

高 等 学 校 食 品 专 业 系 列 教 材



营养学实验与指导

THE EXPERIMENTS AND INSTRUCTIONS OF NUTRIOLOGY

金邦荃 / 主编

东南大学 出版社
SOUTHEAST UNIVERSITY PRESS



高等学校食品专业系列教材
南京师范大学“十一五”重点建设教材

营养学实验与指导

主 编	金邦荃				
副主编	孙桂菊	江 芸	彭	景	
参 编	周玉林	黎军胜	刘	琛	
	王少康	陈 璐	高	美	
	郭秋娟				

东南大学出版社
· 南京 ·

内 容 提 要

《营养学实验与指导》是《食品营养学》、《疾病营养学》的配套实验教材,可以用于食品科学和营养学的高等教育之中。本书系由南京师范大学、东南大学公共卫生学院、扬州大学和南京农业大学教授和学者们共同编写的一部密切配合营养学理论教学、与食品科学和营养科学紧密结合的高校实验教材。

营养学是一门应用型学科,具有强烈的实践性和操作性,本书根据食品科学和营养科学的专业背景,分五部分编写。1) 食物样品制备与能量和维生素、微量元素测定方法学习、掌握;2) 人体营养状况测评,包括血液生化指标分析、人体体质测量及营养人群营养状况评估等,要求学生学习和掌握现代生化分析方法和技术,观测人体/动物微量元素、蛋白质、脂肪、碳水化合物营养代谢的检验途径等;3) 膳食营养调查与食谱设计,学习并正确选择当地食物品种,正确运用三大营养素能量供给与平衡原理,掌握不同人群的食谱设计和编制的基本原理和要求,设计食谱用于实际;4) 营养宣教,正确运用营养学知识,学习科普文章写作和问卷设计方法,编写科普手册,调查社区居民膳食结构和开展营养教育活动;5) 学习和掌握治疗膳食的设计与制备。

本书通过营养学实验实践的有序安排和开展,帮助学生很好掌握地营养学实践技能,增加学生实践机会,帮助学生积累专业经验,提高学生工作能力和就业能力;通过实验教学,为食品科学、营养科学和烹饪科学等专业学生报考国家“公共营养师”执业认证奠定基础。因此,本书为上述专业的配套实验教材,也可供其他相关专业作为参考教材和实验指导书。

图书在版编目(CIP)数据

营养学实验与指导/金邦荃主编. —南京:东南大学出版社,2008.4
ISBN 978-7-5641-1165-6

I. 营… II. 金… III. 营养学—实验—高等学校—教学参考资料 IV. R151-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2008)第 035488 号

营养学实验与指导

出版发行:东南大学出版社
社 址:南京四牌楼2号 邮编:210096
出 版 人:江汉
网 址: <http://press.seu.edu.cn>
电子邮件: press@seu.edu.cn
经 销:全国各地新华书店
印 刷:兴化印刷有限责任公司
开 本:787mm×1092mm 1/16
印 张:13.75
字 数:334千字
版 次:2008年4月第1版
印 次:2008年4月第1次印刷
书 号:ISBN 978-7-5641-1165-6/TS·30
印 数:1~3000册
定 价:25.00元

本社图书若有印装质量问题,请直接与读者服务部联系。电话(传真):025-83792328。

高等学校食品专业系列教材

编写委员会

(以姓氏笔画为序)

- | | |
|-----|-----------------------------|
| 王晓曦 | 河南工业大学粮油食品学院副院长、教授 |
| 毛多斌 | 郑州轻工业学院食品与生物工程学院院长、教授 |
| 邓泽元 | 南昌大学生命科学学院副院长、教授,博士生导师 |
| 艾志录 | 河南农业大学食品科学技术学院副院长、副教授 |
| 刘建学 | 河南科技大学食品与生物工程学院副院长、教授 |
| 张 灏 | 江南大学食品学院院长、教授,博士生导师 |
| 孟岳成 | 浙江工商大学食品科学与工程系主任、教授 |
| 陆兆新 | 南京农业大学食品科技学院院长、教授,博士生导师 |
| 陈正行 | 江南大学食品学院副院长、教授,博士生导师 |
| 陈锦权 | 福建农林大学食品科学学院院长、教授,博士生导师 |
| 杜云建 | 淮海工学院海洋学院副教授 |
| 郑铁松 | 南京师范大学食品科学与营养系主任、副教授 |
| 姜绍通 | 合肥工业大学生物与食品工程学院院长、教授,博士生导师 |
| 赵丽芹 | 内蒙古农业大学食品科学与工程学院副院长、教授 |
| 赵希荣 | 淮阴工学院食品系主任、副教授 |
| 钱建亚 | 扬州大学食品科学与工程学院教授 |
| 董 英 | 江苏大学食品与生物工程学院党总支书记、教授,博士生导师 |
| 蒋爱民 | 华南农业大学食品学院教授,博士生导师 |
| 熊晓辉 | 南京工业大学食品科学与工程系主任、教授 |
| 鞠兴荣 | 南京财经大学食品科学与工程学院院长、教授,博士生导师 |

