

Food

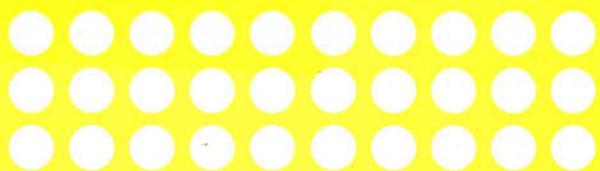
普通高等教育“十二五”规划教材

A Series of Food Science
& Technology Textbooks

食品科技
系列

食品检测与 分析实验

王喜波 张英华 编 江连洲 主审



化学工业出版社

Food

普通高等教育“十二五”规划教材

A Series of Food Science
& Technology Textbooks
食品科技
系列



食品检测与 分析实验

王喜波 张英华 编 江连洲 主审



化学工业出版社

·北京·

本书系统地阐明了食品中主要成分的测定原理、方法以及在实验过程中需要注意的事项和控制措施。全书共计 34 个实验，包括食品中水、糖类、脂类、蛋白质、维生素、矿物质、食品添加剂等的测定。为了便于读者更好地理解和把握本书的知识体系，每个实验后还附有思考题和参考文献，方便查阅相关内容。

本书不仅可作为高等院校食品科学与工程、食品质量与安全、乳品工程、粮食工程等专业的本科生基础教材，也可供从事食品相近专业的管理、科研和技术人员参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

食品检测与分析实验/王喜波, 张英华编. —北京: 化学工业出版社, 2013. 6
普通高等教育“十二五”规划教材
ISBN 978-7-122-17188-7

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

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2013) 第 086731 号

责任编辑：赵玉清

文字编辑：张春娥

责任校对：顾淑云

装帧设计：张 辉

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：北京云浩印刷有限责任公司

710mm×1000mm 1/16 印张 8½ 字数 155 千字 2013 年 9 月北京第 1 版第 1 次印刷

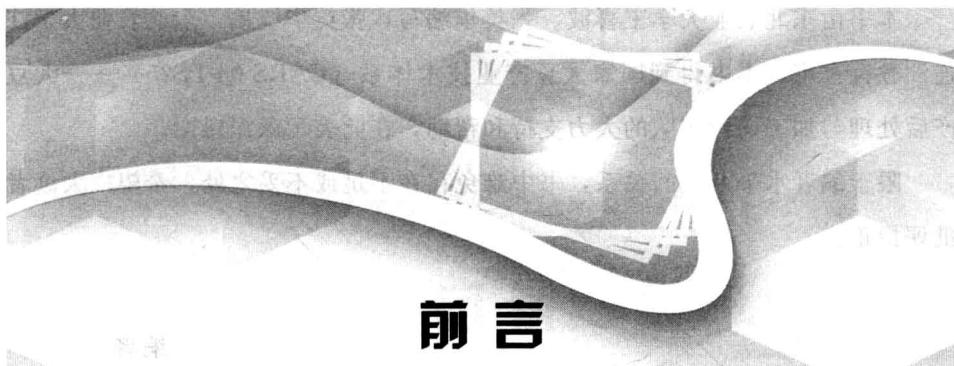
购书咨询：010-64518888（传真：010-64519686）售后服务：010-64518899

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：20.00 元

版权所有 违者必究



前言

随着我国食品工业的发展和人们生活水平的提高，人们的自我保健意识越来越强，对食品的品质要求也越来越高，在满足基本营养的基础上，开始追求具有保健功效的功能食品。但是，由于环境污染、农用化学品和食品添加剂滥用等涉及食品安全的事件不断出现，尤其是近十年来食品行业发生的几起重大食品安全事件严重影响了消费者的身心健康，使食品的质量安全越来越受到人民群众和政府的高度关注。因此，从食品质量安全控制的角度出发，从事食品加工和科学的研究的科技工作者需要建立和更新食品的检测方法和技术手段，以更准确、更快捷、更方便地监控食品质量，保障食品安全。

