
揭阳职业技术学院

Jieyang Vocational & Technical College

教案

系（部）： 化工系

讲授课程： 食品分析

任课教师： 倪珊梅

专业班级： 分检技术 241/242/3+证书 241

授课学期： 2025-2026 学年第一学期

揭阳职业技术学院化工系

2025 年 9 月

“食品分析”课程综述

一、本课程的主要内容

本课程选用了化学工业出版社出版的高职高专“十二五”规划教材系列，李京东、余奇飞、刘丽红主编的《食品分析与检验技术》（2016年第二版）作为教材，本课程是分检技术专业重要的专业基础必修课。食品分析课程以化学分析为主线，强调化学分析理论在食品分析中的应用，以论证性实验为主，培养学生理论联系实际，解决生产中的实际问题。同时也是一门实践性很强的课程，根据课程的特色，既要求学生除了掌握食品分析的基本理论，能根据检测要求合理选用分析方法并进行误差分析之外，还要求学生在实验课中，学会基本操作技能，了解最新方法的进展，以及今后的发展方向。

二、本课程与其他课程的关系

从相关的《专业人才培养方案》可以看出，《食品分析》是分检技术专业的一门专业必修课，是该专业的基础理论课程，有助于学生全面认识食品检验的作用，是分检技术专业学生学习其他专业课程的基础及补充。理论结合实践，学生理解常规药品检验以及掌握各种检验技术对其职业能力培养和职业素养养成起主要支撑作用。

三、本课程的现状

食品分析与检验技术是高职分检技术类专业的专业核心课程，培养学生食品分析检验岗位的专项能力，对完成本专业高素质技术技能型人才的培养有极其重要的作用。本课程按工作岗位任务分章节进行教授，采用国家标准检测方法或最新行业标准检测方法，通过“做中学，学中做”实现教学目标，并在相关知识方面介绍其他常用的分析检验方法，使学生能够在未来工作岗位上，根据岗位条件对样品进行分析检验，满足工作需要。

四、本课程的发展

本课程采用项目分析为切入点，将理论知识和实践技能相结合，突出岗位操作技能，培养学生食品分析与检验应具备的专项能力。食品分析与检验技术作为一门实际运用的检验技术，从形式到内容也在不断发展变化。

理论课程引入两个思政案例，分别是思政案例一：【“公平的样本”——食品采样与处理中的科学、责任与良知】思政案例二：【标准之盾，守护你我——解读〈食品安全国家标准〉中的为民情怀】这个案例与第一个关于“数据诚信”的案例形成完美呼应：第一个案例解决“如何真实地测出数据”，第二个案例解决“为何要坚定地守住标准”，共同构成了技术能力和职业精神培养的闭环。实验课堂引入思政案例一：“小数点”背后的千钧重担，构成了从“采样-前处理-分析-判标”的完整思政链条，全方位塑造学生的职业人格。

授课日期

第一、二周

教案编号

1

课程名称	食品分析		专业班级	分检技术 241/242/3+证书 241
教材名称	食品分析与检验技术			
授课题目	任务一 食品样品的采集与处理			
授课学时	2节 () ; 3节 () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)			
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 () ; 其它 ()			
教学目的	1. 了解食品分析的一般程序, 掌握食品样品采集、制备和保存方法。 2. 了解食品样品预处理的基本原理, 掌握食品样品预处理方法。			
教学重点	1. 掌握食品样品采集、制备和保存方法。 2. 掌握食品样品预处理方法。			
教学难点	不同食品样品采集、制备和保存方法, 不同食品样品预处理方法。			
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 () ; 示教 () ; 其它 ()			
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint () ; Author ware () ; 其它 ()		
	无 ()			
教学资源	多媒体 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 () ; 音像 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 其它 ()			
教学过程 时间安排	课程的总体安排和概述 (60min) 思政案例一: 【“公平的样本”——食品采样与处理中的科学、责任与良知】(30min) 第一节 项目茶取样 (30min) 第二节 食品样品的采集(30min) 第三节 食品样品的预处理(30min)			
思 考 题	1. 食品采样的原则是什么? 2. 食品采样的步骤有哪些? 检样、原始样品和平均样品有什么不同? 3. 为什么要对样品进行保存? 保存条件是什么? 4. 为什么要对被检样品进行预处理, 常用的方法有哪些?			
作 业	P5 第 2.4 题			
教学后记	因为“采样”是分析的源头, 处理的“代表性”和“公正性”直接决定了最终数据的有效性。这是一个融入科学精神、职业道德和法治思维的绝佳切入点。引入思政案例一: 【“公平的样本”——食品采样与处理中的科学、责任与良知】			