总 序

受编辑之托,为我等所著的高等学校食品专业系列教材作序,真是诚惶诚恐,迟迟难以下笔。苏轼《与孙子思》云:“余空纸两幅,留与五百年后跋尾也!”此一戏语道出了作序之尴尬。回想起当时来自各地高校食品院系的学者们共同讨论系列教材时认真而热烈的场景,我就勉为其难,介绍一下我们编写这套系列教材的来龙去脉和想法。

2005年11月18至20日,经东南大学出版社和江南大学食品学院的联合组织,在江苏无锡召开了“普通高等教育‘十一五’国家级教材规划·食品专业系列教材”编写和申报研讨会,来自江南大学、南昌大学、南京农业大学、合肥工业大学、江苏大学、内蒙古农业大学、福建农林大学、河南工业大学、郑州轻工业学院、河南农业大学、河南科技大学、浙江工商大学、扬州大学、华南农业大学、南京工业大学、南京财经大学、南京师范大学、淮阴工学院、淮海工学院等19所大学食品院系的30余名学者参加了会议。在两天的会议中,学者们探讨了近几年来食品专业教育的得失,研讨了新形势下为进一步推进食品学科创新型人才培养的系列教材的编写要求、体例和分工,明确了31部教材的编写任务。时间过去不到一年,硕果满园的金秋季节在望,这31部教材中已有5部列入普通高等教育“十一五”国家级教材规划,第一部教材《食品添加剂》将正式付梓,其他多部教材也将孕育而生,在近期内陆续出版,真是欣慰之极。

古人云:教人以道者,师也。作为教师,不仅要教会学生如何掌握知识,更重要的是教会学生如何运用知识和创造知识。这套系列教材的编者,少则有十多年、多则有20年从事相应课程教学和本专业领域科研的经历。我们一致的想法是希望把多年实践中的感悟和积累融入这套教材中,使本系列教材的读者在理解和掌握知识的同时,也能对知识的运用和创造有所领悟。

食品工业的GDP在我国国民经济中已连续几年居首位,现已接近2万亿元,食品科技进步与产业发展在国民经济发展中发挥着越来越举足轻重的作用。目前全国约有200所高校办有食品专业,每年招收学生2万多人,食品专业的教育教学在一定程度上关系到我国食品工业的健康和可持续发展,编写一套反映当今科技发展现状,符合创新创业型人才培养要求的食品专业系列教材,是我们

所有编者的愿望,也是我们义不容辞的责任和义务。

愿我们的国家明天更美好,愿我们的食品工业发展更健康,愿我们在着力创建的和谐社会中享用的食品更安全。让我们所有编写和阅读本系列教材的同仁们共同为此尽绵薄之力!

张 灏

2006年8月3日晚于无锡

前 言

早期的《食品营养学》主要介绍营养学基础和食物营养供给等,而当今食品工业的发展已经不能满足对以往知识的应用。不断涌现的新型工业食品,需要做出符合人体营养需要和人体利用的科学设计和解释,从应用营养学的角度为人类提供不但好吃,而且有利于健康的新一代食品,减少营养不当的代谢性疾病的发生。

营养学是一门不断发展和变化的学科,也是一门实验性和实践性很强的课程。因此,21 世纪食品工业对《食品营养学》提出了新的要求。食品不仅仅是让人们享受美味和填饱肚子,它还要为人类提供合理的营养结构,这就必须了解人们对不同食物或配方食品中营养素的利用方式和特点,及不同营养状况下对食品供应的要求。