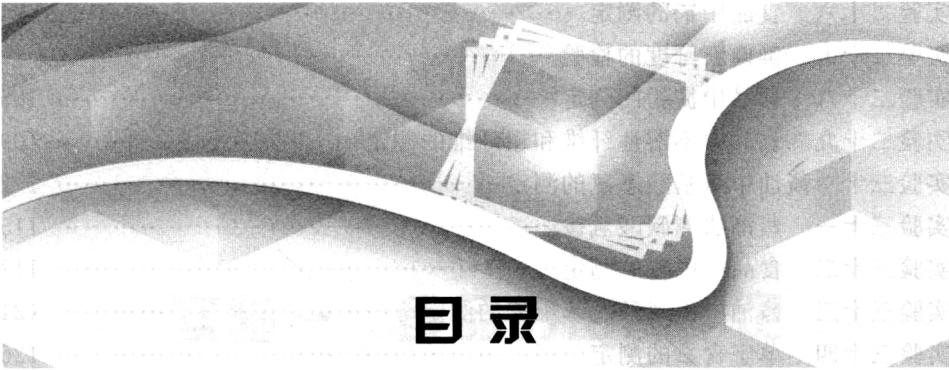
《食品检测与分析实验》是“普通高等教育‘十二五’规划教材”《食品检测与分析》的配套教材，食品的检测与分析是一门实践性很强的课程，实验教学是增强学生动手能力、提高分析和解决问题能力的重要实践环节，因此，我们根据课程属性、教学和培养学生实践技能等要求编写了此教材，并注重实用性、科学性和先进性。

本书结合实际教学和工作需求，编写了 34 个实验，主要介绍了食品基本营养成分测定方法、部分有毒有害物质测定方法、常用食品添加剂的测定方法等内容。由于篇幅所限，本书没有将“实验室基本知识”、“常用试剂配制方法等附录”和食品中其他物质的检测方法等内容编写在内。本书适用于高等院校的食品科学与工程专业、食品质量与安全专业、乳品工程及粮食工程等专业的学生使用，也可供从事食品质量检测监督等工作的技术人员参考。

本书由东北农业大学王喜波、张英华编写，张英华统稿，东北农业大学江连洲教授主审。本书得到国家大豆产业技术体系（CARS-04-PS25）——大豆产后处理与加工岗位团队的大力支持和帮助，在此表示深深感谢。

