工作的实践中应用，特别是近几年来在食品卫生标准的科研工作中，各协作组在食品卫生理化检验方面做了大量工作，对初稿中的方法有不少改进，并提供了一些新的项目和方法。经中国医学科学院食品卫生检验所将这些经验加以整理，并参考一些资料补充了部分方法，也征求了各有关部门及省、市、自治区卫生防疫站的意见，共同讨论后，补充、修改写成《食品卫生检验方法（理化部分）》，作为国家标准GBn 1~54—77《食品卫生标准》中有关指标的检验方法。同时也汇集了食品卫生中其他有关物质的检验方法，供食品卫生部门工作中参考使用。

卫 生 部
一九七八年八月

目 录

第一章 总则	(1)
第二章 一般成分分析法	(4)
第一节 比重	(4)
第二节 水分	(5)
第三节 灰分	(6)
第四节 蛋白质	(7)
第五节 脂肪	(10)
第六节 醌	(11)
第三章 有害元素	(17)
第一节 砷	(17)
第二节 铅	(22)
第三节 铜	(25)
第四节 锡	(26)
第五节 锌	(27)
第六节 镉	(29)
第七节 汞	(31)
第八节 硒	(36)
第九节 氟	(38)
第四章 农药	(42)
第一节 六六六、滴滴涕	(42)
第二节 有机磷农药	(46)
第三节 西维因 (1-萘基-N-甲基氨基甲酸酯)	(53)
第五章 黄曲霉毒素 B ₁	(57)
附件一 黄曲霉毒素 B ₁ 、B ₂ 、G ₁ 、G ₂ 的标准溶液浓度及纯度的检定方法	(63)
附件二 同时测定食品中黄曲霉毒素 B ₁ 、B ₂ 、G ₁ 、G ₂ 的方法	(65)
附件三 发酵用曲种及菌株中黄曲霉毒素 B ₁ 测定法	(66)

第六章	3, 4-苯并芘	(67)
第七章	添加剂	(77)
第一节	甜味剂 (糖精钠)	(77)
第二节	防腐剂	(80)
第三节	抗氧化剂	(84)
第四节	发色剂	(87)
第五节	漂白剂 (亚硫酸盐)	(91)
第六节	着色剂 (人工合成色素)	(93)
第八章	粮食	(99)
附件	粮食中熏蒸剂溴甲烷、二硫化碳、四氯化碳、氯化苦残留量的气相色谱法	(108)
第九章	食用植物油	(110)
第十章	蔬菜、水果	(116)
第十一章	调味品	(117)
第一节	酱油	(117)
第二节	酱	(122)
第三节	食醋	(124)
第四节	味精	(125)
第五节	井盐、矿盐	(126)
第十二章	肉与肉制品	(134)
第一节	鲜猪肉	(134)
第二节	鲜牛肉、鲜羊肉、鲜兔肉	(136)
第三节	鲜鸡肉	(137)
第四节	灌肠类	(138)
第五节	酱卤肉类	(138)
第六节	烧烤肉	(139)
第七节	肴肉	(139)
第八节	肉松 (太仓式)	(139)
第九节	广式腊味 (腊肠、腊肉)	(139)
第十节	火腿	(142)
第十一节	板鸭	(142)

