

普通高等教育“十一五”规划教材

食品分析实验

SHIPIN FENXI SHIYAN

刘杰 主编

张添 曾洁 副主编



207.3-33
0



化学工业出版社

普通高等教育“十一五”规划教材

食品分析实验

刘 杰 主编

张 添 曾 洁 副主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本教材参照国家有关法定标准方法,精选了食品营养成分、食品添加剂、食品中有毒有害成分及污染物等常用质量指标测定 28 个实验。实验方法原理包括重量法、滴定法、比色法等传统方法和气相色谱法、液相色谱法、原子吸收分光光度法、酶联免疫法等现代检测技术,实验内容重在训练学生全面而系统的食品分析检测实验动手能力,培养学生分析问题和解决问题的能力,因此该教材也是《食品分析》课程的延伸和拓展。

本教材可作为大专院校食品科学与工程、食品质量与安全专业或其他相关专业学生进行有关食品分析实验时的实验指导书或参考资料。

图书在版编目 (CIP) 数据

食品分析实验/刘杰主编. —北京: 化学工业出版社, 2009. 7

普通高等教育“十一五”规划教材

ISBN 978-7-122-05631-3

I. 食… II. 刘… III. ①食品分析②食品检验
IV. TS207. 3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2009) 第 077239 号

责任编辑: 赵玉清

文字编辑: 周 倜

责任校对: 吴 静

装帧设计: 王晓宇

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 装: 三河市延风印装厂

720mm×1000mm 1/16 印张 7 1/4 字数 131 千字 2009 年 8 月北京第 1 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: 15.00 元

版权所有 违者必究

前 言

《食品分析实验》是一门培养学生动手能力、获得有效实验数据、保证食品检测质量的食物专业实验课程，作为《食品分析》课堂教学内容的补充，对学生理解食品分析方法的原理和提高动手能力大有好处。自 1983 年无锡轻工业学院（江南大学的前身）食品分析专业第一次开设此课程以来，每年都在实验教学内容、教学方法等方面进行更新和完善，经过许多教师的不断完善和补充，逐渐形成系统、科学、先进、有效、开拓的鲜明特色。为做到分析方法和实验技能的结合，传统和现代仪器分析方法的结合，国家标准方法和实用工厂方法的结合，选修与必修内容的结合，在参考国家最新食品分析标准方法和其他实验书籍的基础上，我们根据江南大学原有实验讲义，并与国内多所食品院校联合编写了本书。考虑到食品分析课程结构中实验教学部分一般在 32 学时左右，各校实验室检测条件和仪器配置情况不同，我们安排了 28 个实验，供各校根据自己的实际情况选择开设。在内容上，不但介绍各种食品分析的方法和原理，也在实验技能上给学生指导；在形式上，采用提出问题和注意点的方式，让学生在动手的同时动脑。

本书编写人员长期从事食品分析的实践教学，具有丰富的食品理化分析实践教学能力和动手操作能力。由刘杰（江南大学）任主编，张添（江南大学）、曾洁（河南科技学院）任副主编。参与本书编写的还有：河南科技学院高海燕，中国药科大学杨志萍，西北农林大学赵旭博，郑州轻工业学院章银良等。

尽管本书以使用二十多年的实验讲义为基础，成书过程仍难免存有疏漏或不足之处，恳请读者批评指正。

编者

2009 年 4 月

目 录

第一章 实验条件	1
第一节 实验需知	1
一、培养良好的实验习惯	1
二、注意人身安全	1
三、发扬团队合作精神	2
第二节 实验仪器、设备和药品	2
一、实验常用仪器	2
二、常用玻璃仪器	10
三、实验药品	14
第三节 实验室安全	20
一、实验室的分布	20
二、实验室安全守则	21
三、实验室事故急救和处理	24
四、实验报告的要求和格式、实验数据处理及实验结果表达	25
第二章 食品营养成分的测定	28
实验一 食品中蛋白质含量的测定(半微量凯氏定氮法)	28
实验二 食品中粗脂肪的测定(索氏抽提法)	31
实验三 食品中还原糖的测定(直接滴定法)	33
实验四 食品中水分的测定(直接干燥法)	36
实验五 食品中灰分的测定(高温灼烧法)	39
实验六 食品中钙的测定(EDTA 滴定法)	41
实验七 食品中铁的测定	44
方法一 硫氰酸钾比色法	44
方法二 原子吸收分光光度法	46
实验八 食品中锌的测定	48
方法一 火焰原子吸收光谱法	48
方法二 二硫腈比色法	50
实验九 食品中抗坏血酸(维生素 C)的测定	53
方法一 2,6-二氯靛酚测定抗坏血酸	53
方法二 荧光法测定食品中维生素 C	55
实验十 食品中粗纤维的测定	58