限于编者水平及时间关系，书中难免存在不足或不妥之处，希望广大读者批评指正。

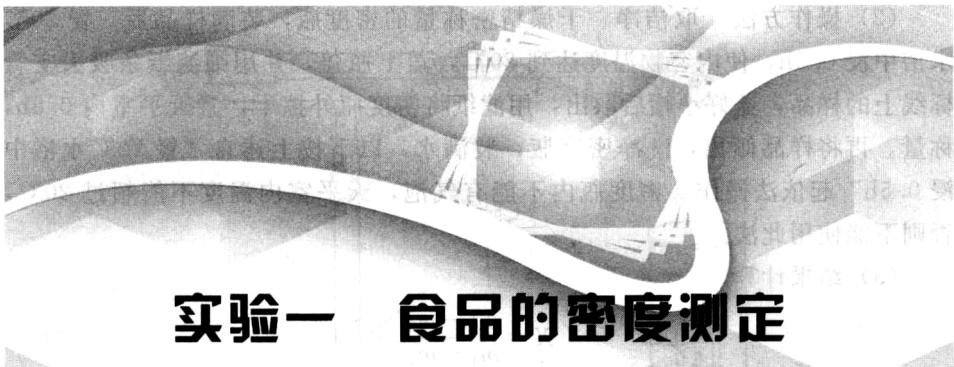
编者
2013年4月



目录

实验一 食品的密度测定	1
实验二 全脂奶粉中水分的测定	5
实验三 食品中水分的测定	7
实验四 鲜乳脂肪含量的测定	12
实验五 牛乳酸度的测定	15
实验六 甜炼乳中乳糖及蔗糖量的测定	18
实验七 食品中维生素 C 的测定	22
实验八 牛乳中脂肪的测定	28
实验九 蛋白质含量的测定	31
实验十 白酒中甲醇的测定（品红-亚硫酸比色法）	35
实验十一 食品中锡的测定	38
实验十二 小香槟（汽酒）中总糖的测定	41
实验十三 食品中锌的测定	44
实验十四 非固体食品和酒精饮料中的苯甲酸测定	47
实验十五 糖精含量的测定	50
实验十六 食品中亚硝酸盐测定	55
实验十七 食品中总砷的测定（氢化物原子荧光光度法）	58
实验十八 食品中铅的测定	61
实验十九 叶绿素含量的测定	66
实验二十 食品中汞的测定	68
实验二十一 糕干粉中铜元素的测定	74
实验二十二 植物油酸败指标的比较测定	78
实验二十三 食品中着色剂的测定	83
实验二十四 蘑菇罐头中漂白剂 SO ₂ 的测定	87
实验二十五 食品中粗脂肪含量的测定	91

实验二十六 食品中镉的测定	94
实验二十七 鲜肉新鲜度的检验	98
实验二十八 食品中淀粉的测定	105
实验二十九 食品中不溶性纤维和粗纤维的测定	109
实验三十 酱油中氨基酸态氮的测定	112
实验三十一 蒸馏法测碳酸氢铵	115
实验三十二 食品中甲醛的测定	117
实验三十三 酱油中山梨酸、苯甲酸的测定	121
实验三十四 单宁含量的测定	126



实验一 食品的密度测定

一、目的

- (1) 掌握液体食品密度的测定方法。
- (2) 了解与掌握液体密度测定仪器的使用方法。

二、原理

相对密度是指一物质质量与同体积同温度纯水质量的比值，一般密度是指20℃时的密度，用 r_{20}^{20} 表示，也可用某一物质的质量与同体积4℃水的质量的比值，用 r_4^{20} 表示。

三、测定

1. 第一法（密度瓶法）

- (1) 仪器 附温度计的密度瓶，如图1-1(a)所示。

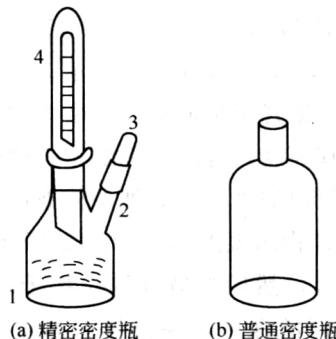


图 1-1 密度瓶

1—密度瓶；2—支管标线；3—支管上小帽；4—附温度计的瓶盖

(2) 操作方法 取洁净、干燥精密称量的密度瓶，装满样品后，置 20℃ 水浴中浸 0.5h，使内容物温度达到 20℃，盖上瓶盖，并用细滤纸条吸去支管标线上的样品，盖好小帽后取出，用滤纸将密度瓶外擦干，置天平室内 0.5h，称量。再将样品倾出，洗净密度瓶，装满水，以下按上述自“置 20℃ 水浴中浸 0.5h”起依法操作。密度瓶内不能有气泡，天平室内温度不能超过 20℃，否则不能使用此法。

(3) 结果计算

$$X = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \quad (1-1)$$

式中， X 为样品的密度； m_0 为密度瓶的质量，g； m_1 为密度瓶和水的质量，g； m_2 为密度瓶和样品的质量，g。

2. 第二法（密度计法）

(1) 仪器 密度计：上部细管中有刻度标签，表示密度读数，下部球形内部装有汞和铅块。

(2) 操作方法 将密度计洗净擦干，缓缓放入盛有待测液体样品的适当量筒中，勿使其触碰容器四周及底部，保持样品温度在 20℃，待其静置后，再轻轻按下少许，然后待其自然上升，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，即为样品的密度。