任务一 食品样品的采集与处理

思政案例一：【“公平的样本”——食品采样与处理中的科学、责任与良知】

一、 案例背景与导入

场景设置： 在《食品分析》课程“样品的采集、制备与保存”章节开始时，作为引导性案例。

故事叙述：“同学们，假设我们是第三方检测机构的采样员。受市场监督管理局委托，对本地各大农贸市场的猪肉进行‘瘦肉精’的专项抽检。”

“我们来到了一个摊位前。摊主非常热情，主动从柜台最显眼、色泽最鲜红的一块上好五花肉上切下一大块，递给我们说：‘老师，检这个！我这肉最好，绝对没问题！’”

“与此同时，我们的目光扫过整个摊位，发现角落里的一个肉钩上挂着几块颜色稍深、略显干瘪的猪肉。凭借职业敏感，我们觉得这些肉似乎有些可疑。”

提出问题：“现在，我们应该采集哪个样本？是接受摊主主动提供的‘最优样本’，还是坚持根据自己的专业判断，去采集那些‘可疑样本’？这个看似简单的选择，背后却大有文章。”

二、 思政映射与核心讨论（“三重抉择”）

引导学生从科学性、公正性和人文性三个维度进行思考和辩论。

1. 科学层：采样的“代表性”原则——科学精神的基石

- 讨论点： 食品分析的目的是什么？是为了证明“最好的一块肉”合格，还是为了了解“整批肉”的真实情况？

- 思政融入：

- 坚守科学精神： 采样必须遵循随机性和代表性原则。这是整个食品分析工作的科学基石。主动接受被检方提供的“最优样本”，是严重的学术不端和职业失德行为，会使检测结果完全失真，失去监管意义。

- 技术规范是底线： 带领学生回顾国家标准（如 GB/T 30891-2014 《水产品抽样规范》或类似标准）中对抽样方法、部位、数量的严格规定。强调严格按标准操作（SOP）本身就是科学精神和工匠精神的体现。我们的每一个操作，都不是随意的，而是有法可依、有章可循的。

2. 公正层：采样的“第三方”立场——职业操守的试金石

- 讨论点： 我们作为受政府委托的第三方，究竟应该对谁负责？

- 思政融入：

- 坚守公正立场：第三方检测机构的生命线在于独立、公正、诚信。我们必须对委托人（政府监管部门）和最终的消费者负责，而不是对被抽检的商户负责。我们的角色是“裁判员”，而不是“运动员”的朋友。

- 抵制诱惑与压力：在现实中，采样员可能会面对商户的套近乎、说情、甚至威胁。教育学生，手中的采样工具不仅是技术工具，更是维护公平正义的“权杖”。要能做到不惧、不惑、不贪，坚守职业道德的底线。

3. 智慧与人文层：采样的“艺术”——沟通与服务的温度

- 讨论点： 如果我们坚持要抽样角落里的肉，摊主反应激烈，拒不配合，我们该怎么办？

- 思政融入：

- 依法办事的智慧：首先明确，配合监督抽检是法律规定的义务。但同时，要讲究沟通的艺术和方法。可以平静而坚定地告知：“师傅，非常感谢您的配合。但根据我们的抽样规范，必须从不同的部位随机取样，这是国家规定，也是为了对您和所有消费者公平。请您理解和支持我们的工作。”

- 为人民服务的初心：最终目的是为了保障食品安全，维护市场秩序，这既保护了守法经营的商户（打击劣币驱逐良币），也保护了广大消费者。让学生理解，他们看似“找麻烦”的行为，实则是在保护绝大多数人的利益，是在践行“人民至上”的理念。采样工作不仅是技术活，更是群众工作。

