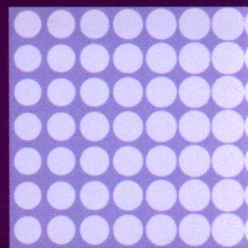
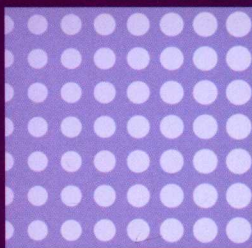
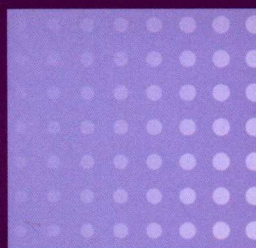




普通高等教育农业部“十二五”规划教材

食品分析实验

张国文 胡秋辉 主编



 中国农业出版社

普通高等教育农业部“十二五”规划教材

食品分析实验

张国文 胡秋辉 主编

中国农业出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

食品分析实验 / 张国文, 胡秋辉主编. —北京:
中国农业出版社, 2016. 10
普通高等教育农业部“十二五”规划教材
ISBN 978-7-109-22175-8

I. ①食… II. ①张… ②胡… 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 (2016) 第 232681 号

中国农业出版社出版

(北京市朝阳区麦子店街 18 号楼)

(邮政编码 100125)

策划编辑 王芳芳

文字编辑 宋美仙

北京万友印刷有限公司印刷 新华书店北京发行所发行

2017 年 1 月第 1 版 2017 年 1 月北京第 1 次印刷

开本: 787mm×1092mm 1/16 印张: 13

字数: 305 千字

定价: 27.00 元

(凡本版图书出现印刷、装订错误, 请向出版社发行部调换)

内 容 简 介

本实验教材参考教育部专业教学指导委员会制订的培养方案,引用最新国家标准中的检测方法;精选了食品感官检验及物理检验,营养成分、功能成分、食品添加剂、食品中有毒有害成分及违禁添加物等常用质量指标测定的实验,其中既有经典、实用的常规实验方法,也有先进的仪器分析方法。有较强的实用性和先进性。本教材重在训练学生全面而系统地进行食品分析检测实验的动手能力,培养学生分析问题和解决问题的能力,同时设计了一些设计性和创新性实验,对学生的知识和能力进行综合培养。

本教材适合高等院校食品科学与工程、食品质量与安全、食品营养与检验等相关专业的本、专科生使用,也可供食品卫生检验、食品质量监督以及各类食品企事业单位的有关技术人员参考。

编写人员名单

- 主 编** 张国文（南昌大学）
胡秋辉（南京财经大学）
- 副主编** 赵立艳（南京农业大学）
欧阳崇学（南昌大学）
- 编 者** （以姓氏笔画为序）
石 燕（南昌大学）
石晶盈（山东农业大学）
石嘉恂（南京财经大学）
代春华（江苏大学）
朱俊玲（山西农业大学）
李道敏（河南科技大学）
崔国庭（河南科技大学）
潘军辉（南昌大学）

前 言

食品工业在我国国民经济中占有极其重要的地位，随着经济的发展和人们生活水平的提高，人们不仅要求食品营养丰富、美味可口，而且要求卫生、健康，食品的质量与安全越来越受到全社会的广泛关注。食品分析是食品工业健康发展的有力保障，是广大消费者保护自身利益和有关部门进行科学管理的重要手段之一，通过对食品生产中的原料、辅料、半成品和成品等进行检验，保证和监督食品的质量与安全。随着科学技术的发展，食品分析在食品工业和人们的生活中将发挥越来越重要的作用。

本教材是普通高等教育农业部“十二五”规划教材，由众多经验丰富的教师在长期一线教学实践和研究的基础上，根据多年积累的经验以及专家组审定的教学大纲，结合国情、生产、科研和轻工食品类院校的实际，将经典、实用的常规实验方法与现代先进的仪器分析方法结合起来，并搜集了一些国内外有关食品分析与检验的资料编写而成，在编写过程中编者尤其注意到内容的系统性、科学性、先进性、新颖性和实用性。

