

Food

A Series of Food Science
& Technology Textbooks

食品科技
系列

普通高等教育“十二五”规划教材

教育部高等学校轻工与食品学科教学指导委员会推荐教材



食品分析实验

第二版

王启军 主 编

戚穗坚 吴晓萍 副主编

张水华 主 审



化学工业出版社

Food



普通高等教育“十二五”规划教材

教育部高等学校轻工与食品学科教学指导委员会推荐教材



化学工业出版社

·北京·

图书在版编目 (CIP) 数据

食品分析实验/王启军主编. —2 版. —北京: 化学工业出版社, 2010. 11

普通高等教育“十二五”规划教材 教育部高等学校轻工与食品学科教学指导委员会推荐教材

ISBN 978-7-122-09570-1

I. 食… II. 王… III. ①食品分析-高等学校-教材②食品检验-高等学校-教材 IV. TS207.3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2010) 第 189815 号

责任编辑: 赵玉清
责任校对: 边 涛

文字编辑: 张春娥
装帧设计: 尹琳琳

出版发行: 化学工业出版社 (北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

印 刷: 北京云浩印刷有限责任公司

装 订: 三河市宇新装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张 11 字数 267 千字 2011 年 2 月北京第 2 版第 1 次印刷

购书咨询: 010 64518888(传真: 010 64519686) 售后服务: 010 64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书, 如有缺损质量问题, 本社销售中心负责调换。

定 价: 19.00 元

版权所有 违者必究

第二版前言

近年来在国内外出现的食品安全事件，特别是我国曾发生的重大食品安全事件严重损害了消费者的生命健康，侵犯了公民的人身财产安全权，使食品行业在国内外遭遇到很大的信任危机，在一段时间内也严重影响了我国食品领域的国际贸易。同时，这也反映了目前社会上有较多的食品行业从业人员缺乏应有的职业道德，要求我们一方面要加强食品安全重要性的教育及普及，另一方面也要加强食品安全的监督与管理。为了应对该形势发展的需要，我们于2010年对“普通高等教育‘十五’国家级规划教材”——《食品分析》在原书的基础上进行了修订再版，对原书中较陈旧的内容进行了删减，同时引入了近年来食品领域出现的新概念及新技术等。

《食品分析实验》作为“普通高等教育‘十五’国家级规划教材”——《食品分析》的配套教材，自出版以来，受到学生及教师的广泛好评，并于2009年5月份被定为教育部高等学校轻工与食品学科教学指导委员会推荐教材。为了更好地服务于读者，同时也是为了适应近年来食品领域发展的需要，配合社会加强食品安全教育，在继续保持第一版教材实用精炼的特色上，该书还主要在5方面进行了改版。第一，添加了原书中疏漏的内容，也删减了陈旧的内容；第二，部分实验推出了相应的视频，便于读者更好地理解 and 掌握实验技能；第三，增大了食品中有害物质检测的比重；第四，增加了“保健食品中功能成分的检测”及“掺伪食品的检测”两章内容，使的知识层次更加完善；第五，书中的检测技术兼顾基础技能及前沿检测技术。

本书可供高等学校轻工食品类、食品质量与安全、商品检验、农副产品加工以及粮油加工等专业或方向作为《食品分析》课程的配套教材，也可供食品卫生检验、食品质量监督以及其他各类食品企业等单位的有关技术人员参考。

参加本书编写的人员有：王启军、高建华、戚穗坚、杨继国、李铁（华南理工大学）；吴晓萍、蒋志红（广东海洋大学）和任仙娥（广西工学院）。其中，由王启军任主编，戚穗坚、吴晓萍任副主编。全书由张水华教授主审。