三、 教学实施建议

1. 形式：角色扮演（模拟采样现场）

- 让学生分组，分别扮演“采样员”和“商户”。
- 设计不同难度的情景：如配合的商户、不配合的商户、试图贿赂的商户等。
- 让“采样员”在现场处理情况，其他同学观摩和点评。教师最后进行总结和引导。

2. 教师总结升华：

• “同学们，采样是分析之始，也是责任之始。一个失去代表性的样本，后面无论用多么昂贵的仪器、多么精密的分析方法，得出的都将是毫无意义的‘垃圾数据’，甚至会成为欺瞒公众、助纣为虐的‘帮凶’。”

• “我们将来可能不会每个人都去做高精尖的仪器分析，但很多人会从采样员、品控员做起。不要小看这个岗位，你们是食品安全防线上最前沿的‘哨兵’。你们的专业、公正和诚信，直接决定了整条防线的牢固程度。”

• “希望大家牢记：科学规范是‘术’，公平公正是‘道’，为民服务是‘魂’。只有将三者结合，才能成为一名真正合格的食品分析人。”

四、预期效果

通过这个案例，学生能够：

- 深刻理解采样工作在整个分析流程中的决定性意义，树立“源头正确”的意识。
- 将职业道德和法治观念具体化到“拒绝不当样本”、“严格按标准抽样”等实际操作中。
- 提升在复杂现实情境下的沟通能力、应变能力和抗压能力。
- 从采样这个起点上，就建立起强烈的职业荣誉感和社会责任感，明白自己工作的深远影响。

❖ 一、案例

❖ 二、选用的国家标准

☞ GB/T8302-2013 茶取样。

❖ 三、取样方法

☞ 1. 大包装茶取样

☞ 2. 小包装茶取样

☞ 3. 紧压茶取样

☞ 4. 样品的包装和标签

☞ 5. 样品运送

☞ 6. 取样报告单

☞ 7. 取样工具

❖ 四、相关知识

❖ （一）食品样品的采集

☞ 样品的采集：

❖ 又称为采样，是指从大量分析对象中抽取具有代表性的一部分样品

作为分析化验样品过程。

☞ 食品采样的原则

- ❖ (1) 代表性:
- ❖ (2) 真实性:
- ❖ (3) 准确性:
- ❖ (4) 及时性:

❖ 3. 食品采样方法

☞ 随机抽样、代表性取样

☞ (1) 均匀固体样品 (如粮食、粉状食品)

- ❖ 四分法是指将原始样品充分混合后堆积在清洁的玻璃板上, 压平成厚度在 3cm 以下的图形, 并划成 “+” 字线, 将样品分成四份, 取对角的两份混合, 再用同样方法分四份, 取对角的两份, 直到获得平均样品。

☞ (2) 粘稠的半固体样品 (如动物油脂、果酱等)

☞ (3) 液体样品 (如酒类、乳类等)

☞ (4) 不均匀固体食品样品 (如鱼、肉、水果、蔬菜等)

☞ (5) 小包装食品 (如罐头、袋装奶粉等)

❖ 4. 食品采样数量

☞ 要求:

- ❖ 送检样品应为可食部分食品
- ❖ 约为检验需要量的 4 倍
- ❖ 一套三份
- ❖ 每份不少于 0.5~1kg
- ❖ 同一批号的完整小包装食品
 - ❖ 250g 以上的包装不得少于 6 个
 - ❖ 250g 以下的包装不得少于 10 个。

❖ 5. 食品样品的制备

☞ 食品样品的制备

- ❖ 为了确保分析的准确性, 将得到的大量质地、组成不均匀的样品进行粉碎、混匀、缩分的过程。

☞ (1) 液体、浆体或悬浮液

☞ (2) 固体样品

☞ (3) 罐头

注意: 食品样品制备时要避免易挥发性物质的逸散, 防止样品理化

成分的改变，对进行微生物检测的样品需要无菌操作。

❖ 6. 食品样品的保存

☞ 要求：

- ❖ 将样品置于密封洁净的容器内，在阴暗处保存；
- ❖ 易腐败食物样品置于 0~5℃ 冰箱中，但时间不能太长；
- ❖ 存放的样品要按照日期、批号、编号摆放，便于查找，
- ❖ 检查后样品一般需要保留 1 个月以备复验。