实验十一 食品中磷的测定	61
第三章 食品添加剂测定	63
实验一 高效液相色谱法测定碳酸饮料中的山梨酸、苯甲酸	63
实验二 高效液相色谱法测定饮料中的糖精钠	65
实验三 薄层色谱法测定食品中的糖精钠	67
实验四 盐酸萘乙二胺法测定食品中的亚硝酸盐	69
实验五 食品中合成着色剂的测定	71
实验六 盐酸副玫瑰苯胺法测定食品中的亚硫酸盐	74
第四章 食品中有毒有害成分及污染物测定	78
实验一 甲醛含量的测定	78
实验二 甲醇含量的测定	80
方法一 气相色谱法	80
方法二 品红比色法	82
实验三 测汞仪法测定食品中总汞	84
实验四 总砷的测定	87
方法一 古蔡氏砷斑法	87
方法二 DDC-银盐法	89
实验五 石墨炉原子吸收光谱法测定铅	92
实验六 ELISA 试剂盒法检测食用油中黄曲霉毒素 B ₁	94
第五章 其他质量指标测定	98
实验一 旋光法测定味精含量	98
实验二 离心法测定乳脂肪	100
实验三 总酸度的测定	101
实验四 甲醛法测定酱油中氨基态氮含量	104
实验五 A _w 测定仪法测定水分活度	106
参考文献	108

第一章 实验条件

第一节 实验需知

一、培养良好的实验习惯

《食品分析实验》侧重食品理化检测的数据，而重点在于准确性和可靠性，这就需要实验者具有良好的实验习惯。

(1) 预习。进入实验室前应预习实验内容，掌握实验原理和方法。

(2) 保持整洁卫生的实验场所。学生养成保持实验室、实验台面整洁卫生的实验习惯，仪器试剂摆放有序，使用得心应手，可使实验内容一目了然，不易出错。实验结束打扫卫生。

(3) 严格规范的实验操作。严格规范的实验操作并不会抑制学生的创造能力，学生可在实验方案上进行创新，但必须遵循实验条件（可以微调），基本实验操作必须按照规范执行，这样才能保证完成实验，保证数据的可靠性。

(4) 对实验过程的仔细观察。课程实验不可能大量重复，因此实验结果并不重要，关键是观察实验过程各个因素对实验结果的影响。评估自己实验技能不足并能提出改进，是对食品分析方法和原理的灵活应用。

(5) 全面严谨的实验记录。在实验报告上，要反映实验条件、实验原料、实验原始数据记录、实验中间现象。

二、注意人身安全

《食品分析实验》理化检测时用大量的化学试剂，有的有毒，有的有腐蚀性，有的易燃易爆，在使用时要注意人身安全。

(1) 进入实验室要穿工作防护服，实验结束后认真洗手、洗脸。要学习防护知识，发生意外必须立即报告老师，及时处理。

(2) 了解各种试剂的性质。有毒试剂应用专门的容器专门储放，取用特别注意，防止意外。

(3) 注意试剂的安全使用。有毒试剂的器皿要专门处理，有腐蚀性试剂的标签要注明，使用时注意防护。易燃易爆试剂要防止明火。

(4) 注意废旧试剂的回收和环保问题。

三、发扬团队合作精神

《食品分析实验》理化检测以个人动手为主，但也涉及共用仪器设备，因为许多实验与时间因素有关，这就需要团队配合有序、合作完成。

第二节 实验仪器、设备和药品

一、实验常用仪器

(一) 分析天平

1. 电光分析天平的使用方法

(1) 用前检查：称量前，先将天平罩取下叠好，检查天平是否处于水平状态，天平盘上是否清洁，必要时用软毛刷清扫干净，检查天平各部件是否正常。

(2) 天平零点的测定和调整：在称量样品前，还要对天平零点进行测定和调整。

(3) 称量方法：将被称的物品从天平的左门放于左盘中央，估计物品大约质量（也可先放在台秤上进行粗称），然后按砝码取用规则加减砝码，至指针摆动较缓慢，才可全开升降旋钮，等待投影屏上标尺图像停止移动后才可读数。一般调整数字盘使投影屏上读数在 $0\sim 10\text{mg}$ 范围内。此时，可读取被称物体的质量（读准至 0.1mg ）。