随着现代科学中的化学、物理学和医学的长足发展,为实验营养学奠定了理论基础。然而,伴随着营养学科的发展,食物化学成分或营养素的分析等实验课程内容逐步成长并独立为一门单独的实验性课程;近 20 年《食品营养学》成为一门理论课程,实验教学内容不多,这已成为“食品科学与工程”专业本科教学中普遍关注的问题之一,也是“十一五”新编《食品营养学》关心的重点之一。

此次,结合参编各大学营养学实验教学的经验,并参照公共卫生专业《营养学》实验教学的内容,编写了这本《营养学实验与指导》以配合 2007 年新编《食品营养学》教材的使用和实验教学。主要内容包括五大部分:① 食品营养成分分析,包括食物样品制备和微量营养素、能量的现代分析技术;② 人体营养状况测评,包括体质测量、三大营养素和矿物质血液代谢分析、水溶性维生素负荷实验等及现代血液生化(营养代谢指标)方法的介绍;③ 膳食(营养)调查与食谱设计,涵盖普通人群的个性化日常食谱和糖尿病等食谱设计、特殊膳食制作等;④ 营养学实验设计与功能性评价方法;⑤ 社区营养教育与实践。可供做《食品营养学》和《营养与食品卫生学》教学的实验教材。

《营养学实验与指导》是南京师范大学“十一五”重点建设教材之一,经过编写组成员——南京师范大学、东南大学、扬州大学和南京农业大学各位老师一年来的辛勤劳动和共同努力,于 2007 年 12 月完成编写工作。

本教材由金邦荃教授任主编,负责编写实验一、二、三、六、十、十一、十三~十八、二十一、二十三和三十二,对本教材进行整体规划和编辑;孙桂菊教授任副主编,负责编写实验七、十二、二十二和四十,及第四部分的“一”和“二”的内容;江芸副教授任副主编,负责编写实验第三部分的特殊食谱设计与制作的主要内

容,包括实验二十四~三十一、三十三、三十六和三十七;彭景教授任副主编,负责膳食调查、普通人群食谱设计和基础代谢等;周玉林副教授编写了实验四、五和三十八;黎军胜副教授编写了实验设计原则和营养宣教计划书(实验三十九)等;刘琛老师编写了实验九和十的部分内容;王少康老师编写了实验八、三十四和三十五部分;陈璐硕士收集和整理了教材编写所需的各类资料,并和高美硕士一起对全书进行编排和校对,郭秋娟硕士也参与部分实验的编写工作。

出版之际,我们还要感谢食品和营养界的同仁们对我们工作的鼓励和支持。

金邦荃

2008年1月于南京随园

目 录

1 食品营养成分分析	1
实验一 食物样品的采集与制备	1
实验二 食物初水分的测定(半干样品的制备)	2
实验三 谷物燃烧热的测定(食物样品总能量的测定)	4
实验四 果蔬维生素 C(抗坏血酸)的测定(荧光法)	7
实验五 果蔬维生素 C(抗坏血酸)的测定(2,4-二硝基苯肼法)	9
实验六 果蔬维生素 C(抗坏血酸)的测定(2,6-二氯酚靛酚滴定法)	11
实验七 食物中脂溶性维生素含量分析(高效液相色谱法)	13
实验八 食物中微量元素含量分析(原子吸收法)	16
2 人体营养状况评估	19
人体能量消耗量的测量	19
实验九 人体体质测量及评价	26
实验十 体脂测定与肥瘦度评价	31
实验十一 营养缺乏病临床体征检查	34
实验十二 血清尿素氮测定(脲酶—Berthelot 比色法)	38
实验十三 血清白蛋白测定(溴甲酚绿法)	39
实验十四 血清总蛋白测定(双缩脲法)	41
实验十五 血清总甘油三酯测定(GPO-PAP 法)	42
实验十六 血清总胆固醇测定(CHOD-PAP 终点法)	43
实验十七 血清葡萄糖测定(GOD-PAP 终点比色法)	45
实验十八 血清钙测定(EDTA- Na_2 滴定法)	47
实验十九 血清磷测定(钼蓝比色法)	48
实验二十 全血血红蛋白测定(沙氏比色法)	49
实验二十一 水溶性维生素负荷试验	50
3 膳食调查与食谱设计	52
3.1 膳食调查	52
3.2 普通人群食谱设计	64
实验二十二 个人日常膳食食谱设计	78
3.3 膳食设计与制作	81
病员基本膳食	81
实验二十三 流质饮食	81
实验二十四 半流质饮食	84
常见病治疗膳食	86