❖ (二) 食品样品的预处理

☞ 1、有机物破坏法

☞ 有机物破坏法

- ❖ 在高温或高温加强氧化条件下经长时间处理，有机物分解，呈气态逸散，而使被测组分存留下来，常用在食品中的金属元素或某些非金属元素（如砷、硫、氮、磷）含量测定。有机物破坏法根据条件不同分为干法灰化和湿法消化。

☞ (1) 干法灰化：

☞ (2) 湿法消化：

- ❖ 常用的强氧化剂包括硫酸、硝酸、高氯酸、过氧化氢、高锰酸钾等。

❖ 2. 蒸馏法

☞ 蒸馏法是指利用被测物质中各组分挥发性的不同来进行分离的方法。

- ❖ 常用的蒸馏法包括常压蒸馏法、减压蒸馏法、水蒸气蒸馏法、分馏等。

❖ 3. 溶剂提取法

☞ 溶剂提取法是指利用各种无机溶剂或有机溶剂，从样品中抽提出被检测物质或把干扰物去除的方法，

- ❖ 常用的方法包括浸提法（振荡浸渍法、捣碎法、索氏提取法），萃取法。
- ❖ 常用的提取剂有水、稀酸、稀碱等无机溶剂，乙醇、乙醚、氯仿、丙酮、石油醚等有机溶剂。

❖ 4. 色层分离法

☞ 色层分离法是指在载体上进行物质分离的一些列方法的总称。

- ❖ 吸附色谱分离、分配色谱分离、离子交换色谱分离。

❖ 5. 磺化法和皂化法

☞ 磺化法是指利用硫酸处理样品，样品中脂肪被浓硫酸磺化，并与脂肪和色素中的不饱和键起加成作用，形成可溶于水和浓硫酸的强极性化合物，不再被

弱极性的有机溶剂溶解，达到分离净化的目的。

☞ 皂化法是指利用热碱溶液处理提取液，通过 KOH-乙醇溶液将脂肪等杂质皂化除去，达到净化目的。

❖ 6. 沉淀分离法

☞ 沉淀分离法是指利用沉淀分离的方法。通常是在样液中加入沉淀剂，使被检测组分或干扰组分沉淀，然后进行分离。

❖ 7. 掩蔽法

☞ 掩蔽法是指利用掩蔽剂与样品溶液中的干扰成分作用，使干扰成分成为不干扰测定结果的物质，即掩蔽起来。

❖ 8. 浓缩法

☞ 浓缩法是指样品在经过提取、净化后，在净化液体积较大，或者是样品中被测组分含量较低时，为方便检测需要对样液进行浓缩，达到提高被检测成分浓度的目的。

❖ 常压浓缩法、减压浓缩法。

❖ 9. 微波消解法

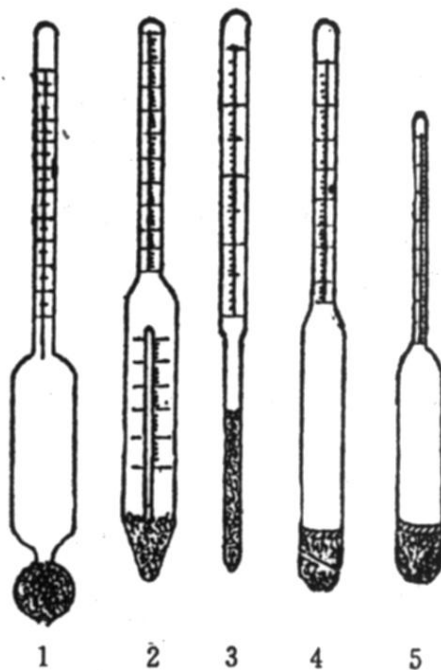
☞ 近年来兴起的一种样品预处理方法。是将样品置于微波消解炉中，利用微波加热技术使样品消解。