2. 使用电光分析天平的注意事项

(1) 在旋转升降旋钮时必须缓慢、轻开轻关，即可防止吊耳脱落，又能保护玛瑙刀口。取放物体、加减砝码时，都必须关闭天平，托起横梁，以免损坏玛瑙刀口。

(2) 称量时，应先关好两个侧门，天平前门不要随便打开，以防呼出的热量、水蒸气和二氧化碳气流影响称量（前门主要供装调天平时用）。

(3) 热的或过于冷的物体不能直接放到天平上称量，要先在干燥器中冷至室温后再称量。样品不能直接放在称盘上，应根据样品性能选用适当的称量器皿称量。

(4) 同一实验应使用同一台天平及其配套使用的同一盒砝码。

(5) 不能使天平载重超过最大负载。开启开关不能用力过猛。

(6) 称量数据应及时记在实验记录本上。

(7) 称量完毕，应检查天平横梁是否已托起，砝码是否归位，天平内外是否清洁，关闭天平门，切断电源，然后罩好护罩。

(8) 天平安装好后，不能随便乱动，应保持天平处于水平状态。为了防潮，

天平箱内应放有吸湿用的干燥剂，如变色硅胶。干燥剂应定期检查是否失效，保持良好的吸湿性能。

3. 电子天平的使用方法

(1) 使用前检查天平是否水平，调整水平。

(2) 称量前接通电源预热 30min。

(3) 校准。首次使用天平必须校准天平。将天平从一地移到另一地使用时或在使用一段时间（30 天左右）后，应对天平重新校准。为使称量更为精确，亦可随时对天平进行校推。用内装校准砝码或外部自备有修正值的校准砝码进行。

(4) 称量。按下显示屏的开关，待显示稳定的零点后，将物品放到秤盘上，关上防风门。显示稳定后即可读取称量值。操纵相应的按键可以实现“去皮”、“增重”、“减重”等称量功能。

4. 电子天平的使用注意事项

(1) 电子天平在安装之后、称量之前必不可少的一个环节是“校准”。这是因为电子天平是将被称物的质量产生的重力通过传感器转换成电信号来表示被称物的质量的。称量结果实质上是称物重力的大小，故与重力加速度有关，称量值随纬度的增高而增加。另外，称量位还随海拔的升高而减小。因此，电子天平在安装后或移动位置后必须进行校准。

(2) 电子天平开机后需要预热较长一段时间（至少 0.5h 以上），才能进行正式称量。

(3) 电子天平的积分时间也称为测量时间或周期时间，有几挡可供选择，出厂时选择了一般状态，如无特殊要求不必调整。

(4) 电子天平的稳定性监测器是用来确定天平摆动消失及机械系统静止程度的器件。当稳定性监测器表示达到要求的稳定性时，可以读取称量值。

(5) 在较长时间不使用的电子天平应每隔一段时间通电一次，以保持电子元器件干燥，特别是湿度大时更应该经常通电。

(二) 阿贝折射仪

1. 阿贝折射仪的使用方法

(1) 仪器安装：将阿贝折射仪安放在光亮处，但应避免阳光的直接照射，以免液体试样受热迅速蒸发。用超级恒温槽将恒温水通入棱镜夹套内，检查棱镜上温度计的读数是否符合要求 [一般选用 $(20.0 \pm 0.1)^\circ\text{C}$ 或 $(25.0 \pm 0.1)^\circ\text{C}$]。

(2) 加样：旋开测量棱镜和辅助棱镜的闭合旋钮，使辅助棱镜的磨砂斜面处于水平位置，若棱镜表面不清洁，可滴加少量丙酮，用擦镜纸顺单一方向轻擦镜面（不可来回擦）。待镜面洗净干燥后，用滴管滴加数滴试样于辅助棱镜的毛镜面上，迅速合上辅助棱镜，旋紧闭合旋钮。若液体易挥发，动作要迅速，或先将