3. 第三法（密度天平法）

密度天平如图 1-2 所示，由支架 1、横梁 5、玻锤 10、玻璃圆筒 9、砝码 11 及游码 8 组成。横梁 5 的右端等分为 10 个刻度，玻锤 10 在空气中的质量准确为 15g，内附温度计，温度计上有一道红线或一道较粗的黑线用来表示在此温度玻锤能准确排开 5g 水重。此密度天平是水在该温度时的密度为 1。玻璃圆筒用来盛样品。砝码 11 的质量与玻锤相同，用来在空气中调节密度天平的零点。游码组 8 本身质量为 5g、0.5g、0.05g、0.005g，在放置于密度天平的横梁上时表示重量的比例为 0.1、0.01、0.001、0.0001，如 0.1 放在密度天平横梁 8 处即表示 0.8，0.01 放在 9 处表示 0.09，余类推。

操作方法为测定时将支架置于平面桌上，横梁架于刀口处，挂钩处挂上砝码，调节升降旋钮，至适宜高度，旋转调零旋钮，使两指针吻合，然后取下砝码，挂上玻锤，在玻璃圆筒内加水至 4/5 处，使玻锤沉于玻璃圆筒内，调节水温至 20℃（即玻锤内温度计指示温度），将 0.1 的游码挂在横梁的刻度处，再调节调零旋钮使两指针吻合，然后将玻锤取出擦干，加欲测样品于干净圆筒中，使玻锤浸入至以前相同的深度，保持样品温度在 20℃，试放四种游码，至横梁上两指针吻合，游码所表示的总质量即为 20℃ 时的密度。玻锤放入圆筒内时，勿使其碰及圆筒四周及底部。

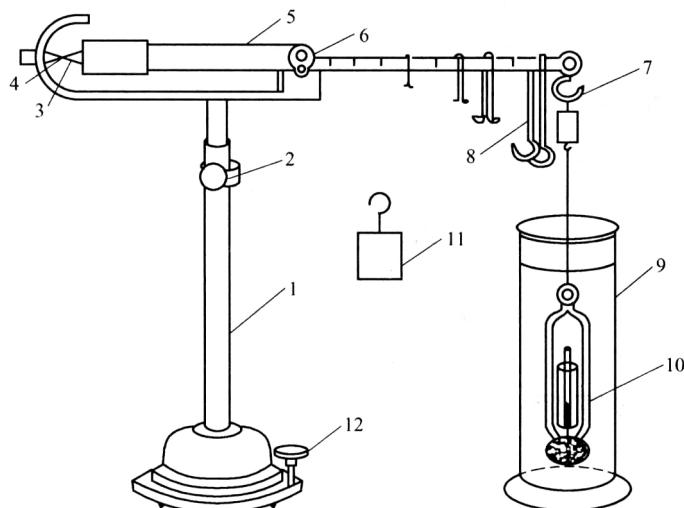


图 1-2 密度天平

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—玻锤；11—砝码；12—调零旋钮

四、举例：牛乳密度测定

1. 仪器

(1) 乳稠计 牛乳密度用乳稠计测定，乳稠计有 $20^{\circ}\text{C}/4^{\circ}\text{C}$ 和 $15^{\circ}\text{C}/15^{\circ}\text{C}$ 两种。

$$a + 2^{\circ} = b \quad (1-2)$$

式中， a 表示 $20^{\circ}\text{C}/4^{\circ}\text{C}$ 测得的读数，($^{\circ}$)； b 表示 $15^{\circ}\text{C}/15^{\circ}\text{C}$ 测得的读数，($^{\circ}$)。

(2) 量筒 量筒高应大于乳稠计的长度，其直径大小应使乳稠计沉入后，量筒内壁与乳稠计的周边距离不小于 5mm。

2. 方法

将 $10\sim25^{\circ}\text{C}$ 的牛乳样品小心地注入容积为 250mL 的量筒中，加到量筒容积的 $3/4$ ，勿使发生泡沫。用手拿住乳稠计上部，小心地将它沉入到相当标尺 30° 处，放手让它在乳中自由浮动，但不能与筒壁接触。待静止 $1\sim2\text{min}$ 后，读取乳稠计度数，以牛乳表面层与乳稠计的接触点，即新月形表面的顶点为准。