授课日期	第三周	教案编号	2
课程名称	食品分析	专业班级	分检技术 241/242/3+证书 241
教材名称	食品分析与检验技术		
授课题目	任务二 物理检验		
授课学时	2节 () ; 3节 () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 实验 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 见习 () ; 实训 () ; 其它 ()		
教学目的	1. 掌握测定食品的相对密度、折射率、旋光度、黏度、二氧化碳的方法。 2. 明确密度计法测定食品的相对密度、折光法测定饮料中可溶性固形物含量、旋光法测定食品中粗淀粉含量、黏度的测定、二氧化碳含量的测定的原理和方法。		
教学重点	1. 掌握测定食品的相对密度的方法，能准确得出食品相对密度。 2. 明确密度计法测定食品的相对密度、折光法测定饮料中可溶性固形物含量、旋光法测定食品中粗淀粉含量、黏度的测定、二氧化碳含量的测定的原理和方法。		
教学难点	1. 掌握测定食品的相对密度的方法，能准确得出食品相对密度。 2. 明确密度计法测定食品的相对密度、折光法测定饮料中可溶性固形物含量、旋光法测定食品中粗淀粉含量、黏度的测定、二氧化碳含量的测定的原理和方法。		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 示教 () ; 其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint () ; Author ware () ; 其它 ()	
	无 ()		
教学资源	多媒体 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 () ; 音像 () ; 其它 ()		
教学过程 时间安排	项目一：测定食品的相对密度 (60min) 项目二：罐头食品可溶性固形物含量的测定 (5min) 项目三：测定味精中谷氨酸钠的含量 (5min) 项目四：测定淀粉的黏度 (5min) 项目五：测定碳酸饮料中二氧化碳的含量 (15min)		
思考题	P28		
作 业	问题：P27 第一、二题		
教学后记			

任务二 物理检验

项目一：测定食品的相对密度

- ❖ 一、案例
- ❖ 二、选用的国家标准
 - ☞ GB/T 5009.2-2003 食品的相对密度的测定。
- ❖ 三、测定方法
 - ☞ 1. 估计所测液体密度值的可能范围，根据所要求的精度选择密度计。
 - ☞ 2. 将待测试样沿内壁缓缓注入清洁、干燥的玻璃量筒中。
 - ☞ 3. 用少量待测样液将密度计洗净擦干，缓缓放入盛有待测液体试样的量筒中，勿使其碰及容器四周及底部，保持试样温度在 20℃，待其静止后，再轻轻按下少许，然后让其自然上升。
 - ☞ 4. 待密度计静止并无气泡冒出后，从水平位置观察与液面相交处的刻度，以弯月面下缘最低点为准，读数即为试样的相对密度。
- ❖ 5. 仪器
 - ☞ (1) 密度计的结构：



- ☞ (2) 密度计的分类：
- ❖ 6. 注意事项
 - ☞ (1) 选择刻度范围适当的密度计。
 - ☞ (2) 量筒的选取应根据密度计的长度确定，密度计要缓慢插入液体中。
 - ☞ (3) 密度计使用前要洗涤干净。