两棱镜闭合，然后用滴管从加液孔中注入试样（注意切勿将滴管折断在孔内）。

（3）调光：转动镜筒使之垂直，调节反射镜使入射光进入棱镜，同时调节目镜的焦距，使目镜中十字线清晰明亮。调节消色散补偿器使目镜中彩色光带消失。再调节读数螺旋，使明暗界面恰好同十字线交叉处重合。

（4）读数：从读数望远镜中读出刻度盘上的折射率数值。常用的阿贝折射仪可读至小数点后的第四位。为了使读数准确，一般应将试样重复测量三次，每次相差不能超过 0.0002，然后取平均值。

2. 阿贝折射仪的使用注意事项

阿贝折射仪是一种精密的光学仪器，使用时应注意以下几点。

（1）使用时要注意保护棱镜，清洗时只能用擦镜纸而不能用滤纸等。加试样时不能将滴管口触及镜面。对于酸碱等腐蚀性液体不得使用阿贝折射仪。

（2）每次测定时，试样不可加得太多，一般只需加 2~3 滴即可。

（3）要注意保持仪器清洁，保护刻度盘。每次实验完毕，要在镜面上加几滴丙酮，并用擦镜纸擦干。最后用两层擦镜纸夹在两棱镜镜面之间，以免镜面损坏。

（4）读数时，有时在目镜中观察不到清晰的明暗分界线，而是畸形的，这是由于棱镜间未充满液体；若出现弧形光环，则可能是由于光线未经过棱镜而直接照射到聚光透镜上。

（5）若待测试样折射率不在 1.3~1.7 范围内，则阿贝折射仪不能测定，也看不到明暗分界线。

3. 阿贝折射仪的校正和保养

阿贝折射仪的刻度盘的标尺零点有时会发生移动，须加以校正。校正的方法一般是用已知折射率的标准液体，常用纯水。通过仪器测定纯水的折光率，读取数值，如同该条件下纯水的标准折光率不符，调整刻度盘上的数值，直至相符为止。也可用仪器出厂时配备的折光玻璃来校正，具体方法可按仪器说明书操作。

阿贝折射仪使用完毕后，要注意保养。应清洁仪器，如果光学零件表面有灰尘，可用高级鹿皮或脱脂棉轻擦后，再用洗耳球吹去。如有油污，可用脱脂棉蘸少许汽油轻擦后再用乙醚擦干净。用毕将仪器放入有干燥剂的箱内，放置于干燥、空气流通的室内，防止仪器受潮。搬动仪器时应避免强烈振动和撞击，防止光学零件损伤而影响精度。

（三）旋光仪

1. 旋光仪的使用方法

首先打开钠光灯，稍等几分钟，待光源稳定后，从目镜中观察视野，如不清楚可调节目镜焦距。

选用合适的样品管并洗净，充满蒸馏水（应无气泡），放入旋光仪的样品管槽中，调节检偏镜的角度使三分视野消失，读出刻度盘上的刻度并将此角度作为旋光仪的零点。

零点确定后，将样品管中的蒸馏水换为待测溶液，按同样方法测定，此时刻度盘上的读数与零点时读数之差即为该样品的旋光度。

2. 使用注意事项

(1) 旋光仪在使用时，需通电预热几分钟，但钠光灯使用时间不宜过长。

(2) 旋光仪是比较精密的光学仪器，使用时，仪器金属部分切忌沾污酸碱，防止腐蚀。

(3) 光学镜片部分不能与硬物接触，以免损坏镜片。不能随便拆卸仪器，以免影响精度。所有镜片，包括测试管两头的护片玻璃都不能用手直接揩拭，应用柔软的绒布或镜头纸揩拭。

(4) 旋光度与旋光管的长度成正比。旋光管通常有 10cm、20cm、22cm 三种规格。经常使用的为 10cm 的。但对旋光能力较弱或者较稀的溶液，为提高准确度，降低读数的相对误差，需用 20cm 或 22cm 的旋光管。测试管应轻拿轻放，小心打碎。

(5) 只能在同一方向转动度盘手轮时读取始、末示值，决定旋光角，而不能在来回转动度盘手轮时读取示值，以免产生回程误差。

(四) 分光光度计

1. 可见分光光度计的使用方法

(1) 首先接通电源，打开电源开关，指示灯亮，打开比色皿暗箱盖。预热 20min。

(2) 旋转波长选择旋钮，选择所需用的单色光波长，旋转灵敏度旋钮，选择所需用的灵敏挡。

(3) 将选择开关置于“T”。

(4) 打开试样室盖，调节 0% 旋钮，使数字显示为“0.000”。将比色皿暗箱盖合上，调节 100% 旋钮，使数字显示为“100”。按上述方法连续几次调整零位和 100% 位，即可进行测定工作。