实验二十五	限钠饮食	86
实验二十六	管喂饮食	87
实验二十七	麦淀粉主食制备	89
实验二十八	糖尿病膳食设计(食物交换份法)	90
实验二十九	痛风膳食设计	94
实验三十	缺铁性贫血膳食设计	96
4	营养学实验设计	98
4.1	营养学实验设计原则与基本方法	98
实验三十一	普通人群营养状况评价的实验设计	103
4.2	常见功能性评价实验	106
实验三十二	抗疲劳试验	106
实验三十三	增强免疫力功能试验	109
实验三十四	辅助降血脂功能试验	115
实验三十五	辅助降血压功能实验	119
实验三十六	改善缺铁性贫血功能实验	120
4.3	贮藏加工对食物营养价值影响的评价	122
实验三十七	热处理对食品营养价值的影响	122
5	营养宣教与社区服务	127
实验三十八	营养宣教计划书的设计	127
实验三十九	营养宣教效果评价	128
附录		131
附录 1	中国食物与营养发展纲要(2001—2010 年)	131
附录 2	中国居民营养与健康现状	137
附录 3	病员灶常用饮食简介(表)	150
附录 4	营养素的参考营养密度(表)	166
附录 5	营养素到食品的食品膳食指南(图)	168
附录 6	中国实验动物管理条例(附英文)	169
附录 7	常用食品与营养计量单位	178
附录 8	正交试验设计	179
附录 9	常用词汇中英文对照	192
参考文献		207

1 食品营养成分分析

实验一 食物样品的采集与制备

一、实验目的与要求

1. 目的 食品检测对象往往数量较大,不可能用来全部分析,只是从被检测的对象中抽取一部分作为检验样品,再将样品检验结果用来说明整批被检测对象的营养学状况,因此采集样品应该能够充分代表被检测对象所具备的特性。

一种物品采集提供分析的样本称之为采样。

2. 要求 通过实验了解和熟悉采样的基本规则,掌握样品制备的方法,为从事食品品质分析和营养水平评定打下基础。

二、采样的原则与方法

1. 采样原则

- (1) 样品分析的目的和要求要明确,并且对所采集对象的性质要有所了解。
- (2) 采集样品必须具有整体代表性,因此要考虑取样的均匀度、现场条件和方法。
- (3) 尽量避免主观和人为因素的干扰。

2. 采样方法

(1) 四分法:对于均匀性质的物品(如液体、粉末状物体或籽实)一般采用“四分法”采样。因为它们每一小部分的成分与其全部的成分几乎完全相同。

将一物体(固体)置于一平坦的容器内,用取样铲将其混合均匀并铺平。对角线画十字,除去对角两份,将剩余两份如前法充分混合,再分成四份。重复多次,直至所需样量(250~500 g)。

(2) 几何法:对于不均匀性质的物品(如蔬菜、水果、薯类及加工食品等)取样时,可将其看成一个有规则的几何体,从各个不同的部位等量采取样品(如上、中、下、外周、中心等,或整体等分切割),破碎混合后获取初级样品,再按照“四分法”取得一定数量的次级样品供实验用。

三、新鲜样品的制备

新鲜样品含有较多的游离水和吸附水,二者的总水分含量约占鲜样的70%~90%。按照“四分法”和“几何法”从新鲜样品中取出分析样品200~500 g,制成半干样品。半干样品粉碎,装入磨口瓶,贴上标签,注明名称、时间、地点(生产单位)、制作人姓名,存于阴凉避光处备用。

四、风干样品的制备

方法详见实验二。

五、实验结果与分析

六、实验报告

实验二 食物初水分的测定 (半干样品的制备)