第十三章 水产品	(144)
第一节 黄鱼(黄花鱼).....	(144)
第二节 带鱼.....	(145)
第三节 墨鱼(乌贼).....	(145)
第四节 青鱼、草鱼、鲢鱼、鲤鱼、鳙鱼.....	(146)
第五节 蓝圆鲹(池鱼).....	(147)
第六节 鲱鱼.....	(147)
第七节 鳊鱼.....	(148)
第八节 青虾(河虾).....	(149)
第九节 对虾.....	(149)
第十节 牡蛎(蚝、海蛎子).....	(150)
第十一节 梭子蟹.....	(152)
第十二节 花蛤.....	(152)
第十三节 缢蛭.....	(153)
附件 组织胺测定方法.....	(153)
第十四章 乳与乳制品	(155)
第一节 消毒牛乳.....	(155)
第二节 新鲜生牛乳.....	(160)
第三节 酸牛乳.....	(161)
第四节 全脂牛乳粉.....	(162)
第五节 淡炼乳.....	(168)
第六节 甜炼乳.....	(169)
第七节 奶油.....	(170)
第十五章 蛋与蛋制品	(172)
第一节 鲜蛋类.....	(172)
第二节 冰全鸡蛋.....	(172)
第三节 巴氏消毒冰全鸡蛋.....	(175)
第四节 冰鸡蛋黄.....	(175)
第五节 冰鸡蛋白.....	(176)
第六节 巴氏消毒全鸡蛋粉.....	(176)
第七节 全鸡蛋粉、鸡蛋黄粉.....	(177)
第八节 鸡蛋白片.....	(178)
第九节 皮蛋(松花蛋).....	(180)

第十六章	酒	(182)
第一节	蒸馏酒	(182)
第二节	发酵酒	(185)
第三节	配制酒	(186)
第十七章	冷饮食品	(187)
第十八章	豆制品及酱腌菜	(188)
第一节	非发酵性豆制品	(188)
第二节	发酵性豆制品	(190)
第三节	杂豆淀粉类制品	(192)
第四节	酱腌菜	(193)
第十九章	仪器分析法	(194)
第一节	pH 值测定法	(194)
第二节	色谱法	(199)
第三节	分光光度法	(203)
第四节	原子吸收分光光度法	(210)
第五节	荧光分析法	(216)
附 录		
一、	实验数据统计处理	(221)
二、	标准溶液	(228)
三、	常用酸碱浓度表	(234)
四、	波美度与比重换算	(235)
五、	相当于氧化亚铜重量的葡萄糖、果糖、乳糖、转化糖重量表	(236)
六、	乳稠计读数变为温度 15°C 时的度数换算表	(243)
七、	乳稠计读数变为温度 20°C 时的度数换算表	(244)
八、	酒精计温度浓度换算表	(245)
九、	原子量表 (1973年)	(259)
十、	常用对数表	(261)

第一章 总 则

一、本书所采用的名词系根据统一规定或现在通用的名词。

二、本书所用的温度均以摄氏($^{\circ}\text{C}$)计算。常温系指 $15\sim 25^{\circ}\text{C}$,微温系指 $30\sim 40^{\circ}\text{C}$ 。

三、本书所用的度量衡系根据国家规定采用公制。

四、本书中使用的水,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离子交换水。

五、工作中所用的砝码、滴定管、移液管、容量瓶均须按国家有关规定及规程进行校正。吸量管(刻度吸管)如须分刻度使用,除按照规定进行校正外,还须分刻度进行校正,使用时操作方法必须与规定校正方法相同。

六、液体的滴,以蒸馏水在 20°C 时自标准滴管流下的一滴为标准,在常温下每毫升相当20滴。

七、配制溶液的要求

1. 配制溶液的试剂及所用的溶剂

(1) 配制标准溶液或一般提取用溶剂可用化学纯。

(2) 配制微量物质的标准溶液时所用的试剂纯度应在分析纯以上。

(3) 作为标定当量标准溶液或克分子标准溶液浓度用的试剂纯度应为基准级或优级纯。

(4) 一般试剂可用化学纯,如遇试剂空白较高时,则需用更纯的试剂。

(5) 溶液未指明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

(6) 用过的有机溶剂可进行处理,回收使用,但其质量要求应符合规定。

(7) 所配制的碱性溶液,除另有规定外,须贮存于具橡皮塞的玻璃瓶中。

2. 溶液的浓度

(1) 容量百分比溶液($\%$, V/V),系指溶液100毫升中含有溶质若干毫升。

(2) 重量容量百分比溶液($\%$, W/V),系指溶液100毫升中含溶质若干克。一般百分浓度溶液即指 W/V 比。

(3) 溶液的比例浓度,系指液体溶质体积与溶剂体积的比。例如1:4硫酸,是指1个体积的硫酸与4个体积的水相混合而成的溶液。

八、采样要求

采样时必须注意样品的代表性,采样数量亦应尽可能反映该食品的卫生质量,一般不得少于检验需要量的三倍,供检验、复验与备查用。

1. 外地调入的食品应结合运货单、兽医卫生人员证明、商品检验机关或卫生部门的化验单,了解起运日期、来源地点、数量、品质及包装情况。如在工厂、仓库或商店采样时,应了解食品的批号、制造日期、厂方化验记录及现场卫生状况。同时应注意食品的运输、保管条件,外观、包装容器情况。