本教材包括食品分析实验的基本知识、食品分析中的感官检验及物理检验法、食品酸度的测定、食品中营养成分的测定、食品中功能成分的测定、食品添加剂的测定、食品中有毒有害物质的测定、食品中违禁添加物的检测以及设计性与创新性实验等内容，共包含 55 个食品分析实验及 3 个综合创新性实验。

本教材包括 9 章实验内容和 9 个附录，由张国文、胡秋辉任主编，赵立艳、欧阳崇学任副主编。参加编写的有：山东农业大学石晶盈（第一章），山西农业大学朱俊玲（第二章），江苏大学代春华（第三章），南昌大学张国文、欧阳崇学（第四章），南京财经大学石嘉悻（第五章），南昌大学石燕（第六章），河南科技大学李道敏、崔国庭（第七章），南京财经大学胡秋辉和南京农业大学赵立艳（第八章），南昌大学欧阳崇学（第九章），南昌大学潘军辉（附录）。全书最后由张国文统稿、修改和定稿。

在本教材的编写中参阅了许多资料，难以一一鸣谢，编者在此对这些资料的作者一并表示衷心的感谢。

由于时间和编者水平所限，不当之处敬请读者批评指正。

编 者

2015 年 11 月

目 录

前言

第一章 食品分析实验的基本知识	1
第一节 食品分析实验室的安全与管理	1
一、食品分析实验室安全与防护知识	1
二、食品分析实验室的管理	3
第二节 食品分析中的基本要求	3
一、蒸馏水的要求	3
二、试剂的要求	3
三、一般器皿的要求	4
第三节 常用试剂配制及标定	4
一、常用试剂	4
二、物质浓度的表示	4
三、几种常用试剂的配制与标定	5
第四节 实验数据处理与方法评价	8
一、有效数字	8
二、可疑数据的取舍	9
三、实验数据的记录和结果表达	11
四、实验方法的评价	12
五、思考题	14
第二章 食品分析中的感官检验及物理检验法	15
实验一 果酱风味综合评价实验	15
实验二 三点检验法评定碳酸饮料的风味差别	17
实验三 糖果的排序实验	19
实验四 液态食品相对密度的测定	21
方法一 密度瓶法	21
方法二 密度计法	22
实验五 旋转黏度计法测定液态食品的黏度	24
实验六 折光法测定饮料中的可溶性固形物含量	26
实验七 旋光法测定味精纯度	30

第三章 食品酸度的测定	32
实验一 食品中总酸度的测定	32
方法一 酸碱滴定法	32
方法二 电位滴定法	34
实验二 食品中有效酸度的测定	36
实验三 食品中有机酸的分离与测定	37
第四章 食品中营养成分的测定	40
实验一 食品中水分的测定	40
方法一 直接干燥法	40
方法二 蒸馏法	41
方法三 红外快速检测法	43
实验二 食品中水分活度的测定	44
实验三 食品中灰分的测定	45
实验四 食品中氯化钠的测定	46
实验五 食品中还原糖的测定	49
方法一 直接滴定法	49
方法二 高锰酸钾滴定法	52
实验六 食品中蔗糖的测定	54
实验七 植物类食品中粗纤维的测定	56
实验八 食品中蛋白质的测定	57
实验九 食品中氨基酸态氮的测定	60
实验十 食品中脂肪的测定	62
方法一 索氏抽提法	62
方法二 酸水解法	64
实验十一 油脂中脂肪酸组成的测定	65
实验十二 食品中抗坏血酸的测定	67
方法一 2,6-二氯靛酚滴定法	67
方法二 荧光分光光度法	69
实验十三 原子吸收光谱法测定食品中的锌	71
实验十四 氢化物原子荧光光谱法测定食品中的硒	73
第五章 食品中功能成分的测定	76
实验一 枸杞子多糖的测定	76
实验二 大豆低聚糖中水苏糖和棉子糖的测定	78
实验三 大豆寡肽的测定	80