一、实验目的与要求

1. 目的 半干样品又称风干样品,不含游离水,仅含吸附在物品蛋白质和淀粉中的水分。吸附水的含量一般在 15% 以下。

新鲜样品由于水分含量高而不易保存。为此,可将新鲜样品先测得初水分,制成半干样品用于分析。

2. 要求 通过本实验,学习并掌握新鲜食物水分测定的重量法及电子天平的正确使用方法。

二、实验方法

1. 用百分之一感量的天平称取新鲜样品两份,平铺在表面皿上,放入 60~70℃ 烘箱中,4 h 后取出,自然冷却(15~30 min),称量总重和表面皿重,计算样品干物质含量。公式:

$$\text{新鲜样品风干物质含量} = \frac{\text{风干物质重量(g)}}{\text{新鲜样品重量(g)}} \times 100\%$$

2. 用分析天平称取粉状样品两份,加入称量瓶,称取称量瓶重量和总重量,放入 70℃ 烘箱中,0.5~1 h 后取出,移入干燥器内冷却 30 min,称量总重和表面皿重。重复两次的重量相差不超过 0.5 g。计算样品干物质含量。公式:

$$\text{新鲜样品 } 70^{\circ}\text{C 干物质含量} = \frac{70^{\circ}\text{C 干物质重量(g)}}{\text{新鲜样品重量(g)}} \times 100\%$$

三、实验仪器

1. 公用仪器

- (1) 鼓风烘箱 1 台;
- (2) 组织捣碎机 1 台;
- (3) 千分之一电子天平 1 台;
- (4) 干燥器 1~2 个。

2. 分组及仪器 4 人一组,每组仪器包括以下物品:

- (1) 25 cm×35 cm 搪瓷盘 1 个;
- (2) 40 cm×60 cm 搪瓷盘 1 个;
- (3) 切菜板 1 个;
- (4) 菜刀 1 把;
- (5) 取样铲 1 把;
- (6) 玻棒 1 根;
- (7) 托盘天平 1 台;
- (8) 分析天平 1 台;
- (9) 15 cm 直径表面皿 2 个;
- (10) 称量瓶 2 个。

四、实验步骤

1. 新鲜样品采集

(1) 按“几何法”采集样品。

(2) 切碎,放入 40 cm×60 cm 搪瓷盘中,用“四分法”采取次级样品 2 份。

(3) 称量表面皿中,取 30~40 g 新鲜样品置于表面皿上铺平。

(4) 将表面皿置于 25 cm×35 cm 搪瓷盘中,于 60℃烘箱内烘 2~3 h,70℃烘箱内烘 1 h,自然冷却 0.5 h 后称重。

(5) 计算半干样品重量及初水分含量。

2. 粉状样品采集

(1) 按“四分法”采取次级样品 2 份,置于称量瓶中,每份样品重约 2~3 g,精确到万分之一感量电子分析天平。

(2) 将瓶盖斜放在瓶口上,置于 25 cm×35 cm 搪瓷盘中,于 70℃烘箱内烘 1 h,移入干燥器内冷却 0.5 h 后称重。

(3) 计算半干样品重量、初水分含量及平行样品误差范围。

五、实验结果与分析

六、实验报告

七、注意事项

本法适用于不同水分含量的各类食品分析。

如果食品水分含量低于 15%,建议使用“快速水分测定法”,这是一种快捷的测定方法,普遍用于各食品企业的原料和产品检验。

【附 1】快速水分测定法

仪器: Sh10A 型快速水分测定仪(上海第二天平仪器厂)

原理: Sh10A 型快速水分测定仪是根据称重法和烘箱法原理设计,将物质在烘干后的质量进行比较,以得到物质内所含水分的百分比。本仪器由单盘上皿式天平、红外线干燥箱及电器控温三大部件组成,天平的秤盘置于红外线干燥箱内,当试样物质受穿透性强的红外线辐射波热能后,游离水分迅速蒸发,当试样物中的游离水分充分蒸发后,通过天平的光学投影装置,可直接读出试样物质含水率的百分比。烘干速度快,重复性好,控温电路采用半导体热敏电阻及可控硅控温线路,其升温速度快,恒温性能好,电网电压波动时对温度变化影响小。该仪器还装有定时器及报警装置,操作简单。

用途: 供工矿企业、农业、科研机构的实验室对化工、制药原料、燃料、成品、半成品、颗粒或粉状及谷物、土壤、造纸、食品、茶叶等所含的游离水分进行测试。

使用: 正确地使用本仪器,须掌握最佳的测试工艺过程,才能达到最好的测试效果。由于环境的温度和湿度对试样物质的含水率正确测定有较大的影响,因此一般要按下列步骤进行:

1. 干燥处理: 在红外线的辐射下,秤盘架部件表面吸附的水分也会受热蒸发,它直接影响测试精度,因此,在工作前必须对秤盘和秤盘架进行干燥处理(干燥处理只要把需用的秤盘全部放进干燥箱内,斜靠在两边的壁上进行加热,去除吸附的水分)。

2. 称试样物质的重量: 称试样物质的重量必须在常温下进行,取样可以采取以下两种方法:

(1) 仪器经干燥处理冷却到常温后,用 10 g 砝码校正天平零位,然后对试样物质进行称量,按选定的量值把试样物质全部称好,放置在备用秤盘或其他容器内(试样物重量不得超过 10 g)。

(2) 选用精度不低于毫克的天平称试样物理量,这种取样方法尤其适用于生产工艺过程中的连续测试工作,能大大加快测试速度。

3. 预热调零:由于天平是不等臂上皿式,工作时秤盘在干燥箱内上下运动,时间一长,干燥箱内秤架热量会传到横梁一端,使横梁一臂受热产生膨胀伸长,改变常温下平衡力矩,使天平零位改变,产生天平误差。

消除误差方法:① 在加码盘内加上 10 g 砝码,按下红外线灯电源开关约 20 min 后再开启天平,观察投影屏上的刻线不再移动时即可校正天平零位。天平经预热校正后的零位,在连续测试中不能再任意校正,如果产生怀疑,应按上述方法重新校正。② 每次测试结束后,取下试样,在秤盘上放 10 g 砝码,这时再观察天平零位平衡值与测试前平衡值之差,此值应折合在含水率上。

4. 加热测试:天平经预热调零后,取下 10 g 砝码,把预先称好的试样物质均匀地倒在秤盘内(当试样重量在 10 g 以下时,应在加码盘内加适量的平衡砝码,使天平平衡),然后对试样物质进行加热(加热时天平可关闭,待设定时间到再开启天平,这样使天平刀子不容易磨损,并且保证了天平的再现性)。在使用 10 g 或 5 g 的定量试样时,样品的含水量不大于 1 g,可在投影屏内直接读取试样的含水率。若样品的含水量大于 1 g,应关闭天平,在加码盘上添加 1 g 砝码后继续测试。

5. 计算方法(样品重 10 g 以下):

$$M=(W_1-W_2)/W_1\times 100\%$$

式中: M ——含水率(%);

W_1 ——烘干前样品重量(g);

W_2 ——烘干后样品重量(g)。

【例 2】设试样重量为 10 g,在左起一组上经过烘干后微分标尺显示值读得量值为 0.5%,加码盘上添加砝码为 2 g,其含水率: $M=0.5\%+20\%=20.5\%$

【附 2】《饲料水分的测定方法》(GB 6435—1986)

GB 3523—1983《谷类、油料作物种子水分测定法》

实验三 谷物燃烧热的测定 (食物样品总能量的测定)

一、实验目的与要求

1. 目的 了解氧弹式热量计的结构、测定原理和操作使用方法。采用贝克曼温度计,常温下测定可燃物质的发热量。

2. 要求 学习和掌握燃烧热测定方法及消化代谢实验的知识,通过本实验就可以求出食物的总能(TE)、消化能(DE)和代谢能(ME)。

二、实验原理

燃烧热系 1 克分子有机化合物完全氧化时,所能放出之热量。食物燃烧热即食物中所含的总能量(TE),是食物在燃烧过程中完全氧化成终产物(CO_2 、 H_2O 及其他气体)所释放出的热量。单位重量物质的燃烧热即为该物质的热价,其单位: kcal/g。

根据热力学第一定律,一个热化学反应,只要其开始与终末状态一定,则反应的热效应

就一定。这一原理使我们测定各物质的燃烧热变得有意义。有机物差不多均能完全氧化,并且反应进行很快,因此准确地测定燃烧热就有了可能。由所测得的燃烧热还可以计算反应的热效应和化合物的生成热。

将样本制备成一定重量的测定样品,装于充有 25 ± 5 大气压纯氧的氧弹中进行完全燃烧。燃烧所生之热为氧弹周围已知重量的蒸馏水及热量计整个体系所吸收,并由贝克曼温度计读出水温上升的度数。该上升的温度乘以热量计体系和水的热容量之和,即可得出样品的燃烧热。