2. 液体、半流体饮食品如植物油、鲜乳、酒或其它饮料用大桶装或大罐装者，应先行充分混匀后再采样，取样量为0.5~1升。

3. 粮食及固体食品应自每批食品的上、中、下三层各部分，分别采取部分样品混合后按四分法对角取样，再进行几次混合，最后取有代表性样品0.5~1公斤。

4. 肉类、水产等食品应分别采取不同部位的样品混合，取样量为0.5~1公斤。

5. 罐头食品或其它小包装食品，应根据批号随机取样。同一批号取样件数，250克以上的包装不得少于2个，250克以下的包装应为2~5个。

6. 记录采样单位、地址、日期、样品批号、采样条件、包装情况及数量，以及检验目的。

九、检验项目

食品检验包括感官检查、理化检验及细菌检验三大项，如送检样品感官检查已不符合规定或已腐败变质，可不必再进行理化检验。

十、方法的选择

本书收载的检验方法，系各地卫生防疫站实际采用可行的方法，同一检验项目，有的列入两个或两个以上的方法，根据各地不同的条件，可以选择使用，但以甲法作为标准方法。某些项目尚未规定标准的，所列的检验方法仅供参考。

十一、检验的有关要求

1. 称量精密度的一般要求：

称量的精密度应根据算法则取方法中最低有效数字相同的位数或多一位。

(1) 称量：如说明“精密称定”须用万分之一分析天平称量；标定当量标准溶液或克分子标准溶液浓度时，基准物的称量应有四位有效数字；水分、灰分等的称量应称准至毫克量；微量物质标准溶液的配制，应有三位有效数字。

(2) 称量如未说明“精密称定”一般10克以下可用千分之一扭力天平称量，10克以上可用一般架盘药物天平称量。

(3) 溶液量取如注明精密吸取或精密量取时用移液管吸取，或用滴定管滴加，或用刻度吸管加入。

2. 测定某一项目含量时，须分别称量作平行试验，平行试验误差符合要求时，应取平均值，否则须重复进行测定。

3. 测定结果一般以下列四种形式表示：

(1) 百分含量(%)：每百克(或每百毫升)中所含的克数。

(2) 千分含量：每公斤(或每升)中所含的克数。

(3) 百万分含量即ppm：每公斤(或每升)中所含毫克数，或每克(或每毫升)中所含微克数。

(4) 十亿分含量即ppb：每公斤(或每升)中所含微克数，或每克(或每毫升)中所含毫微克数。

十二、样品存放应尽可能保持其原状，易变食品尤应注意妥善保存，检验结论后仍应保留一定时间以备需要时复验。

十三、样品的预处理，一般可视样品的具体状况与检验要求照常法处理，例如有的

样品可按常法冲洗后晾去水滴。检验取样一般皆系取可食部分，以鲜样计算。

十四、检验应随时作详细记录，有关检验结果的数据处理参见本书附录实验数据统计处理部分。

第二章 一般成分分析法

第一节 比 重

比重系指一物质的重量与同体积同温度纯水重量的比值,用 γ 表示。各物质在一定温度下均有一定比重,纯度变更比重即随同改变,因此测定比重可以作为检查物质纯杂程度的参考。我国标准温度为 20°C ,因此一般比重系指 20°C 时即 γ_{20}^{20} ,或与水 4°C 时相比即 γ_{4}^{20} 。