实验四	鱼油制品中二十碳五烯酸 (EPA) 和二十二碳六烯酸 (DHA) 的测定	83
实验五	葛根粉中总黄酮的测定	86
实验六	茶叶中儿茶素的测定	87
实验七	保健食品中超氧化物歧化酶 (SOD) 活性的测定	90
第六章	食品添加剂的测定	93
实验一	食品中亚硝酸盐的测定	93
实验二	气相色谱法测定食品中的甜蜜素	94
实验三	气相色谱法测定食品中的苯甲酸和山梨酸	96
实验四	高效液相色谱法测定植物油中的抗氧化剂二丁基羟基甲苯	98
实验五	薄层色谱法测定食品中的合成着色剂	99
实验六	盐酸副玫瑰苯胺比色法测定食品中的亚硫酸盐	102
第七章	食品中有毒有害物质的测定	106
实验一	银盐法测定食品中的砷	106
实验二	食品中铅的测定	110
方法一	二硫脲比色法	110
方法二	石墨炉原子吸收光谱法	113
实验三	石墨炉原子吸收光谱法测定食品中的镉	116
实验四	食品中有机磷农药残留量的测定	119
实验五	蔬菜、水果中氨基甲酸酯类农药的快速检测	121
实验六	水产品中氯霉素残留量的测定	124
实验七	ELISA 试剂盒法检测食品中的黄曲霉毒素 B ₁	126
实验八	食品中苯并 (a) 芘的测定	128
实验九	食品中丙烯酰胺的测定	130
实验十	食品中反式脂肪酸的测定	133
实验十一	食品中塑化剂邻苯二甲酸酯的测定	135
第八章	食品中违禁添加物的检测	138
实验一	面粉中吊白块的检测	138
实验二	水发食品中甲醛的检测	140
实验三	乳制品中三聚氰胺的检测	141
实验四	蜂蜜掺假的检测	143
实验五	肉制品中盐酸克仑特罗的检测	144
实验六	食品中苏丹红染料的检测	146
实验七	食品中硼酸和硼砂的检测	149
第九章	设计性与创新性实验	152
实验一	方便面的品质检验	152

实验二 几种不同豆类食品中钙（或铁、钾、磷）含量的分析与比较	153
实验三 创新性实验	153
附录	155
附录一 相对原子质量表	155
附录二 常用化合物的相对分子质量表	158
附录三 仪器洗涤方法与常用洗涤剂	160
一、洗涤仪器的一般步骤	160
二、洗涤剂及使用范围	160
三、砂芯玻璃滤器的洗涤	160
四、玻璃仪器的干燥	161
五、几种常用的洗涤液及其配方和使用方法	161
六、特殊要求的洗涤方法	163
附录四 常用缓冲溶液的配制	163
附录五 三点检验法检验表	169
附录六 相对密度和酒精浓度对照表	170
附录七 酒精度与温度校正表	175
附录八 可溶性固形物温度校正表	190
附录九 20℃折射率与可溶性固形物含量换算表	191
参考文献	193

第一章 食品分析实验的基本知识

第一节 食品分析实验室的安全与管理

食品分析实验室是食品分析课程教学中实践教学的重要场所，除了应达到一般教学实验室所应具备的基本要求之外，还应满足食品分析所具备的一些特殊要求。

一、食品分析实验室安全与防护知识

实验室的安全是头等大事，凡是进入实验室工作的人员，包括教师、实验员、学生等，都必须有高度的安全意识，严格遵守操作规程和规章制度，保持高度警惕，以避免事故发生。

1. 实验室危险性种类

(1) 易燃、易爆危险。食品分析实验室内往往存有易燃和易爆化学药品、高压气体钢瓶、低温液化气瓶。另外，实验室还经常进行高压灭菌、蒸馏、浓缩等操作，如果没有遵守安全操作规定或操作不当，则有可能导致安全事故发生。