本书在编写过程中得到了许多同仁的支持和帮助，特别是化学工业出版社编辑对该书的编写提出了诸多宝贵的意见，在此一并致谢。

限于编者的水平及时间关系，书中的不妥及错误之处在所难免，恳请读者批评指正。

编者

2010. 10

第一版前言

《食品分析实验》作为“普通高等教育‘十五’国家级规划教材”——《食品分析》的配套用书，在许多同行老师和专家的关心和帮助下，在化工出版社的大力支持下，终于出版发行。《食品分析实验》过去一直由各校自行编印讲义，到目前为止，尚未见有正式出版的实验教材。自《食品分析》教材出版后，我们感到有必要出版一本与之配套的实验教材，因为《食品分析》是一门实践性很强的课程，实验教学是其中重要的环节之一。

本教材主要是在我校《食品分析实验》多年讲义的基础上扩展补充而成，其中许多内容也是长期的教学实践经验总结。教材中大量引用了最新国家标准中的检测方法，有较强的实用性和先进性。鉴于各校的实验条件和仪器设备配置的差异，本实验教材中既有经典、实用的常规实验方法，也有较先进的仪器分析方法，供各校根据自己的实际情况和教学大纲要求选开其中的实验。在《食品分析》课程教学结构中，实验部分一般占一个学分（32学时左右）。

本书可供高等学校轻工食品类，食品质量与安全，商品检验，农副产品加工，粮油加工等专业作为《食品分析》课程的配套，也可供食品卫生检验，食品质量监督，各类食品企业等单位的有关技术人员参考。

本书由张水华任主编，参加编写的有：张水华（第一、二、七、八章）；高建华（第二、三、四、六章）；林福兰（第三、四、五、八章）；王启军，任仙娥（第六章）。

本书在编写过程中得到了许多同志的支持和帮助，华南理工大学轻工与食品学院的罗文和杨丽为本书的文字、图表处理做了许多工作，在此一并致谢。

限于编者的水平及时间关系，书中的不妥及错误之处，恳请读者批评指正。

编者

2005年8月

目 录

第一章	食品分析实验的基本知识	1
第一节	食品分析实验室的基本要求	1
第二节	实验室安全及防护知识	1
第三节	常用试剂配制与标定	3
第二章	食品分析中的物理检验法	7
实验一	液态食品相对密度的测定	7
实验二	折光法在食品分析中的应用	9
实验三	旋光法在食品分析中的应用	11
实验四	旋转黏度计法测定液态食品的黏度	14
第三章	食品中一般成分含量的测定	16
实验一	食品中水分活度值的测定	16
实验二	食品中总灰分含量的测定	21
实验三	食品中总酸的测定	24
实验四	食品中氨基酸总量测定	28
实验五	索氏抽提法测定大豆粗脂肪含量	30
实验六	直接滴定法测定食品中还原糖含量	32
实验七	凯氏定氮法测定食品中蛋白质含量	36
实验八	食品中维生素 C 含量的测定	39
实验九	纸色谱法测定食品中胡萝卜素含量	43
第四章	食品添加剂含量的检测	46
实验一	薄层色谱法半定量测量糖精钠含量	46
实验二	气相色谱法测定苯甲酸、山梨酸含量	49
实验三	硝酸盐、亚硝酸盐含量的检测	51
实验四	食品中合成色素的测定	57
实验五	亚硫酸盐及 SO_2 含量的检测	62
实验六	气相色谱法检测抗氧化剂 BHA、BHT 的含量	66
第五章	食品中有害物质含量的检测	69
实验一	食品中有机磷农药残留量的检测	69
实验二	酶联免疫吸附法检测对虾中的氯霉素残留	73
实验三	酶联免疫吸附法检测鲜河豚鱼中的河豚毒素	76
实验四	石墨炉原子吸收光谱法测定食品中限量元素镉	79
实验五	肉制品中苯并 [a] 芘的测定方法	82
实验六	食品中丙烯酰胺的检测	86
实验七	反式脂肪酸的检测	89
实验八	水产品中组胺的检测	92