根据牛乳温度和乳稠计度数，查牛乳温度换算表，将乳稠计度数换算成 20°C 或 15°C 时的度数。

密度 (r_4^{20}) 与乳稠计度数的关系如式(1-3) 所示。

$$\text{乳稠计度数} = (r_4^{20} - 1.000) \times 1000 \quad (1-3)$$

3. 计算举例

牛乳试样温度为 16°C, 用 20°C/4°C 的乳稠计测得密度为 1.0305, 即乳稠计读数为 30.5°。换算成温度 20°C 时乳稠计度数, 查表, 同 16°C、30.5° 对应的乳稠计度数为 29.5°, 即 20°C 时的牛乳密度为 1.0295。

若计算全乳固体, 则可换算成 15°C/15°C 的乳稠计度数, 这可直接从 20°C/4°C 的乳稠计读数 29.5° 加 2° 求得, 即 $29.5^\circ + 2^\circ = 31.5^\circ$ 。

五、注意事项

1. 密度瓶法

- ① 密度瓶要清洁、干燥, 测定时瓶内不能有气泡产生;
- ② 调节温度时不要低于天平室内的温度, 否则样品外溢;
- ③ 若水温为 4°C, 而不是 20°C 的水, 测得值要乘以一个校正系数 0.99823 (密度)。
- ④ 对于样品含糖量高及黏稠液体, 测定密度时使用毛细管密度瓶。

2. 密度计法

采用密度计测定相对密度时, 玻璃圆筒要放在平的实验台或桌面上, 使密度计悬在量筒中心, 不要碰及容器四周和底部。

六、思考题

1. 为什么某些食品要测密度?
2. 以密度瓶法测定相对密度时误差来源有哪几方面? 如何防止?

参 考 文 献

[1] GB/T 5009.2—2003 食品的相对密度的测定。



实验二 全脂乳粉中水分的测定

一、目的

1. 通过本实验掌握全脂乳粉水分测定的方法。
2. 领会常压干燥法测定水分的原理及操作要点。
3. 熟悉烘箱的使用，以及天平称量、恒重等基本操作。

二、原理

食品中的水分一般是指在大气压下，在100℃左右加热所失去的物质。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。

干燥法必须符合下列条件（对食品而言）：

- (1) 水分是唯一挥发成分 这就是说，在加热时只有水分挥发。例如，样品中含酒精、香精油、芳香脂都不能用干燥法，这些都有挥发成分。
- (2) 水分挥发要完全 对于一些糖和果胶、明胶所形成冻胶中的结合水，它们结合得很牢固，不易排除。有时样品被烘焦以后，样品中的结合水都不能除掉。因此，采用常压干燥的水分，并不是食品中总的水分含量。
- (3) 食品中的其他成分由于受热而引起的化学变化可以忽略不计。

三、仪器与试剂

1. 仪器

分析天平、烘箱、称量瓶、干燥器。

2. 试剂

全脂乳粉。

四、操作方法

(1) 将称量瓶清洗干净, 在 100~105℃ 烘箱内干燥 0.5h, 置于干燥器内冷却 25~30min, 取出于分析天平中称重, 重复操作至恒重, 准确至 0.2mg。

(2) 准确称取 3~5g 奶粉样品于已恒重的有盖铝皿或玻璃称量皿中, 将称量皿连同样品置于 100~105℃ 烘箱内, 开盖。经 2~3h 后取出, 加盖, 置于干燥皿中冷却 25~30min 后, 将盖盖紧, 于分析天平中称重。

(3) 重复以上操作, 直至前后两次质量差不超过 0.002g 即为恒重。油脂或高脂肪样品, 由于脂肪氧化, 而使后一次质量可能反而增加, 应以前一次重量计算, 从干燥前后质量差计算出奶粉水分的百分含量。