(2) 有毒气体危险。在食品分析实验中，经常用到各种有机溶剂，有些试剂是具有挥发性的有毒、有害试剂。在实验过程中也可能产生有毒气体和腐蚀性气体，如不注意，均可能引起中毒。

(3) 机械伤害危险。食品分析实验中经常涉及连接管道、安装玻璃仪器、接触运转中的设备等操作，操作者一疏忽便容易导致事故发生。

(4) 触电危险。实验室经常接触电器设备，必须时刻注意用电安全。

(5) 其他危险。涉及放射性、微波辐射、电磁、电场的工作场所应有适当的防护措施，以防止对人造成伤害或污染环境。

2. 实验室通用安全守则

(1) 了解实验室安全用具放置的位置和水、电阀门的位置及使用方法，熟悉各种安全用具（如灭火器、沙桶等）的使用方法，不得随意搬动安全用具。

(2) 电器设备使用前应检查是否漏电，常用仪器外壳应接地。使用电器时，人体与电器导电部分不能直接接触，也不能用湿手、湿物接触电源。水、电、气等一经使用完毕立即关闭。

(3) 实验进行时，不得擅自离开岗位，也不准将外来人员带入实验室。实验室内所有药品不得带出室外。

(4) 绝对禁止在实验室内饮食、吸烟，或把食具带进实验室。实验完毕，必须洗净双手。

(5) 实验室中的水、电、气使用完毕，应立即关闭开关。点燃的火柴用后要立即熄灭，不得乱扔。

(6) 对实验室中化学药品的管理,要严格按照实验要求执行,绝对不允许随意混合各种化学药品,以免发生事故。

(7) 实验室中应配备必要的防护眼镜,防止电弧光等强光的直接照射或配制化学药品时发生爆炸而伤害眼睛。

(8) 不要俯向瓶口去嗅放出的气体。检查气味时面部应远离容器,用手把离开容器的气流慢慢扇向自己的鼻孔。

(9) 产生刺激性或有毒气体的实验必须在通风橱内进行,并对有害气体进行吸收处理后,再进行排放。

(10) 在进行金属汞实验时,不要在实验室内对汞加热,不得将汞洒落,一旦洒落必须尽可能收集起来,并用硫黄粉覆盖在洒落的地方,使之变成难挥发的硫化汞。

(11) 使用剧毒药品时,必须至少有两人同时在场。取用时应登记用量、用途及使用人等。

3. 常见的实验室事故急救和处理

(1) 实验室灭火。实验室发生火灾虽然比较少,但一旦发生就会对实验室仪器设备和人身安全造成损害。为了减少火灾带来的损失,必须充分认识火灾的危险性,重视掌握灭火方法和逃生技巧,并能熟练使用灭火器材,将火灾损失控制在最低程度。实验室灭火的原则是: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,应采取不同的扑救方法。

① 防止火势蔓延,首先切断电源,熄灭所有加热设备,快速移去附近的可燃物质,关闭通风装置,减少空气流通。

② 立即扑灭火焰,设法隔绝空气,使温度下降到可燃物的着火点以下。

③ 火势较大时,可用灭火器扑救。目前常用的灭火器有泡沫灭火器,适用于扑救木材、棉、麻等引起的火灾,也能扑救石油制品、油脂等引起的火灾,但不能扑救水溶性可燃、易燃液体如醇、酯、醚、酮等物质引起的火灾;二氧化碳灭火器,适用于扑救 600V 以下电气设备、精密仪器、图书、档案引起的火灾,以及范围不大的油类、气体和一些不能用水扑救的物质引起的火灾;干粉灭火器,适用于扑救可燃液体、气体、电气引起的火灾以及不宜用水扑救的火灾;1211 灭火器,适用于扑救易燃、可燃液体、气体以及带电设备引起的火灾,也能对固体物质表面火灾进行扑救(如竹、纸、织物等),尤其适用于扑救精密仪表、计算机、珍贵文物以及贵重物资仓库等发生的火灾,还能扑救飞机、汽车、轮船、宾馆等场所的初起火灾。