实验九	挥发性盐基氮的检测	94
实验十	分子水平检测食品中的病原微生物	96
实验十一	食品塑料包装材料中氯乙烯单体的检测	99
实验十二	水发食品中甲醛含量检测	101
实验十三	奶制品中三聚氰胺的检测	104
实验十四	食品中苏丹红染料的测定	107
实验十五	面粉中吊白块的检测	110
实验十六	食品中放射性物质的检测	112
实验十七	转基因大豆的测定	115
第六章	保健食品中功能成分的检测	119
实验一	大豆寡肽的含量测定	119
实验二	赖氨酸的测定	121
实验三	牛磺酸的检测	123
实验四	大豆低聚糖中水苏糖和棉子糖的检测	126
实验五	海水鱼中功能性油脂成分 EPA 和 DHA 的检测	128
实验六	食品中大豆异黄酮的检测	130
实验七	双歧杆菌活菌数目的检测	132
第七章	掺伪食品的检测	134
实验一	奶粉掺伪的检测	134
实验二	蜂蜜中掺假的检测	137
实验三	油脂掺伪的检测	139
第八章	综合训练实验	145
实验一	食用植物油品质检验	145
实验二	麦芽质量指标的测定	152
实验三	牛乳的品质测定	158
参考文献		167

第一章 食品分析实验的基本知识

第一节 食品分析实验室的基本要求

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、食品分析实验室的实验教学条件要求

根据专业实验教学的特点,食品分析实验室除了从事食品分析实验教学之外,还应能具备从事以现行国家标准以及地方、行业、企业等标准规定的检验方法对食品的质量、安全进行分析评价,并且承担科研、课外科技创新活动以及综合性、设计性实验等任务。按照教学需要,应将实验室分设为化学分析室、若干功能仪器分析室、药品室以及预备室等。

1. 化学分析室

① 化学分析室应具备采光良好、排风好,上下水通畅,具有容纳一次可满足 15~30 人实验教学的场地,每个学生应独立占有一套基本仪器设备,实验台桌可以是单边的也可以是双边的,每人所占实验台桌宽度不小于 600mm、长度不小于 1000mm,两实验台桌之间的距离不应小于 1300mm。

② 化学分析室内应设有充足的洗水池和水龙头,并设有通风橱(柜)、排气扇和各种电源插座。

2. 精密仪器室

仪器室可根据仪器的功能以及精密程度设立若干功能室,例如气相色谱室、高压液相色谱室、光学分析仪器室、原子吸收仪器室等。要求具有防震、防潮、防腐蚀、防尘和防有害、易燃、易爆气体等特点。温度应保持在 15~30℃,湿度在 65%~75%。仪器台应稳固,具有稳压的独立电源。

二、食品分析实验室的管理

食品分析实验室应配备有专职的实验人员,负责实验室的日常管理和教学实验的开出。

① 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、使用和维护等知识;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。

② 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”、“实验室物质管理规定”、“仪器使用说明”等,并有相应的责任人和管理条例。

③ 实验室应逐步实行对单位内开放、对全体学生开放以及对社会开放,不断提高综合使用效率,使成为教学、科研、实习的重要人才培养基地。

第二节 实验室安全及防护知识

实验室的安全是头等大事,凡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。

一、实验室危险性种类

1. 易燃、易爆危险

实验室内往往存有易燃和易爆化学危险品、高压气体钢瓶、低温液化气瓶等，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是操作不当，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，经常使用到各种有机溶剂，有些试剂是具有挥发性的有毒、有害试剂，另外，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

分析实验中经常涉及安装玻璃仪器、连接管道、接触运转中的设备等因素，操作者疏忽大意或思想不集中是导致事故发生的主要原因。

4. 触电危险

实验室经常接触电气设备，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。

二、实验室通用安全守则

为保障实验室人身及设备仪器安全，遵守下列安全守则是必要的。

1. 实验室人员必须熟悉仪器、设备的性能和使用方法，按规定要求进行操作。

2. 凡进行有危险性的实验，实验人员应先检查防护措施，确证防护妥当后，才可进行操作。实验过程中操作人员不得擅自离开，实验完成后立即做好清理工作，并作出记录。

3. 凡涉及有毒或有刺激性气体发生的实验，均应在通风橱内进行，并做好个人防护，不得把头部伸进通风橱内。

4. 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、冰醋酸等，取用时尽可能佩戴橡皮手套和防护眼镜，瓶口不要直接对着人，禁用裸手直接拿取上述物品。开启有毒气体容器时应戴防毒面具。