(5) 将选择开关置于“A”，放入比色皿，将比色皿暗箱盖合上，推进比色皿拉杆，使参比比色皿处于空白校正位置，使光电管见光，旋转吸光度调节旋钮，使指针准确处于 0.000，然后将被测溶液置于光路中，数字显示值即为被测溶液的吸光度。

2. 紫外分光光度计（光栅型，测定波长 200~800nm）的使用方法

(1) 将灵敏度旋钮调到“1”挡（放大倍数最小）。

(2) 打开电源开关, 钨灯点亮, 预热 30min 即可测定。若需用紫外光则打开“氢灯”开关, 再按氢灯触发按钮, 氢灯点亮, 预热 30min 后使用。

(3) 将选择开关置于“T”。

(4) 打开试样室盖, 调节 100% 旋钮, 使数字显示为“100”。

(5) 调节波长旋钮, 选择所需测的波长。

(6) 将装有参比溶液和被测溶液的比色皿放入比色皿架中。

(7) 盖上样品室盖, 使光路通过参比溶液比色皿, 将选择开关调至“A”, 调节吸光度旋钮, 使数字显示为“000.0”。如果显示不到, 可适当增加灵敏度的挡数。然后将被测溶液置于光路中, 数字显示值即为被测溶液的吸光度。

(8) 若将选择开关调至“C”, 将已知标定浓度的溶液置于光路, 调节浓度旋钮使数字显示为标定值, 再将被测溶液置于光路, 则可显示出相应的浓度值。

3. 分光光度计的使用注意事项

(1) 测定波长在 360nm 以上时, 可用玻璃比色皿; 波长在 360nm 以下时, 要用石英比色皿。比色皿外部要用吸水纸吸干, 不能用手触摸光面的表面。

(2) 仪器配套的比色皿不能与其他仪器的比色皿单个调换。如需增补, 应经校正后方可使用。

(3) 开关样品室盖时, 应小心操作, 防止损坏光门开关。

(4) 不测量时, 应使样品室盖处于开启状态, 否则会使光电管疲劳, 数字显示不稳定。

(5) 当光源波长调整幅度较大时, 需稍等数分钟才能工作。因光电管受光后, 需有一段响应时间。

(6) 仪器要保持干燥、清洁。

(五) 酸度计

1. 酸度计测定 pH 的使用方法

(1) 在测定溶液 pH 值时, 将 pH 电极、参比电极和电源分别插入相应的插座中, 将功能开关按钮调节至 pH 位置。

(2) 仪器接通电源预热 30min (预热时间越长越稳定) 后, 将所有电极插入 pH 6.86 标准缓冲溶液中, 平衡一段时间, 待读数稳定后, 调节定位调节器, 使仪器显示 6.86。