- ❧ (4) 读数时以弯月面下缘最低点为准
 - ❖ 对于颜色较深的液体，不易看清弯月面下缘时，则以弯月面上缘为准。
- ❧ (5) 该法操作简便迅速，但准确性差，需要样液量多，且不适用于极易挥发的样品
- ❖ 四、相关知识
 - ❧ (一) 密度计法测定相对密度的原理
 - ❖ 密度计法测定密度的依据是阿基米德定律，浸在液体里的物体受到向上的浮力，浮力的大小等于物体排开液体的质量。
 - ❖ 密度计有一定质量，液体的密度越大，密度计就浮得越高，因此可以从密度计的刻度直接读取相对密度的数值或某种溶质的质量分数。
 - ❖ (二) 密度与相对密度的概念
 - ❧ 密度
 - ❖ 指物质在一定温度下单位体积的质量，以符合 ρ 表示，其单位是 g/cm^3 。
 - ❧ 相对密度
 - ❖ 指某一温度下物质的质量与同体积某一温度下水的质量之比
 - ❖ 以 ρ_{T1} / ρ_{T2} 表示， $T1$ 表示物质的温度， $T2$ 表示水的温度。相对密度是物质重要的物理常数，是无因次量（没有单位）。
 - ❖ 工业上为方便起见，常用液体在 20°C 的质量与同体积的水在 4°C 时的质量之比来表示物质的相对密度，用 d_{4}^{20} 表示：
 - ❖ (三) 不同密度计的读数与校正方法
 - ❧ 1. 波美计
 - ❖ 用波美度来表示液体浓度的大小，分为重表和轻表。
 - ❖ 重表用于测定相对密度大于1的溶液，轻表用于测定相对密度小于1的溶液。
 - ❖ 波美计的刻度符号用 $^\circ\text{Be}'$ 表示， $1^\circ\text{Be}'$ 表示待测溶液中溶质的质量分数为1%。其刻度方法是以 20°C 为标准温度，在蒸馏水中为 $0^\circ\text{Be}'$ ，在纯硫酸中为 $66^\circ\text{Be}'$ ，在15%氯化钠溶液中为 $15^\circ\text{Be}'$ 。
 - ❖ 2. 酒精计
 - ❧ 酒精计是用来测量酒精浓度的密度计，用已知酒精浓度的纯酒精溶液来标定。
 - ❖ 以 20°C 时在蒸馏水中为0，在1%的酒精溶液中为1，即100mL酒精

溶液中含乙醇 1mL，从酒精计上可以直接读取酒精溶液的体积分数。

- ❖ 酒精计分 0~30、30~60 和 60~100 三种
- ❖ 3. 糖锤度计
 - ☞ 糖锤度计是专用于测定糖液浓度的密度计。
 - ❖ 20℃下标示，在蒸馏水中为 0° Bx，在 1%的蔗糖溶液中为 1° Bx。
 - ❖ 任何温度下测定，从锤度计上可直接读数
- ❖ 4. 乳稠计
 - ☞ 乳稠计是专用于测定牛乳相对密度的密度计，测量相对密度的范围是 1.015~1.045。
 - ❖ 将相对密度减去 1.000 后再乘以 1000 作为刻度，用度（°）表示，其刻度范围为 15~45。
 - ☞ 乳稠计分为两种：
 - ❖ 一是按 20° /4° 标定
 - ❖ 一是按 15° /15° 标定
- ❖ （四）密度瓶法测定相对密度（比重瓶法）
 - ☞ 在 20℃时分别测定充满同一密度瓶的水及试样的质量即可计算出相对密度。。
 - ☞ 1. 测定方法
 - ❖ （1）称空瓶重：
 - ❖ （2）称样液：
 - ❖ （3）称蒸馏水：
 - ☞ 2. 仪器
 - ❖ 密度瓶
- ❖ 4. 注意事项
 - ☞ （1）本法适用于测定各种液体食品的相对密度，结果准确，但操作较繁琐。
 - ☞ （2）测定较粘稠样液时，宜使用具有毛细管的密度瓶。
 - ☞ （3）密度瓶使用前应恒重，检查瓶盖与瓶是否配套；水及样品必须装满密度瓶，瓶内不得有气泡。
 - ☞ （4）恒温时要注意及时用滤纸条吸去溢出的液体，不能让液体溢出到瓶壁上；拿取已达恒温的密度瓶时，不得用手直接接触密度瓶球部，以免液体受热流出，应带隔热手套拿取瓶颈或用工具夹取。
 - ☞ （5）水浴用的水必须清洁无油污，防止瓶外壁被污染。
 - ☞ （6）天平室温度不得高于 20℃，以免液体膨胀流出。