5. 不使用无标签（或标志）容器盛放的试剂、试样。

6. 实验中产生的有毒、有害废液、废物应集中处理，不得任意排放或流入下水道。酸、碱或有毒物品溅落时，应及时清理及除毒。

7. 严格遵守安全用电规程，不使用绝缘不良或接地不良的电气设备，不准擅自拆修电器。

8. 安装可能发生破裂的玻璃仪器时，要用布巾包裹。往玻璃管上套橡皮管时，管口应烧圆滑，并用水或甘油润滑，防止玻璃管破裂伤手。

9. 实验完毕，实验人员应养成洗手离开的习惯。实验室内禁止吸烟和存放食物、食具（食品感官鉴评实验室例外）。

10. 实验室应配备消防器材，实验人员要熟悉其使用方法并掌握有关灭火知识。

11. 实验结束，人员离开前要检查水、电、燃气和门窗，确保安全，并作好登记。

三、常见的实验室事故急救和处理

1. 实验室灭火

实验室发生火灾危险的可能性很大，万一发生火灾，切忌惊慌失措，在拨打 119 报警电话的同时，如能在火灾发生的初期采取适当措施，可以将损失大大减小。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。常用的灭火器有：二氧化碳灭火器，用以扑救电器、油类和酸类火灾，不能扑救钾、钠、镁、铝等物质火灾；泡沫灭火器，适用于有机溶剂、油类着火，不宜扑救电器火灾；干粉灭火器，适用于扑灭油类、有机物、遇水燃烧物质的火灾；1211 灭火器，适用于扑救油类、有机溶剂、精密仪器、文物档案等火灾。

水是最常用的灭火物质，但在下列情况下应注意：能与水发生剧烈作用的物质失火时，不能用水灭火；比水轻，不溶于水的易燃与可燃液体着火时，不能用水灭火；电气设备及电线着火时，首先用四氯化碳灭火剂灭火，电源切断后才能用水扑救。严禁在未切断电源前用水或泡沫灭火剂扑救。

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，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% 的小苏打水冲洗患部；受到 NaOH、KOH 溶液伤害时，迅速用大量水冲洗，再用 2% 稀醋酸或 2% 硼酸充分洗涤伤处。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，先大量冲水后再送医院由医生处理。

3. 触电的急救

遇到人身触电事故时，必须保持冷静，立即拉下电闸断电，或用木棍将电源线拨离触电者。千万不要徒手或在脚底无绝缘体的情况下去拉触电者。如人在高处，要防止切断电源后把人摔伤。脱离电源后，检查伤员呼吸和心跳情况，若呼吸停止，要立即进行人工呼吸，并报警呼救。

第三节 常用试剂配制与标定

一、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，均符合 GB/T 6682 规定的二级水规格或蒸馏水。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。

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 (%) 系指溶质的质量与溶液的质量之比，可用符号 ω_B 表示，B 代表溶

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(ω) /%	物质的量浓度 (c_B)/(mol/L)
硫酸	H ₂ SO ₄	98.8	1.84(约)	96~98	18
盐酸	HCl	36.46	1.19(约)	36~38	12
硝酸	HNO ₃	63.01	1.42(约)	65~68	16
磷酸	H ₃ PO ₄	98.00	1.69	85	15
冰醋酸	CH ₃ COOH	60.05	1.05(约)	99	17
乙酸	CH ₃ COOH	60.05	1.04	36	6.3
氨水	NH ₃ ·H ₂ O	17.03	0.9(约)	25~28	15

质。如 $\omega_{\text{HCl}}=37\%$ ，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(%) 系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 $\phi_{\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}}=80\%$ ，表示 100mL 溶液中含有 80mL 无水乙醇。