(3) 用蒸馏水冲洗电极并用吸水纸擦干后, 插入 pH 4.01 标准缓冲溶液中, 待读数稳定后, 调节斜率调节器, 使仪器显示 4.01, 仪器就校正完毕。

为了保证精度, 建议以上 (2)、(3) 两个标定步骤重复 1~2 次。一旦仪器校正完毕, “定位”和“斜率”调节器不得有任何变动。

(4) 用蒸馏水冲洗电极并用吸水纸擦干后, 插入样品溶液中进行测量。

说明：若测定偏碱性的溶液时，应用 pH 9.18 标准缓冲溶液来校正仪器。

为了保证 pH 值的测量精度，要求每次使用前必须用标准溶液加以校正，注意校正时标准溶液的温度与状态（静止还是流动）和被测液的温度与状态要尽量一致。

在使用过程中，遇到下列情况时仪器必须重新标定：①换用新电极；②“定位”或“斜率”调节器变动过。

2. 酸度计的维护与使用注意事项

(1) 仪器的输入端（包括玻璃电极插座与插头）必须保持干燥清洁。

(2) 新玻璃 pH 电极或长期干储存的电极，在使用前应在蒸馏水中浸泡 24h 后才能使用。

(3) pH 电极在停用时，应将电极的敏感部分浸泡在蒸馏水中。这对改善电极响应迟钝和延长电极寿命是非常有利的。

(4) 在使用复合电极时，溶液一定要超过电极头部的陶瓷孔，电极头部若沾污可用医用棉花轻擦。

(5) 玻璃 pH 电极和甘汞电极在使用时，必须注意内电极与球泡之间及参比电极内陶瓷蕊附近是否有气泡存在，如有必须除去气泡。

(6) 用标准溶液标定时，首先要保证标准缓冲溶液的精度，否则将引起严重的测量误差。标准溶液最好用国家规定的几种 pH 标准缓冲溶液。

(7) 忌用浓硫酸或铬酸洗液洗涤电极的敏感部分，不可在无水或脱水的液体（如四氯化碳、浓酒精）中浸泡电极，不可在碱性或氟化物的体系、黏土及其他胶体溶液中放置时间过长，以致响应迟钝。

(8) 常温电极一般在 5~60℃ 温度范围内使用，如果在低于 5℃ 或高于 60℃ 时使用，请分别选用特殊的低温电极或高温电极。

(9) 工作条件：环境温度为 5~45℃，相对湿度为小于 85%。

3. 玻璃电极使用注意事项

(1) 玻璃电极使用前，必须在蒸馏水中浸泡 24h 以上，使电极活化。短时间不用时，应浸泡在蒸馏水中。

(2) 切不可与硬物接触，因其一旦破裂则完全丧失作用。安装电极时，应使甘汞电极的下端稍低于玻璃泡，以防止玻璃泡碰到烧杯底部而破碎。切勿使搅拌子或玻璃棒与球泡相碰。

(3) 测量碱性溶液时，应尽快操作，用毕立即用蒸馏水冲洗。

(4) 玻璃泡不可沾有油污。如沾上油污，应先浸入酒精中，再放入乙醚中，后移入酒精中，最后用蒸馏水冲洗干净。

(六) 烘箱

1. 电热干燥箱使用方法

不同厂家生产的烘箱在使用方法上有所不同，具体操作可以参照说明书。

(1) 打开仪器工作电源开关至“ON”的位置，数显温控仪显示温度值。

(2) 设定温度。取下保护罩，将“测量/设定”开关拨向“设定”位置，调节“温度值设定”按钮，观察温度值显示屏上所显示的数字，直至旋到所需要的工作温度值，然后再将“测量/设定”开关拨向“测量”位置，盖上保护罩，此时，工作温度值设定完毕。

(3) 打开鼓风开关至“RUN”，鼓风机启动运转（有的烘箱没有鼓风机；有的烘箱没有鼓风机开关，开机后鼓风机自动打开）。

(4) 根据用户需要选择加热功率，如果选择工作温度较低，可将加热功率选择开关按至“LOW”的位置，如果工作温度较高，可将“加热功率选择开关”按至“HIGH”的位置，这时全功率加热，升温快。

(5) 打开箱顶排气阀约 5mm，插上温度计。

(6) 打开箱门及玻璃观察门，即可放入试样，关好玻璃门，再把箱门关好。

(7) 温度自动升至预先设定的工作温度值，并能听到继电器通断之声响，观察数显温控仪两侧红绿灯指示灯能交替工作，说明控制电路工作正常。红灯亮时为停止加热，绿灯亮时为正在加热。如果不能恒温或超过工作温度值，应即断电，速请电气技术人员检查。

(8) 用户使用完毕，将各开关关闭，数显温控仪显示屏熄灭，再将自备电源开关断开，此时，箱上电源指示灯熄灭。

2. 电热干燥箱使用注意事项

(1) 在使用之前必须打开箱顶排气阀门。

(2) 从排气阀顶插入束节水银温度计工作时，应有专人监测箱内温度，这是提高工作安全性的有效方法。因设备无超温保护装置，一旦控温失灵，应及时断电检查，以避免事故发生。

(3) 样品在搁板上平均载荷不大于 $4.5 \times 10^2 \text{ Pa}$ ，放置物品时，切勿过密，过重，一定要留有空隙，工作室底板上严禁放置物品，以免影响正常工作。

(4) 每次使用后，应关断自备专用电源开关，并保持箱内、箱外、搁板以及电镀件的清洁，以防腐蚀。

(5) 玻璃仪器应先将水沥干后，才能放入烘箱。要从上往下依次放入，仪器口朝上，以免上面的水滴流到下面烘热的仪器上将其炸裂。温度一般控制在 $100 \sim 110^\circ\text{C}$ 。