用水冷却灭火是最常用的方法,水的热容比其他物质大,使 1 kg 水的温度上升 1℃ 需要 4 186.6 J 的热量。水的缺点是其具有导电性,不宜扑救带电设备引起的火灾,不能扑救遇水燃烧物质和非水溶性燃烧液体引起的火灾。另外,水与高温盐液接触会发生爆炸,这些都是用水灭火时需要注意的问题。

(2) 化学危险品灼伤及中毒的急救。化学危险品事故现场急救,一方面要防止烧伤和中毒程度继续加深,另一方面要使患者维持呼吸、循环功能。这是两条最为重要的现场救治原则。

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,要立即离开现场,将中毒者转移至空气新鲜处,报警或送医院急救。

② 强酸、强碱灼伤。受到硫酸、盐酸、硝酸伤害时,应立即用大量水冲洗,然后用 2%

碳酸氢钠溶液冲洗患部；受到氢氧化钠、氢氧化钾溶液伤害时，迅速用大量水冲洗，再用2%稀乙酸溶液或2%硼酸溶液充分洗涤伤处。遇有衣服粘连在皮肤上，切忌撕开或揭开，以防破坏皮肤组织，先用大量水冲洗后再送医院由医生处理。

二、食品分析实验室的管理

食品分析涉及食品安全性检测、食品中营养组分的检测、食品品质分析等方面的内容。实验内容多，危险性大。因此，为保障食品分析实验室的规范化、合理化运行，食品分析实验室的管理工作应引起高度重视。

① 食品分析实验室应配备专职的实验人员，负责实验室的日常管理、教学实验的安排和费用开支。

② 实验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、使用与维护等知识，能开出教学大纲要求的全部实验，并能指导学生的课外科技创新活动实验。

③ 实验室应有完善的规章制度，包括实验室工作守则，实验室安全、防火、卫生守则，实验室物品管理规定，仪器使用说明等，并有相应的责任人。

④ 提高实验室综合使用效率。实验室应对单位内开放、对全体学生开放、对社会开放，使之成为教学、科研、实习的重要基地。

第二节 食品分析中的基本要求

一、蒸馏水的要求

一般分析项目中，用蒸馏水。但普通蒸馏水中含有 CO_2 、挥发酸、氨、微量金属离子等，因此进行高灵敏度的微量测定时往往需要将蒸馏水进行特殊处理，可用硬质全玻璃蒸馏器重蒸一次或用离子交换纯水器处理，即得到高纯度的纯水（如超纯水、去离子水）。

二、试剂的要求

食品分析中所用试剂主要分为以下几类：

① 一级为优级纯（优质纯），代号为 GR，标签为绿色。主要用于精密的科学研究分析实验。食品分析实验中作为标定标准浓度溶液用的试剂纯度应为优级纯，和基准试剂（JZ）作用差不多，基准试剂相当或高于优级纯试剂。

② 二级为分析纯，代号为 AR，标签为红色。用于一般科学研究和分析实验。在食品分析中应用最普遍。配制微量物质的标准溶液时，所用的试剂纯度应在分析纯及以上。

③ 三级为化学纯，代号为 CP，标签为蓝色。用于要求较高的无机和有机化学实验，或要求不高的分析检验。如配制普通溶液或一般提取用的溶剂，可用化学纯。

④ 四级为实验试剂，代号为 LR，标签为中黄色。纯度较低，分析中很少使用。

另外还有供特殊需要的试剂，如分光纯（UV）、光谱纯（SP）、色谱纯（GC 和 LC）、生物试剂（BR）等。

三、一般器皿的要求

食品分析离不开各种器皿，实验时所需的器皿可根据要求选用。一般的软质玻璃有较强的吸附力，会将待测溶液中某些离子吸附而引起离子浓度变化。有些玻璃器皿耐酸不耐碱，强碱溶液会腐蚀玻璃。有些试剂对玻璃侵蚀性强，需用塑料瓶贮存（如过氧化氢）；有些试剂要求避光，需要选用棕色瓶贮存等。器皿必须洁净，否则会造成误差。这是微量分析中极其重要的问题。