(3) 质量浓度(g/L) 系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 $\rho_{\text{NaOH}}=10\text{g/L}$ ，指 1L 溶液中含有 10g 氢氧化钠； $\rho_{\text{NaOH}}=10\text{g}/100\text{mL}$ ，指 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(mol/L) 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 1L 溶液中含有 1mol H₂SO₄。

(5) 比例浓度 系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(g/mL) 系指 1mL 标准溶液相当于被测物的质量，可用 $T_{S/X}$ 表示，S 和 X 分别代表标准溶液和待测物质的化学式。如 $T_{\text{HCl}/\text{Na}_2\text{CO}_3}=0.005316\text{g/mL}$ ，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，国家采用国际单位制。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。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其单位的名称和符号

量的名称	英 文	单 位	单位符号
物质的量	amount of substance	摩尔	mol
质量	mass	千克	kg
体积	volume	立方米	m ³
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
B 的物质的量浓度	amount-of-substance concentration of B	摩尔每立方米	mol/m ³
质量分数	mass fraction	—	%
质量浓度	mass concentration	千克每立方米	kg/m ³
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
相对原子质量	relative atomic mass	—	—
相对分子质量	relative molecular mass	—	—

三、几种常用试剂的配制与标定

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 1000mL。

(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 1000mL。

(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

(1) 标定步骤 准确称取 1.5g 左右的在 270~300℃干燥至恒重的基准无水碳酸钠, 加 50mL 水使之溶解, 再加 10 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示剂, 用 $c_{\text{HCl}}=1\text{mol/L}$ 的盐酸溶液滴定至溶液由绿色转变为紫红色, 煮沸 2min, 冷却至室温, 继续滴定至溶液由绿色变为暗紫色。做三个平行试验, 同时做试剂空白。

标定 $c_{\text{HCl}}=0.1\text{mol/L}$ 的盐酸溶液时, 步骤同上, 但基准物无水碳酸钠的量变为 0.15g。

(2) 结果计算

$$c = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.0530} \quad (1-1)$$

式中, c 为盐酸标准滴定溶液的实际浓度, mol/L; m 为基准无水碳酸钠的质量, g; V_1 为样品消耗盐酸标准溶液的体积, mL; V_2 为空白试验消耗盐酸标准溶液的体积, mL; 0.0530 为 $\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{CO}_3$ 的毫摩质量, g/mmol。

3. 硫酸标准溶液的配制

(1) 硫酸溶液 ($c_{\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4}=1\text{mol/L}$) 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 ($c_{\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4}=0.1\text{mol/L}$) 量取 3mL 硫酸, 如上步骤操作。

4. 硫酸标准溶液的标定

用基准试剂无水碳酸钠标定, 操作步骤及计算同盐酸标准溶液的标定。

5. 氢氧化钠标准溶液的配制

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

(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 1000mL, 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, 其余同上步骤。

(4) 酚酞指示剂 称取酚酞 1g 溶于适量乙醇中再稀释至 100mL。

6. 氢氧化钠标准溶液的标定

(1) 标定步骤 准确称取约 6g 在 105~110℃干燥至恒重的基准邻苯二甲酸氢钾, 加 80mL 新煮沸过的冷水, 使之尽量溶解, 加 2 滴酚酞指示剂, 用 $c_{\text{NaOH}}=1\text{mol/L}$ 的氢氧化钠溶液滴定至溶液呈粉红色, 0.5min 不褪色。平行试验三次, 并做试剂空白。

标定 $c_{\text{NaOH}}=0.1\text{mol/L}$ 的氢氧化钠溶液时, 步骤同上, 但基准邻苯二甲酸氢钾的量改为 0.6g。

(2) 结果计算

$$c = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.2042} \quad (1-2)$$

式中, c 为氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L; m 为基准邻苯二甲酸氢钾的质量, g; V_1 为氢氧化钠标准溶液的用量, mL; V_2 为空白试验中氢氧化钠标准溶液的用量, mL; 0.2042 为 $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ 的毫摩质量, g/mmol。