3. 真空干燥箱使用方法

(1) 用真空胶管将真空箱抽气嘴与真空泵连接，并关闭放气阀。

(2) 将被干燥的物品放入工作室，箱门关上并将门锁锁紧。

(3) 开启电源开关, 接通设备电源, 然后开启真空开关并接通真空泵的工作电源, 真空泵开始工作, 当真空表指示值达到 -0.1MPa 时, 再继续抽真空 20min 后, 将真空开关关闭, 再切断真空泵的工作电源, 使真空箱的工作室内保持真空状态。

(4) 将温度设定在所需工作温度上, 开启加热开关, 工作室即可加热升温。

(5) 物品欲取出时, 旋动放气阀, 使空气徐徐放入工作室, 解除箱内真空状态, 待真空表指示值为 0 时再将箱门打开即可。

4. 真空干燥箱使用注意事项

(1) 真空干燥箱应装专用空气开关。

(2) 电气绝缘完好, 设备外壳必须有可靠的保护接地或保护接零。

(3) 工作室温度勿超过 200°C 。

(4) 应经常更换真空泵油。

(5) 取出被处理的物品时, 如处理的是易燃物品, 必须待温度冷却到低于燃点后, 才能放入空气, 以免发生氧化反应引起燃烧。

(6) 不得放入易爆物品干燥。

(7) 长期不使用时, 应将工作室内的物品取出并擦拭干净, 保持设备干燥。

(七) 高温炉

高温炉使用注意事项如下。

(1) 查看高温炉所接电源电压是否与电炉所需电压相符。热电偶是否与测量温度相符, 热电偶正负极是否接对。

(2) 调节温度控制器的定温调节, 使定温指针指示所需温度处。打开电源开关升温, 当温度升至所需温度时即能恒温。

(3) 灼烧完毕, 先关电源, 不要立即打开炉门, 以免炉膛骤冷碎裂。 200°C 以下时方可打开炉门。用坩埚钳取出样品。

(4) 高温炉应放置在水泥台上, 不可放置在木质桌面上, 以免引起火灾。

(5) 炉膛内应保持清洁, 炉周围不要放置易燃物品, 也不可放精密仪器。

(八) 离心机

离心机使用注意事项如下。

(1) 应安放在稳固的台面上, 以防离心机滑动或震动而引发事故。

(2) 启动离心机时应逐渐加速, 如果出现声音不正常, 应停机检查。

(3) 离心试管装液时, 应将装液离心试管称重平衡并对称放置。若试管为单数不对称, 则应把一空试管装入相同质量的水平衡后放入, 以保持质量对称。

(4) 关闭离心机时应逐渐减速, 直至自动停止, 不得强制使其停止。

二、常用玻璃仪器

(一) 滴定管

1. 滴定管的选择

滴定管按其容积不同分为常量、半微量及微量滴定管。常量滴定管中最常用的，容积为 50mL，分刻度值为 0.1mL，在读数时，还可估读至 0.01mL。容积 10mL、分刻度值为 0.05mL 的滴定管称为半微量滴定管。微量滴定管的分刻度值为 0.005mL 或 0.01mL，容积有 1~5mL 的各种规格。

在滴定管的下端有一玻璃活塞的称为酸式滴定管，适用于装酸性和中性溶液，不适宜装碱性溶液，因为玻璃活塞易被碱性溶液腐蚀。带有尖嘴玻璃管和胶管连接的称为碱式滴定管，适宜于装碱性溶液。与胶管起作用的溶液（如 KMnO_4 、 I_2 、 AgNO_3 等溶液）不能用碱式滴定管。有些需要避光的溶液，可以采用花色（棕色）滴定管。

2. 滴定管的使用方法

(1) 洗涤 一般可直接用自来水或用洗衣粉水泡洗，不可用去污粉刷洗，以免划伤内壁。有油污的滴定管要用铬酸洗液洗涤。如果滴定管油垢较严重，需用较多洗液充满滴定管浸泡一段时间，洗液放出后，先用自来水冲洗，再用蒸馏水淋洗 3~4 次，洗净的滴定管内壁应完全被水均匀地润湿而不挂水珠。