第三节 常用试剂配制及标定

一、常用试剂

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。乙醇除特别注明外，系指 95% 的乙醇。实验用水除特别注明外，均应符合 GB/T 6682 规定的二级水规格或使用蒸馏水。常用的酸碱试剂有盐酸、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。常用的市售酸碱试剂见表 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 (ρ)/ (g/mL)	质量分数 (w)/%	物质的量浓度 (c_B)/(mol/L)
硫酸	H ₂ SO ₄	98.80	1.84 (约)	96~98	18.0
盐酸	HCl	36.46	1.19 (约)	36~38	12.0
硝酸	HNO ₃	63.01	1.42 (约)	65~68	16.0
高氯酸	HClO ₄	100.46	1.67	70	12.0
磷酸	H ₃ PO ₄	98.00	1.69	85	15.0
冰乙酸	CH ₃ COOH	60.05	1.05 (约)	99	17.0
乙酸	CH ₃ COOH	60.05	1.04	36	6.3
甲酸	HCOOH	46.02	1.20	90	23.0
氨水	NH ₃ ·H ₂ O	17.03	0.90 (约)	25~28	15.0

二、物质浓度的表示

混合物中或溶液中某物质的含量通常有以下几种表示方法，可用于试剂的浓度或分析结果的表达。

1. 质量分数 质量分数是指溶质的质量与溶液的质量之比，可用符号 w_B 表示，B 代表

溶质。如 $w_{\text{HCl}}=37\%$ ，表示 100g 溶液中含有 37g 氯化氢。如果分子和分母的质量单位不同，则质量分数应加上单位，如 mg/g、 $\mu\text{g/g}$ 等。

2. 体积分数 体积分数是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 φ_{B} 表示，B 代表溶质。如 $\varphi_{\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}}=70\%$ ，表示 100mL 溶液中含有 70mL 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 ρ_{B} 表示，B 代表溶质。如 $\rho_{\text{NaOH}}=10\text{g}/100\text{mL}$ ，表示 100mL 溶液中含有 10g 氢氧化钠。当浓度很稀时，可用 mg/L、 $\mu\text{g/L}$ 、ng/L 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 代表溶质的基本单元。如 $c_{\text{H}_2\text{SO}_4}=1\text{mol/L}$ ，表示 1 L 溶液中含有 1mol 硫酸。

5. 比例浓度 比例浓度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 7 体积正丁醇、1 体积氨水和 2 体积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 $T_{\text{S/X}}$ 表示，S 和 X 分别代表标准溶液和待测物质的化学式。如 $T_{\text{HCl}/\text{Na}_2\text{CO}_3}=0.005\,316\text{g/mL}$ ，表示 1mL 盐酸标准溶液相当于 0.005 316g 碳酸钠。

《中华人民共和国计量法》规定，我国采用国际单位制。国家计量局于 1984 年 6 月 9 日颁布了《中华人民共和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应采用中华人民共和国法定计量单位、法定的名称及其符号（表 1-2）。