一、比重瓶法

如要求精确度高或仅有少量样品时可选用此法。

(一) 仪器

比重管或比重瓶或附温度计的比重瓶,如图2—1。

(二) 操作方法

取洁净干燥精密称定重量的比重瓶,装满样品后,置 20°C 水浴中浸半小时,使内容物的温度达到 20°C ,盖上瓶盖,并用细滤纸条吸去支管标线上的样品,盖好小帽,取出,用滤纸将比重瓶外擦干,置天平室内半小时后称重,然后将样品倒出,洗净比重瓶,装满水,再按上法测得同一温度的水重。

计算:

$$\gamma_{20}^{20} = \frac{W_2 - W_0}{W_1 - W_0}$$

式中: W_0 ——比重瓶重量,克;

W_1 ——比重瓶和水的重量,克;

W_2 ——比重瓶和样品的重量,克。

注: ① 测定时注意瓶内不要有气泡。

② 调节温度时不能低于天平室内温度,否则样品将溢出。

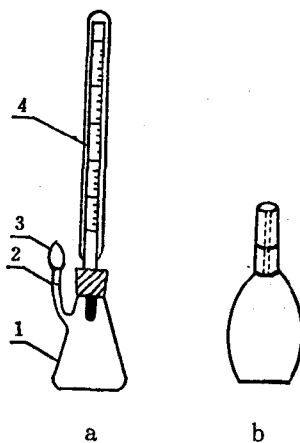


图 2—1

1—比重瓶; 2—支管标线; 3—支管上小帽; 4—附温度计的瓶盖

二、比重计法

有大量样品而不要求十分精确的结果时,可采用此法,操作简便迅速。

(一) 仪器

比重计: 上部细管中有刻度标签示比重读数, 下端球形内部装汞或铅块。将比重计沉入样品中可直接读出比重。

(二) 操作方法

测定时, 先将比重计洗净擦干, 缓缓沉入欲测的样品中, 待其静止后, 再轻轻按下少许, 然后待其上升, 静止后, 从水平处观察其与液面相交处的刻度, 即为样品的比

重。同时测定样品的温度。

注：比重计放入后，勿使碰及容器的四周和底部。

第二节 水分

食品的水分一般是指在100°C左右或在减压情况下加热后所失去的物质，但实际上在此温度下所失去的是挥发性物质的总量，而不完全是水。有的食品中如水分含量较多时，往往容易发生潮解使其变质，因此在此类食品中水分的含量都有一定的规定。

一、直接干燥法

(一) 试剂

1. 6N盐酸：取盐酸100毫升，加水至200毫升。

2. 6N氢氧化钠溶液：取氢氧化钠24克，加水溶解至100毫升。

3. 海砂：取海砂或河砂先用6N盐酸煮沸半小时，用水洗净后，再用6N氢氧化钠溶液煮沸半小时，用水洗净，105°C干燥后备用。如无海砂可用石棉或玻璃碎末代替。

(二) 操作方法

1. 固体样品：可取洁净铝制或玻璃制的扁形称量瓶，置于100~105°C干燥箱中，瓶盖斜支于瓶边，加热半小时，取出盖好置干燥器内冷却半小时，称重。将切碎或磨碎的样品2~10克，放入此称量瓶中，样品厚度约为5毫米。加盖，精密称重，置100~105°C干燥箱中，瓶盖斜支于瓶边干燥4小时后盖好取出，放干燥器内冷却半小时后称重。然后再放入100~105°C干燥箱中1小时左右，取出，放干燥器内冷却称重。至前后两次相差不超过2毫克即认为恒重。

2. 半固体或液体样品：取洁净的蒸发皿，内加海砂约10克及小玻棒一根，置100~105°C干燥箱中半小时后取出，放干燥器内冷却半小时称重，然后精密称取5~10克样品于蒸发皿中，用小玻棒搅匀放在沸水浴上蒸干，并随时搅拌，擦去皿底的水滴，置100~105°C干燥箱中4小时，以下自“取出，放干燥器内……”起，按固体样品操作。