7. 高锰酸钾标准溶液的配制

高锰酸钾溶液 ($c_{\frac{1}{5}\text{KMnO}_4} = 0.1\text{mol/L}$): 称取约 3.3g 高锰酸钾, 加 1000mL 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塞保存。

8. 高锰酸钾标准溶液的标定

(1) 标定步骤 准确称取约 0.2g 在 110℃ 干燥至恒重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 高锰酸钾溶液, 待其褪色后, 加热至 65℃, 继续用高锰酸钾溶液滴定至微红色, 保持 0.5min 不褪色, 即为终点。平行试验三次, 同时做空白试验。

(2) 结果计算

$$c = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.0670} \quad (1-3)$$

式中, c 为高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度, mol/L; m 为基准草酸钠的质量, g; V_1 为实际消耗 KMnO_4 标准滴定溶液的体积, mL; V_2 为空白消耗标准滴定溶液的体积, mL; 0.0670 为 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 的毫摩质量, g/mmol。

9. 硫代硫酸钠标准溶液的配制

硫代硫酸钠溶液 ($c_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} = 0.1\text{mol/L}$): 称取 26g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 及 0.2g 碳酸钠加入适量新煮沸过的冷水使之溶解, 并稀释至 1000mL, 放置一个月后过滤备用。

10. 硫代硫酸钠标准溶液的标定

(1) 标定步骤 准确称取约 0.15g 在 120℃ 干燥至恒重的基准 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, 置于 500mL 碘量瓶中, 加入 50mL 水使之溶解。加入 2g KI 固体, 轻轻振摇使之溶解。再加入 20mL 硫酸 (1+8), 密塞, 摇匀, 放置暗处 10min 后用 250mL 水稀释。用硫代硫酸钠标准溶液滴定至呈浅黄绿色, 加入 3mL 5% 淀粉指示液, 继续滴定至蓝色变为亮绿色即为终点。平行试验三次, 并做空白。

(2) 结果计算

$$c = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.04903} \quad (1-4)$$

式中, c 为硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L; m 为基准重铬酸钾的质量, g; V_1 为硫代硫酸钠标准溶液用量, mL; V_2 为空白试验中硫代硫酸钠标准溶液用量, mL; 0.04903 为 $\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 的毫摩质量, g/mmol。

四、思考题

1. 食品分析实验室若不按规程操作则常会发生哪些危险?
2. 只有气体才有摩尔体积吗?
3. 质量浓度与密度有什么区别?
4. 标准溶液配制与标定的意义是什么?

(王启军)

第二章 食品分析中的物理检验法



实验一 液态食品相对密度的测定

一、目的与要求

1. 学习测定液态食品相对密度的各种方法。
2. 掌握各种相对密度计的使用方法。

二、实验原理

采用密度瓶法、相对密度天平法以及相对密度计法测定液体试样的相对密度。

三、仪器

密度瓶、韦氏相对密度天平、相对密度计、专用相对密度计（如波美计、糖锤度计、乳稠计、酒精计等）。

四、实验步骤

1. 密度瓶法

取洁净、干燥、准确称量的密度瓶（图 2-1），装满试样后，置 20℃ 水浴中浸 0.5h，使内容物的温度达到 20℃，盖上瓶盖，并用细滤纸条吸去支管标线以上的试样，盖好小帽后取出，用滤纸条将密度瓶外擦干，置天平室内 0.5h，称量。再将试样倾出，洗净密度瓶，装满水，方法同上再称量。按下式计算该液态试样的相对密度。