在测定过程中有些因素会影响测定结果的准确性,须加以矫正才能得出真实的热价。例如,由于辐射的影响,水温上升的度数与由燃烧产热所致的实际升温之间有偏差;引火丝本身燃烧的发热量,以及含有 N、S 等元素的样品,在氧化后生成硝酸、硫酸,其发热量应予扣除等。

如设有 M g 物质放在氧弹式热量计中燃烧,放出的热 Q' 可使 W g 水和热量计本身从温度 T_1 升高到 T_2 ,令 E 代表热量计的热容量(即热量计每升高 1°C 所需的热量,在这里又称作水当量),用公式可表示如下:

$$Q' = (W + E)(T_2 - T_1)$$

即

$$Q_2 = (m/M)(W + E)(T_2 - T_1) \quad ①$$

式中: m ——所测物质的分子量(g);

Q ——所测物质的燃烧热(cal/g),指 Q' 或 Q_2 ;

W ——水重(g);

E ——水当量(g);

M ——所测物质的重量(g);

T_2 ——物质燃烧后的温度;

T_1 ——物质未燃烧前温度。

公式①中 W 、 M 、 m 、 T_2 、 T_1 数值均可由实验直接测得,因此只要求出全部热量计的水当量(E),即可计算出所测物质的燃烧热 Q_2 。

在全部仪器的水当量数值测定后,便可用此仪器来测定其他物质的燃烧热。

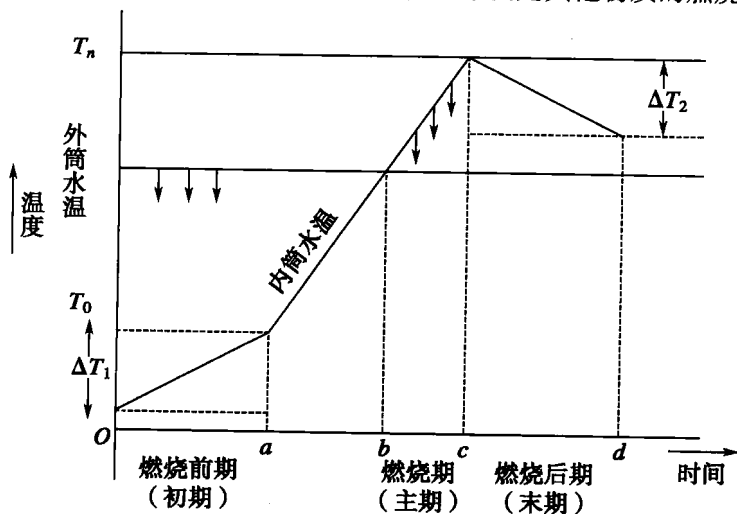


图 3-1 内外筒热辐射关系示意图

三、实验仪器、试剂

1. 仪器

- (1) 氧弹式热量计(WGR-1 型微电脑热量计,长沙仪器厂)1 套;
- (2) 氧气钢瓶(附氧气表)及支架 1 套;
- (3) 微电脑处理机 1 台;
- (4) 样品成型器 1 台;
- (5) 不锈钢坩埚;
- (6) 不锈钢内外桶;
- (7) 万分之一感量电子分析天平;
- (8) 百分之一感量台秤。

2. 试剂

- (1) 双蒸水(定期更换);
- (2) 苯甲酸。

四、实验步骤

1. 风干样品制备 方法同实验二。使待测样品的水分含量在 10%~15%。

2. 待测样品预处理

- (1) 风干样品粉碎成粉状物(40 目以下)。
- (2) 万分之一感量分析天平精确称量 $1\text{ g} \pm 0.2\text{ g}$ 样品。
- (3) 成型器制样,并将样品放入不锈钢坩埚内。
- (4) 放入氧弹内,并接通引火丝,关闭。
- (5) 充氧至 2.5 MPa。
- (6) 调节内桶水温及称重(2 100 g,台秤称量精确到克)。
- (7) 上仪器。
- (8) 计算机进入工作状态(进入待测程序),开始测量热量系统的温度变化。

实验温度测量分为三个阶段,即初期(连续记录 5'/10 格)、主期(连续记录至温度下降之时)、末期(连续记录 5'/10 格);平均每 0.5 min 测量与记录一次。