计算：

$$\text{水分}(\%) = \frac{W_1 - W_2}{W_1 - W_3} \times 100$$

式中： W_1 ——称量瓶（或蒸发皿加海砂、玻棒）和样品重量，克；

W_2 ——称量瓶（或蒸发皿加海砂、玻棒）和样品干燥后重量，克；

W_3 ——称量瓶（或蒸发皿加海砂、玻棒）重量，克。

二、减压干燥法

适用于在100~105°C时易分解的食品，如糖类、味精等。

与直接干燥法基本相同，但以真空干燥箱代替普通干燥箱。将需干燥的样品与称量瓶或皿放入，将干燥箱连接水泵或真空泵，抽出干燥箱内空气至所需压力（一般为300~400毫米水银柱），并同时加热至所需温度（50~60°C）。关上通泵的活塞，停止抽气，使干燥箱内保持一定的温度与压力，经一定时间后，打开活塞，使空气缓缓流入，

至干燥箱内的压力恢复正常时再打开，取出称量瓶放干燥器中半小时后称重，并重复以上操作至恒重。

计算：与直接干燥法同。

三、蒸馏法

适用于含挥发性物质较多的食品，如油脂、香辛料等。

(一) 原理

食品中的水分与甲苯（或二甲苯）共同蒸出，收集馏出液于接收管内，根据体积计算含量。

(二) 试剂

甲苯或二甲苯：取甲苯或二甲苯，先以水饱和后，分去水层，进行蒸馏，收集馏出液备用。

(三) 仪器

水分测定器：如图2—2。

(四) 操作方法

称取样品适量（估计含水2~5毫升）放入250毫升烧瓶中，加入新蒸馏的甲苯（或二甲苯）75毫升，连接冷凝管与接收管，从冷凝管顶注入甲苯，装满受器的管部。加热慢慢蒸馏，使每秒钟得馏出液2滴，待大部分水分蒸出后，加速蒸馏约每秒钟4滴，当水分全部蒸出后，接收管内水的体积不再增加时，从冷凝管顶端加入甲苯冲洗，如冷凝管壁附有水珠，可用附有小橡皮头的铜丝擦下，再蒸馏片刻，至接收管上部及冷凝管壁无水珠附着为止，读取接收管水层的容量。

计算：

$$\text{水分}(\%) = \frac{V}{W} \times 100$$

式中：V——接收管内水的体积，毫升；

W——样品重量；克。

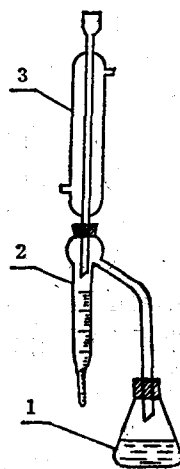


图 2—2

1—250 毫升锥形瓶；2—水分接收管，管上有刻度；3—冷凝管

第三节 灰 分

一、原理

食品经灼烧后所留的无机物质称为灰分。若食品中灰分过高时，往往表示食品受到污染，影响了质量，因此在某些食品中对灰分的含量有一定的规定。灰分系用灼烧重量法测定。

二、操作方法

取大小适宜的瓷坩埚置高温炉中，在600°C以下灼烧半小时，冷至200°C以下后，取出放入干燥器中冷却半小时精密称重，然后放入固体样品2~3克或液体5~10克精密称重，液体须先放沸水浴上蒸干。先以小火加热使样品充分炭化至无烟，然后置高温炉中在550~600°C灼烧至为白色灰分，冷却至200°C以下后，取出放入干燥器中冷却半小时称重，再重复灼烧称重至前后两次相差不超0.5毫克即认为恒重。

计算：

$$\text{灰分(\%)} = \frac{W_1 - W_2}{W_3 - W_2} \times 100$$

式中： W_1 ——坩埚和灰分重量，克；

W_2 ——坩埚重量，克；

W_3 ——坩埚和样品重量，克。

注：① 灼烧温度不能超过600°C，否则钾、钠、氯等易挥发造成误差。

② 第一次灼烧后，如中间仍有炭粒，可加少许水使已灰化物质溶解，而未灰化物质露出表面，蒸干后再灼烧。

③ 炭化时若发生膨胀，可滴加橄榄油数滴。

第四节 蛋白质

蛋白质在体内有构成新生组织及修补组织的用途及制造体内氧化还原所必需的酶和激素等生命基础物质的作用。食品中蛋白质的多少，不仅表示食品的质量也关系着人体的健康，在含蛋白质的食品中其含量都有一定的规定。