五、结果计算

$$\text{水分}(\%) = \frac{G_2 - G_1}{W} \times 100 \quad (2-1)$$

$$\text{干燥物}(\%) = 100 - \text{水分含量}(\%)$$

式中, G_1 表示恒重后称量皿和样品质量, g; G_2 表示称量皿和样品质量, g; W 表示样品质量, g。

六、注意事项

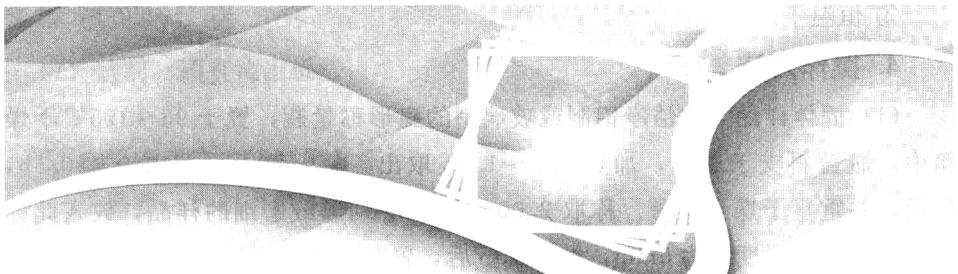
1. 分析天平使用前要预热半小时, 调平后方可使用。
2. 有盖的称量皿放到烘箱里时, 要开盖放置烘干。

七、思考题

为什么在开始恒重时后一次重量可能反而增加?

参考文献

- [1] GB 5009.3—2010 食品安全国家标准 食品中水分的测定.



实验三 食品中水分的测定

一、第一法 直接干燥法

1. 目的

- (1) 了解采用常压干燥法测定水分的方法。
- (2) 熟练和掌握分析天平使用方法。
- (3) 明确造成测定误差的主要原因。

2. 原理

利用食品中水分的物理性质，在101.3kPa（一个大气压）、温度100～105℃使样品中水分挥发，测定样品干燥减少的重量，通过干燥前后的称量数值计算出食品中水分的含量。

3. 试剂与仪器

(1) 试剂

- ① 6mol/L 盐酸 量取100mL 浓盐酸，加水稀释至200mL。
- ② 6mol/L 氢氧化钠溶液 称取24g 氢氧化钠，加水溶解并稀释至100mL。
- ③ 海砂 取水洗除去泥土的海砂或河砂，先用6mol/L 盐酸煮沸0.5h，用水洗至中性，再用6mol/L 氢氧化钠溶液煮沸0.5h，用水洗至中性，经105℃干燥备用。

(2) 仪器

- ① 扁形铝制或玻璃制称量瓶。
- ② 干燥器：内附有效干燥剂。
- ③ 天平：感量为0.1mg。

④ 恒温干燥箱。

4. 操作方法

(1) 固体样品 取洁净铝制或玻璃制的扁形称量瓶，置于95~105℃干燥箱中，瓶盖斜支于瓶边，加热0.5~1.0h取出盖好，置干燥器内冷却0.5h，称量，并重复干燥至恒重。称取2.00~10.00g切碎或磨细的样品，放入此称量瓶中，样品厚度约为5mm，加盖称量后，置95~105℃干燥箱中，瓶盖斜支于瓶边，干燥2~4h后，盖好取出，放入干燥器内冷却0.5h后称量。然后再放入95~105℃干燥箱中干燥1h左右，取出，放干燥器内冷却0.5h后再称量。至前后两次质量差不超过2mg，即为恒重。

(2) 半固体或液体样品 取洁净的蒸发器，内加10.0克海砂及一根小玻璃棒，置于95~105℃干燥箱中，干燥0.5~1.0h后取出，放入干燥器内冷却0.5h后称量，并重复干燥至恒量。然后精密称取5~10g样品，置于蒸发器中，用小玻璃棒搅匀放在沸水浴上蒸干，并随时搅拌，擦去皿底的水滴，置95~105℃干燥箱中干燥4h后盖好取出，放入干燥器内冷却0.5h后称量。然后再放入95~105℃干燥箱中干燥1h左右，取出，放干燥器内冷却0.5h，称量，至前后两次质量差不超过2mg，即为恒重。

5. 计算

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_3} \times 100 \quad (3-1)$$