$$d = \frac{M_2 - M_0}{M_1 - M_0} \quad (2-1)$$

式中， d 为试样在 20℃ 时的相对密度； M_0 为密度瓶的质量，g； M_1 为密度瓶加水的质量，g； M_2 为密度瓶加液体试样的质量，g。

2. 相对密度天平法

按图 2-2 装好韦氏天平，挂钩处挂上砝码，调节升降旋钮至适宜高度，旋转调零钮至两针吻合。取下砝码，挂上玻璃锤，在玻璃圆筒内加水至五分之四处，使玻璃锤沉于玻璃圆筒内，调节水温至 20℃（由玻璃锤内温度计指示温度），试放四种游码，使主横梁上两指针吻合，读数为 P_1 。然后将玻璃锤取出擦干，加待测试样于干净圆筒内，使玻璃锤浸入至以前相同的深度，保持试样温度在 20℃，试放四种游码，至横梁上两针吻合，记录读数为 P_2 。玻璃锤放入圆筒内时，勿使碰及圆筒四周及底部。按下式计算试样的密度及相对密度。

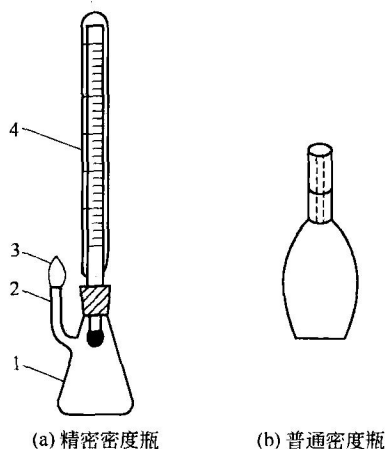


图 2-1 密度瓶

1—密度瓶；2—支管标线；3—支管上小帽；4—附温度计的瓶盖

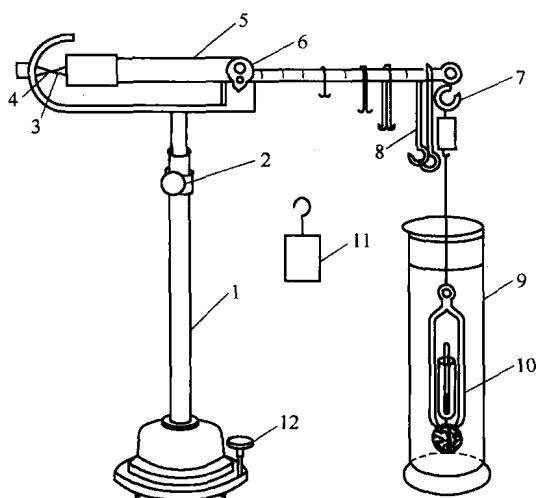


图 2-2 韦氏相对密度天平

1—支架；2—升降调节旋钮；3、4 指针；5—横梁；6—刀口；7—挂钩；
8—游码；9—玻璃圆筒；10—玻璃锤；11 砝码；12—调零旋钮

$$\rho_{20} = \frac{P_2}{P_1} \times \rho_0; d = \frac{P_2}{P_1} \quad (2-2)$$

式中， ρ_{20} 为试样在 20℃ 时的密度，g/mL； P_1 为浮锤浸入水中时游码的读数，g； P_2 为浮锤浸入试样中时游码的读数，g； ρ_0 为 20℃ 时蒸馏水的密度，g/mL； d 为试样的相对密度。

3. 相对密度法

将所选用的相对密度计（或专用密度计）洗净擦干，缓缓放入盛有待测液体试样的适当量筒中，勿使碰及容器四周及底部，保持试样温度在 20℃，待其静置后，再轻轻按下少许，然后使其自然上升，静置至无气泡冒出后，从水平位置观察与液面相交处的刻度，即为试样的相对密度。

五、注意事项

1. 测定中注入样液时不可产生气泡。

2. 使用密度瓶测定相对密度时，水浴中的水必须清洁干净，防止瓶外壁被污染。称量时天平室的温度不得高于 20℃，否则液体会膨胀流出。

（任仙娥）



实验二 折光法在食品分析中的应用

一、目的与要求

1. 学习测定物质折射率的方法。
2. 正确掌握手提折光计、阿贝折光计的使用。

二、实验原理

通过测量物质的折射率来鉴别物质的组成，确定物质的纯度、浓度及判断物质的品质。

三、仪器

手提折光计、阿贝折光计。

四、实验步骤

1. 手提折光计的使用

手提折光计常用于测定蔗糖的浓度，所测得的蔗糖浓度也称为折光锤度。手提折光计的测定范围通常为 0~80%，用两段刻度尺表示：0~50% 为一段；50%~80% 为另一段（用镜筒上的旋钮转换）。手提折光计的光路采用反射光。