一、全量法

(一) 原理

蛋白质是含有一定量氮的有机化合物，食品经加硫酸消化使蛋白质分解，分解的氮与硫酸化合成硫酸铵，然后碱化进行蒸馏使氨游离，用硼酸吸收后再以硫酸或盐酸溶液滴定，根据酸消耗量乘以一定的系数，即为蛋白质含量。

(二) 试剂

1. 硫酸铜。
2. 硫酸钾。
3. 硫酸。
4. 2%硼酸溶液。
5. 混合指示液：0.2%甲基红乙醇溶液1份与0.2%溴甲酚绿乙醇溶液5份临用时混合。
6. 40%氢氧化钠溶液。
7. 0.1N硫酸标准溶液或0.1N盐酸标准溶液。

(三) 仪器

仪器装置如图2—3。

(四) 操作方法

精密称取固体样品0.2~2克, 半固体样品2~5克, 吸取液体样品10~20毫升(约相当氮30~40毫克), 小心移入干燥的500毫升定氮瓶中, 然后加入硫酸铜0.5克、硫酸钾10克及硫酸20毫升, 稍摇匀后于瓶口放一小漏斗, 将瓶以45°的角度斜支于有小圆孔的石棉网上。小心加热, 待内容物全部炭化, 泡沫完全停止后, 加强火力, 并保持瓶内液体微沸, 至液体呈蓝绿色澄清透明后, 再继续加热半小时, 放冷, 小心加入水200毫升, 再放冷, 连接在已准备好的蒸馏装置上, 瓶口塞紧, 冷凝管下端插入接收瓶液面下, 接收瓶内盛有2%硼酸溶液50毫升及混合指示液2~3滴。放松节流夹, 通过漏斗倒入40%氢氧化钠溶液70~80毫升, 并振摇定氮瓶, 至瓶内内容物转为深蓝色或产生黑色沉淀, 再倒入水100毫升, 夹紧节流夹, 加热蒸馏, 至氨被完全蒸出(馏出液约250毫升即可)。停止加热前, 先将接收瓶放下少许使冷凝管下端离开液面, 再蒸馏1分钟, 然后停止加热, 并用少量水冲洗冷凝管下端的外部, 取下接收瓶, 以0.1N硫酸标准溶液或0.1N盐酸标准溶液滴至灰色即为终点。同时做试剂空白试验。

计算:

$$\text{蛋白质}(\%) = \frac{(V_1 - V_2)N \times 0.014}{W} \times F \times 100$$

式中: V_1 ——样品消耗硫酸或盐酸标准溶液的体积, 毫升;

V_2 ——试剂空白消耗硫酸或盐酸标准溶液的体积, 毫升;

N ——硫酸或盐酸标准溶液的浓度;

0.014——1N硫酸或盐酸标准溶液1毫升相当氮的克数;

F ——氮换算为蛋白质的因数。蛋白质中氮的含量为15~17.6%, 一般按16%计算, 因此氮乘以6.25即为蛋白质。乳制品为6.38, 面粉为5.70, 玉米、荞麦为6.00, 花生为5.50, 米为5.95, 大豆及其制品为5.71;

W ——样品重量(或体积), 克(毫升)。

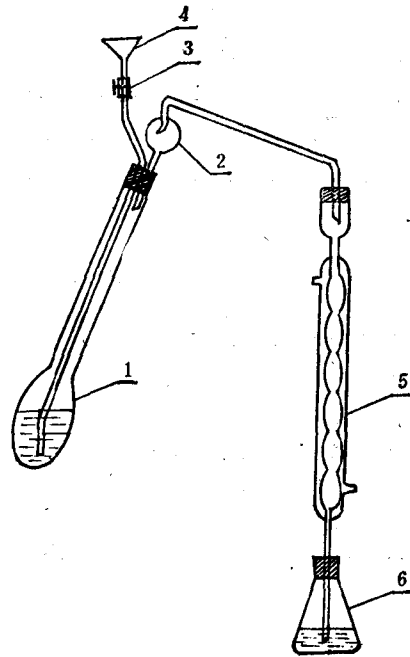


图 2—3

- 1—500毫升定氮瓶; 2—定氮蒸馏球; 3—节流夹;
4—漏斗(倒碱液用); 5—冷凝管;
6—接收瓶(500毫升锥形瓶)