式中，X表示样品中水分的含量，%； m_1 表示称量瓶（或蒸发皿加海砂、玻棒）和样品的质量，g； m_2 表示称量瓶（或蒸发皿加海砂、玻棒）和样品干燥后的质量，g； m_3 表示称量瓶（或蒸发皿加海砂、玻棒）的质量，g。

二、第二法 减压干燥法

1. 目的

- (1) 了解真空干燥法测定水分的方法。
- (2) 熟练和掌握分析天平使用方法。
- (3) 明确造成测定误差的主要原因。

2. 原理

食品中的水分是指在一定的温度及压力的情况下失去物质的总量，适用于含糖、味精等易分解的食品。

3. 试剂与仪器

- (1) 试剂 同直接干燥法。
- (2) 仪器
 - ① 扁形铝制或玻璃制称量瓶。
 - ② 干燥器：内附有效干燥剂。
 - ③ 天平：感量为 0.1mg。
 - ④ 真空干燥箱。

4. 操作方法

按直接干燥法要求称取样品，放入真空干燥箱内，将干燥箱连接水泵，抽出干燥箱内空气至所需压力（一般为 $300\sim400\text{mmHg}^{\bullet}$ ），并同时加热至所需温度($50\sim60^{\circ}\text{C}$)。关闭通水泵或真空泵上的活塞，停止抽气，使干燥箱内保持一定的温度和压力，经一定时间后，打开活塞，使空气经干燥装置缓缓通入至干燥箱内，待压力恢复正常后再打开。取出称量瓶，放入干燥器中 0.5h 后称量，并重复以上操作至恒量（前后两次质量差不超过 2mg，即为恒重）。

5. 计算

同直接干燥法。

三、第三法 蒸馏干燥法

1. 目的

- (1) 了解采用蒸馏法测定水分的方法。
- (2) 熟练和掌握分析天平使用方法。
- (3) 明确造成测定误差的主要原因。

2. 原理

利用食品中水分的物理化学性质，使用水分测定器将食品中的水分与甲苯或二甲苯共同蒸出，根据接收的水的体积计算出试样中水分的含量。本方法适用于含较多其他挥发性物质的食品，如油脂、香辛料等。

3. 试剂与仪器

- (1) 试剂 甲苯或二甲苯（化学纯）：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。

[•] $1\text{mmHg}=133.322\text{Pa}$ 。

(2) 仪器

① 水分测定器 如图 3-1 所示 (带可调电热套)。水分接收管容量为 5mL, 最小刻度值 0.1mL, 容量误差小于 0.1mL。

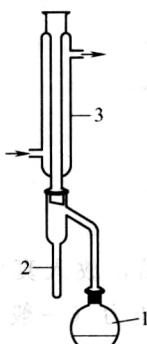


图 3-1 水分测定器

1—250mL 蒸馏瓶；2—水分接收管，有刻度；3—冷凝管

② 分析天平。

4. 操作方法

准确称取适量试样 (应使最终蒸出的水在 2~5mL, 但最多取样量不得超过蒸馏瓶的 2/3), 放入 250mL 锥形瓶中, 加入新蒸馏的甲苯 (或二甲苯) 75mL, 连接冷凝管与水分接收管, 从冷凝管顶端注入甲苯, 装满水分接收管。加热慢慢蒸馏, 使每秒的馏出液为 2 滴, 待大部分水分蒸出后, 加速蒸馏约每秒 4 滴, 当水分全部蒸出后, 接收管内的水分体积不再增加时, 从冷凝管顶端加入甲苯冲洗。如冷凝管壁附有水滴, 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滴附着, 接收管水平面保持 10min 不变为蒸馏终点, 读取接收管水层的容积。

5. 计算

$$X = \frac{V}{m} \times 100 \quad (3-2)$$

式中, X 为试样中水分的含量, $\text{mL}/100\text{g}$ (或按水在 20℃ 的密度 0.9982g/mL 计算质量); V 为接收管内水的体积, mL ; m 为试样的质量, g 。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示, 结果保留三位有效数字。

四、思考题

- 测定食品中水分的主要方法有几种, 其原理及适用范围是什么?