五、实验结果与分析

本实验采用“奔特公式”计算实验结果,并在计算机上直接读得。

$$\begin{aligned}\Delta T &= T - T_0 && \text{主期内桶水温上升幅度(}^\circ\text{C)} \\ \Delta t &= (V_0 + V')/2 \cdot m + V' \cdot Y && \text{冷却修正值(}^\circ\text{C)} \\ V_0 &= (t_0 - T_0)/10 && \text{初期平均冷却速度(}^\circ\text{C/每格)} \\ V' &= (T - T')/10 && \text{末期平均冷却速度(}^\circ\text{C/每格)}\end{aligned}$$

m ——主期内每格温升超过 0.3℃的格数;

Y ——主期内每格温升小于 0.3℃的格数。

参照《食物成分表》(全国平均值为好)。

六、实验报告

七、注意事项

实验用样品经干燥,以保证试样在氧弹内能够充分燃烧,测定其总燃烧热值;套筒中装

1 L 纯水,以保证对 1 g 食物充分燃烧后的热能吸收完全。

实验四 果蔬维生素 C (抗坏血酸)的测定 (荧光法)

抗坏血酸溶于水,微溶于丙酮与低级醇类,结晶抗坏血酸稳定,水溶液易氧化,遇空气中氧、热、光、碱性物质,特别是在有氧化酶及痕量铜、铁等重金属离子存在时,可加速其氧化破坏进程。酸性、冷藏、隔氧,可延缓食品中抗坏血酸的破坏。

国内外用于食物中维生素 C 含量测定的主要方法有三种,即荧光法、2,4-二硝基苯肼法、2,6-二氯酚靛酚滴定法。2,6-二氯酚靛酚滴定法只能测定食物中还原型抗坏血酸。由于脱氢型抗坏血酸在人体内与还原型抗坏血酸具有同样的生理功能,在一般情况下,2,4-二硝基苯肼法和荧光法都是测定食物中总抗坏血酸含量的方法。2,4-二硝基苯肼法是比色法,易受杂质干扰,灵敏度较低,而荧光法的灵敏度高于比色法2~3个数量级。另外,2,4-二硝基苯肼法采用 85% 的浓硫酸作溶剂,实验时不易操作。荧光法利用硼酸对脱氢抗坏血酸的掩蔽作用可测出杂质的荧光值,从而提高方法的专一性。因此,荧光法具有灵敏度较高、选择性好、易于操作等优点,但此方法易受仪器条件的限制,所以国标方法中选用荧光法为测定食物中维生素 C 含量的第一标准方法,而将 2,4-二硝基苯肼法作为第二法。

一、实验目的与要求

1. 理解食物中维生素 C 的分布规律以及维生素 C 的理化特性。
2. 学会用常规的比色法测定食物中维生素 C 的操作技巧。
3. 理解测定维生素 C 的基本原理。

二、实验原理

1. 样品中还原型抗坏血酸经活性炭氧化成脱氢型抗坏血酸后,与邻苯二胺(OPDA)反应生成具有荧光的喹喔啉(quinoxaline),其荧光强度与脱氢抗坏血酸的浓度在一定条件下成正比,以此测定食物中抗坏血酸和脱氢抗坏血酸的总量。

脱氢抗坏血酸与硼酸可形成复合物而不与 OPDA 反应,以此排除样品中荧光杂质所产生的干扰。本方法的最小检出限为 0.002 g/mL。

2. 适用范围 根据 GB 12392—1990 进行检测,本方法适用于蔬菜、水果及其制品中总抗坏血酸的测定。

三、实验仪器与试剂

1. 仪器

- (1) 实验室常用设备;
- (2) 荧光分光光度计或具有 350 nm 及 430 nm 波长的荧光计;
- (3) 捣碎机。

2. 试剂配制

本实验用水均为蒸馏水,试剂不加说明均为分析纯试剂。

(1) 偏磷酸-乙酸液:称取 15 g 偏磷酸,加入 40 ml 冰乙酸及 250 ml 水,搅拌,放置过夜使之逐渐溶解,加水至 500 ml。4℃ 冰箱可保存 7~10 d。

(2) 0.15 mol/L H_2SO_4 :取 10 ml 浓硫酸,小心地加入水中,再加水稀释至 1 200 ml。

(3) 偏磷酸-乙酸-硫酸液:以 0.15 mol/L 硫酸液为稀释液,其余同偏磷酸-乙酸液