酸式滴定管洗净后，抽出活塞，用滤纸将活塞和活塞套内的水吸干；将活塞上均匀地涂上薄薄一层凡士林，将活塞插入活塞套内，旋转活塞几次，直至活塞与活塞套内相接触部位呈透明状态。为避免活塞被碰松动脱落，涂凡士林后的滴定管应在活塞末端套上小橡皮圈。

碱式滴定管的洗涤方法与酸式滴定管基本相同，但要注意铬酸洗液不能直接接触胶管，否则胶管变硬损坏。将洗净的胶管、尖嘴和滴定管主体部分连接好即可。

(2) 检漏

① 酸式滴定管：关闭活塞，装入蒸馏水至一定刻线，直立滴定管约 2min。仔细观察刻线上的液面是否下降，滴定管下端有无水滴滴下。转动活塞后观察，如有漏水现象应重新擦干涂凡士林，直至不漏水为准。

② 碱式滴定管：装蒸馏水至一定刻线，直立滴定管约 2min，仔细观察刻线上的液面是否下降，或滴定管下端尖嘴上有无水滴滴下。如有漏水，则应调换胶管中的玻璃珠。

(3) 装溶液和赶气泡 滴定前用操作溶液（滴定液）洗涤三次后，将操作溶液（滴定液）装入滴定管，然后转动活塞使溶液迅速冲下排出下端存留的气泡，并调定零点。如溶液不足，可以补充，也可记下初读数。

碱式滴定管应将胶管向上弯曲，用力捏挤玻璃珠使溶液从尖嘴喷出，以排除气泡。碱式滴定管的气泡一般是藏在玻璃球附近，必须对光检查胶管内气泡是否完全赶尽，赶尽后再调节液面至 0.00mL 处，或记下初读数。

装操作溶液时应从盛操作溶液的瓶内直接将操作溶液倒入滴定管中，尽量不用小烧杯或漏斗等其他容器帮忙，以免浓度改变。

(4) 滴定 滴定最好在锥形瓶中进行，必要时也可在烧杯中进行。滴定操作时左手进行滴定，右手摇瓶。使用酸式滴定管时手心空握，以免活塞松动或可能顶出活塞使溶液从活塞隙缝中渗出。滴定时转动活塞，控制溶液流出速度，要求做到能：逐滴放出、只放出一滴、使溶液成悬而未滴的状态，即练习加半滴溶液的技术。

使用碱式滴定管时捏住胶管中玻璃珠所在部位稍上处，捏挤胶管使其与玻璃珠之间形成一条缝隙，溶液即可流出。但注意不能捏挤玻璃珠下方的胶管，否则空气进入而形成气泡。

滴定前，先记下滴定管液面的初读数。用外壁碰下悬在滴定管尖端的液滴。滴定时，应使滴定管尖嘴部分插入锥形瓶口下 1~2cm 处。滴定速度不能太快，以每秒 3~4 滴为宜。边滴边摇，向同一方向作圆周旋转而不应前后振动，因那样会溅出溶液。临近终点时，应 1 滴或半滴地加入，并用洗瓶吹入少量水冲洗锥形瓶内壁，使附着的溶液全部流下，然后摇动锥形瓶，观察终点是否已达到（为便于观察，可在锥形瓶下放一块白瓷板），如终点未到，继续滴定，直至准确到达终点为止。

(5) 读数 由于水溶液的附着力和内聚力的作用，滴定管液面是弯月形。无色水溶液的弯月面比较清晰，有色溶液的弯月面程度较差，因此，两种情况的读数方法稍有不同。为了正确读数，应遵守下列规则。

① 注入溶液或放出溶液后，需等待 30s~1min 后才能读数（使附着在内壁上的溶液流下）。

② 滴定管应垂直地夹在滴定台上读数或用两手指拿住滴定管的上端使其垂直后读数。

③ 对于无色溶液或浅色溶液，应读弯月面下缘实线的最低点。为此，读数时视线应与弯月面下缘实线的最低点相切。对于有色溶液，应使视线与液面两侧的最高点相切。初读和终读应用同一标准。

④ 有一种蓝线衬背的滴定管，无色溶液有两个弯月面相交于滴定管蓝线的某一点，读数时视线应与此点在同一水平面上。对有色溶液读数方法与上述普通滴定管相同。

⑤ 滴定时，最好每次都从 0.00mL 开始。读数必须准确到 0.01mL。

3. 滴定管使用注意事项