二、微量法

(一) 原理

同全量法。

(二) 试剂

0.05N硫酸标准溶液或0.05N盐酸标准溶液。其余试剂同全量法。

(三) 仪器

仪器装置如图2—4。

(四) 操作方法

自“精密称取固体样品……”至“再继续加热半小时”按全量法操作，放冷，小心将瓶内容物移至100毫升容量瓶中，并用少量水洗定氮瓶，洗液并入容量瓶中，再加水至刻度，混匀。向接收瓶加入2%硼酸溶液10毫升及混合指示剂1滴，并使冷凝管下端插入液面下。煮沸水蒸汽发生器内的水。精密吸取上述稀释液10毫升由小玻璃杯倒入反应室内，并以水10毫升洗涤小玻璃杯使流入反应室，塞紧小玻璃杯的棒状玻璃塞，将40%氢氧化钠溶液8毫升倒入小玻璃杯，提起玻塞使其流入反应室，立刻将玻塞盖紧，并加水于小玻璃杯以防漏气，夹紧螺旋夹7，开始蒸馏，蒸汽通入反应室使氨通过冷凝管而入接收瓶内，蒸馏10分钟，移动接收瓶，使冷凝管下端离开液面，再蒸馏1分钟，然后用少量水冲洗冷凝管下端外部。取下接收瓶以0.05N硫酸或盐酸标准溶液滴至灰色即为终点，同时做试剂空白试验。

计算：

$$\text{蛋白质}(\%) = \frac{(V_1 - V_2) \times N \times 0.014}{W \times \frac{10}{100}} \times F \times 100$$

式中： V_1 、 V_2 、 N 、 F 、 W 同全量法。

- 注：① 消化时如不易得澄清溶液，可将定氮瓶放冷后，缓缓加入30%过氧化氢2~3毫升，促进氧化。
- ② 混合指示剂在碱性溶液中呈绿色，中性溶液中呈灰色，酸性溶液中呈红色。如无溴甲酚绿亦可单独使用0.1%甲基红乙醇溶液。
- ③ 吸收液可用0.1N硫酸或盐酸标准溶液代替硼酸溶液，过剩的酸液用0.1N氢氧化钠标准溶液滴定。计算时， V_1 为试剂空白消耗氢氧化钠标准溶液毫升数， V_2 为样品消耗氢氧化钠标准溶液毫升数， N 为氢氧化钠标准溶液浓度，其余均相同。
- ④ 氨是否蒸馏完全，可以用pH试纸试馏出液是否为碱性。

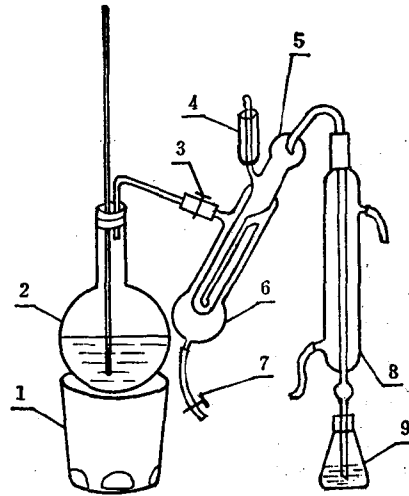


图 2—4

1—电炉； 2—水蒸汽发生器（2升平底烧瓶）； 3—螺旋夹； 4—小玻璃杯及棒状玻璃塞； 5—反应室； 6—反应室外层； 7—橡皮管及螺旋夹； 8—冷凝管； 9—蒸馏液接收瓶