表 1-2 食品分析中常用的量及其单位的名称和符号

量的名称	英文	单位	单位符号
质量	mass	千克	kg
体积	volume	立方米	m^3
物质的量	amount of substance	摩尔	mol
摩尔质量	molar mass	千克每摩尔	kg/mol
摩尔体积	molar volume	立方米每摩尔	m^3/mol
溶质 B 的质量摩尔浓度	molality of solute B	摩尔每千克	mol/kg
溶质 B 的物质的量浓度	amount of substance concentration of B	摩尔每升	mol/L
质量分数	mass fraction	—	%
质量浓度	mass concentration	克每升	g/L
体积分数	volume fraction	—	%
滴定度	titer	克每毫升	g/mL
密度	density	千克每立方米	kg/m^3

三、几种常用试剂的配制与标定

1. 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, 溶于 100mL 水中, 振荡摇匀, 使之溶解成饱和溶液, 冷却后置于聚乙烯容器中, 密闭放置至溶液清亮, 备用。

② 氢氧化钠溶液 ($c_{\text{NaOH}}=1\text{mol/L}$)。吸取 56mL 澄清的氢氧化钠饱和溶液, 加适量新煮沸的冷水至 1 000mL, 摇匀。

③ 氢氧化钠溶液 ($c_{\text{NaOH}}=0.1\text{mol/L}$)。吸取 5.6mL 澄清的氢氧化钠饱和溶液, 加适量新煮沸的冷水至 1 000mL, 摇匀。

④ 酚酞指示剂 (10g/L)。称取酚酞 1g 溶于适量乙醇中, 再稀释至 100mL。

(2) 氢氧化钠标准溶液的标定。准确称取约 6g 在 105~110℃ 烘至恒量的基准邻苯二甲酸氢钾, 加入 80 L 新煮沸的冷水, 加 2 滴酚酞指示剂 (10g/L), 用配制好的 1mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定至呈粉红色, 30 s 不褪色, 做 3 次平行试验, 并做试剂空白试验。

(3) 结果计算。

$$c_{\text{NaOH}} = \frac{m \times 1000}{(V_1 - V_2) \times M_{\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4}} \quad (1-1)$$

式中: c_{NaOH} ——氢氧化钠标准溶液的实际浓度, mol/L;

m ——基准邻苯二甲酸氢钾的质量, g;

V_1 ——实际消耗氢氧化钠标准溶液的体积, mL;

V_2 ——空白试验消耗氢氧化钠标准溶液的体积, mL;

$M_{\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4}$ ——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量, $M_{\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4}=204.2\text{g/mol}$ 。

2. 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 ($c_{\text{HCl}}=1\text{mol/L}$)。量取 90mL 盐酸, 加适量水并稀释至 1 000mL。

② 盐酸溶液 ($c_{\text{HCl}}=0.1\text{mol/L}$)。量取 9mL 盐酸, 加适量水并稀释至 1 000mL。

③ 溴甲酚绿-甲基红混合指示剂。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。准确称取 1.5g 在 270~300℃ 灼烧至恒量的基准无水碳酸钠, 加 50mL 水使之溶解, 再加 10 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示剂, 用配好的 $c_{\text{HCl}}=1\text{mol/L}$ 盐酸标准溶液滴定溶液由绿色变为紫红色后, 煮沸 2min, 冷却后继续滴定至溶液呈暗红色。做 3 次平行试验, 并做试剂空白试验。

标定 $c_{\text{HCl}}=0.1\text{mol/L}$ 的盐酸标准溶液时, 准确称取基准无水碳酸钠 0.15g, 操作步骤同上。

(3) 结果计算。

$$c_{\text{HCl}} = \frac{m \times 1000}{(V_1 - V_2) \times M_{1/2\text{Na}_2\text{CO}_3}} \quad (1-2)$$

式中: c_{HCl} ——盐酸标准溶液的实际浓度, mol/L;

m ——基准无水碳酸钠的质量, g;

V_1 ——实际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;

$M_{1/2\text{Na}_2\text{CO}_3}$ —— $1/2\text{Na}_2\text{CO}_3$ 的摩尔质量, $M_{1/2\text{Na}_2\text{CO}_3}=53.0\text{g/mol}$ 。