使用时先打开照明棱镜盖板，用水洗净进光窗和折光棱镜，并用棉花或软布拭干。取样品溶液 1~2 滴于折光棱镜镜面上，合上盖板，将进光窗对向光源或明亮处，调节目镜光距至视野内刻度清晰，明暗分界线的读数即为折光锤度读数。

2. 阿贝折光计的使用

阿贝折光计较手提折光计精密，因装有色散补偿器，故明暗分界线清晰，可测定溶液或透明体的折射率或糖溶液的折光锤度。

(1) 校正 折光计在每次使用前，先用纯水进行校正。先打开两棱镜，用水洗净拭干，滴 1~2 滴蒸馏水于进光棱镜中央，闭合并锁紧后，调节反光镜，使两镜筒内视野最亮。由目镜观察，转动棱镜旋钮，使视野出现明暗两部分；转动色散补偿器，使视野中只有黑白两色；转动棱镜旋钮，使明暗分界线刚好在十字线交叉点上。从读数镜筒中读取折射率。

20℃ 时纯水的折射率为 1.33299，或可溶性固形物含量为 0。若校正时温度不是 20℃，应查出该温度下水的折射率值再进行校正，如表 2-1 所示。若示值不符，可先把示值旋至纯水折射率值处，然后调节分界线调节旋钮，使明暗分界线在十字线中心。校正完毕后，在以后的测定过程中调节旋钮不允许再动。

表 2-1 纯水在 10~30℃ 的折射率

温度/℃	纯水折射率	温度/℃	纯水折射率	温度/℃	纯水折射率
10	1.33371	17	1.33324	24	1.33263
11	1.33363	18	1.33316	25	1.33253
12	1.33359	19	1.33307	26	1.33242
13	1.33353	20	1.33299	27	1.33231
14	1.33346	21	1.33290	28	1.33220
15	1.33339	22	1.33281	29	1.33208
16	1.33332	23	1.33272	30	1.33196

对于刻度尺折射率较高部分，可用折射率一定的标准玻璃板校验。校验时，把进光棱镜打开，在标准玻璃板抛光面上加一滴溴化萘，使之粘在折射棱镜表面上，标准玻璃抛光的一

端向下，以接受光线。测得的折射率与标准玻璃板上的示值相一致，如有偏差，用上述同样方法校正。

(2) 测定 开始测定前，必须将进光棱镜和折射棱镜洗净拭干，以免留有其他物质影响测定准确度。然后把 1~2 滴待测溶液样品滴于进光棱镜的磨砂面上，迅速闭合锁紧，使试液成一均匀薄膜并充满视场，溶液中不得存有气泡。其余步骤同校正步骤，从读数镜筒中读取折射率或折光率值，记录测定时样品溶液的温度。测试完毕，用水洗净镜面并拭干。

五、注意事项

1. 折光棱镜为软质玻璃，注意防止刮划。

2. 阿贝折光仪也可在反射光中使用，此时尤适用于颜色较深的样品溶液测定。可通过调整反光镜，使光线从折射棱镜的侧孔进入。

3. 样品测定通常规定在 20℃ 时测定，如测定温度不是 20℃，可按实际的测定温度，查温度校正表进行校正。若室温在 10℃ 以下或 30℃ 以上时，一般不宜查表校正，可在棱镜周围通以恒温水流，使试样达到规定温度后再测定。

六、思考题

1. 折射率与哪些因素有关？测定折射率有什么意义？

2. 阿贝折光仪的工作原理是什么？

(任仙娥)