3. 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 ($c_{1/2H_2SO_4} = 1\text{mol/L}$)。量取 30mL 硫酸, 缓缓注入适量水中, 冷却至室温后用水稀释至 1 000mL, 混匀。

② 硫酸溶液 ($c_{1/2H_2SO_4} = 0.1\text{mol/L}$)。量取 3mL 硫酸, 缓缓注入适量水中, 冷却至室温后用水稀释至 1 000mL, 混匀。

(2) 硫酸标准溶液的标定。用基准试剂无水碳酸钠标定, 操作步骤同盐酸标准溶液的标定。

4. 硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定

(1) 硫代硫酸钠溶液 ($c_{Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O} = 0.1\text{mol/L}$) 的配制。称取 26g $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ 及 0.2g 碳酸钠加入适量新煮沸过的冷水中使之溶解, 并稀释至 1 000mL, 放置两周后过滤备用。

(2) 硫代硫酸钠标准溶液的标定。准确称取 0.15g 于 120℃ 烘至恒量的基准重铬酸钾, 置于碘量瓶中, 加 25mL 水溶解, 加 2g 碘化钾及 20mL 20% 硫酸溶液, 摇匀, 于暗处放置 10min 后加入 150mL 水, 用配好的硫代硫酸钠标准溶液滴定至呈浅黄绿色, 加入 3mL 5g/L 的淀粉指示剂, 继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色。平行试验 3 次, 并做试剂空白试验。

(3) 结果计算。

$$c_{Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O} = \frac{m \times 1000}{(V_1 - V_2) \times M_{1/6K_2Cr_2O_7}} \quad (1-3)$$

式中: $c_{Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O}$ ——硫代硫酸钠标准溶液的实际浓度, mol/L;

m ——基准重铬酸钾的质量, g;

V_1 ——实际消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL;

V_2 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL;

$M_{1/6K_2Cr_2O_7}$ —— $1/6K_2Cr_2O_7$ 的摩尔质量, $M_{1/6K_2Cr_2O_7} = 49.03\text{g/mol}$ 。

5. 高锰酸钾标准溶液的配制与标定

(1) 高锰酸钾标准溶液 ($c_{1/5KMnO_4} = 0.1\text{mol/L}$) 的配制。称取 3.3g 高锰酸钾, 加 1 000mL 水, 煮沸 15min, 加塞静置 2d 以上, 用垂融漏斗过滤, 置于具玻璃塞的棕色瓶中密封保存。

(2) 高锰酸钾标准溶液的标定。准确称取 0.2g 在 110℃ 干燥至恒量的基准草酸钠于锥形瓶中, 加入 250mL 新煮沸过的冷水和 10mL 硫酸, 搅拌使之溶解。迅速加入约 25mL 高锰酸钾标准溶液, 待其褪色后, 加热至 65℃, 继续用高锰酸钾标准溶液滴定至微红色, 保持 30s 不褪色, 即为滴定终点。平行试验 3 次, 并做试剂空白试验。

(3) 结果计算。

$$c_{1/5KMnO_4} = \frac{m \times 1000}{(V_1 - V_2) \times M_{1/2Na_2C_2O_4}} \quad (1-4)$$

式中: $c_{1/5KMnO_4}$ ——高锰酸钾标准溶液的实际浓度, mol/L;

m ——基准草酸钠的质量, g;

V_1 ——实际消耗高锰酸钾标准溶液的体积, mL;

V_2 ——空白试验消耗高锰酸钾标准溶液的体积, mL;

$M_{1/2Na_2C_2O_4}$ —— $1/2Na_2C_2O_4$ 的摩尔质量, $M_{1/2Na_2C_2O_4} = 67.0\text{g/mol}$ 。

6. 碘标准溶液的配制与标定

(1) 碘标准溶液 ($c_{1/2I_2} = 0.1\text{mol/L}$) 的配制。称取 13.5g 碘, 加 36g 碘化钾、50mL