项目二：罐头食品可溶性固形物含量的测定

- ❖ 一、案例
- ❖ 二、选用的国家标准
 - ☞ GB/T 10786-2006 罐头食品的检验方法。
- ❖ 三、测定方法
 - ☞ 1. 测试溶液的制备
 - ❖ (1) 透明的液体制品：
 - ❖ (2) 非粘稠制品（果浆、菜浆制品）：
 - ❖ (3) 粘稠制品（果酱、果冻等）：
 - ❖ (4) 固相和液相分开的制品：
 - ❖ 4. 仪器
 - ☞ (1) 阿贝折光计。
 - ☞ (2) 组织捣碎器。
 - ❖ 5. 注意事项
 - ☞ (1) 测定时温度最好控制在 20℃ 左右，尽可能缩小校正范围。
 - ☞ (2) 同一个分析者平行测定两次，测定结果之差应不超过 0.5%。
 - ☞ (3) 阿贝折射仪的维护和保养。
- ❖ 四、相关知识
 - ☞ (一) 测定原理
 - ❖ 在 20℃ 时用折光计测量待测溶液的折光率，并用折光率与可溶性固形物含量的换算表或折光计上直接读出可溶性固形物的含量。
 - ❖ 用折光计法测定的可溶性固形物含量，在规定的制备条件和温度下，水溶液中蔗糖的浓度和所分析的样品有相同的折光率，此浓度以质量分数表示。

项目三：测定味精中谷氨酸钠的含量

- ❖ 一、案例
- ❖ 二、选用的国家标准
 - ☞ GB/T5009.43-2003 味精卫生标准的分析方法。
- ❖ 三、测定方法
 - ☞ 1. 称取约 5.0 g 充分混匀的试样，置于烧杯中，加 20~30mL 水，再加 16mL 盐酸溶液（1+1），溶解后移入 50mL 容量瓶中加水至刻度，摇匀备用。
 - ☞ 2. 将该溶液置于 2dm 旋光管内观察旋光度，同时需要测定旋光管内溶液的温度，如温度低于或高于 20℃，需要校正后计算。
 - ☞ 3. 试剂
 - ❖ 盐酸溶液（1+1）。

❧ 4. 仪器

- ❖ 旋光计。

❖ 四、相关知识

❧ （一）测定原理

- ❖ 谷氨酸钠分子结构中含有一个不对称碳原子，具有旋转偏振光振动平面的能力，即具有光学活动性，以角度表示旋光度，可用旋光计观察。

❧ （二）基本概念

- ❖ 1. 自然光与偏振光
- ❖ 2. 偏振光的产生与旋光活性
- ❖ 3. 旋光度和比旋光度

项目四：测定淀粉的黏度

❖ 一、案例

❖ 二、选用的国家标准

GB/T 22427.7-2008 淀粉黏度测定

❖ 三、测定方法

❧ 1. 称样

❧ 2. 旋转黏度计及淀粉乳液的准备

❧ 3. 测定

❧ 4. 作图

❧ 5. 仪器

- ❖ 旋转黏度计、分析天平、搅拌器、超级恒温水浴、四口烧瓶、冷凝管、温度计。

❧ 6. 试剂

- ❖ 蒸馏水或去离子水：电导率 $\leq 4 \mu\text{S}/\text{cm}$ 。

❖ 四、相关知识

❧ （一）测定原理

- ❖ 在一定温度范围内，样品随温度的升高而逐渐糊化，通过旋转黏度计可测定黏度值，此黏度值即为当时温度下的黏度值。作出黏度值与温度曲线图，即可得到黏度的最高值及当时的温度。

❧ （二）基本概念

- ❖ 黏度指液体的黏稠程度，是液体在外力下发生流动时，液体分子间所产生的内摩擦力，可分为绝对黏度与运动粘度。

项目五：测定碳酸饮料中二氧化碳的含量

- ❖ 一、案例
- ❖ 二、选用的国家标准
 - ☞ GB/T10792-2008 碳酸饮料（汽水）。
- ❖ 三、测定方法
 - ☞ 将碳酸饮料样品瓶（罐）用检压器上的针头刺穿瓶盖（或罐盖），旋开放气阀排气，待压力表指针回零后，立即关闭放气阀，将样品瓶（或罐）往复振荡 40s，待压力稳定后，记下兆帕数（取小数点后两位）。旋开放气阀，随即打开瓶盖（或罐盖），用温度计测量容器内液体的温度。
 - ☞ 根据测得的压力和温度，查碳酸气吸收系数表，即得二氧化碳气容量的容积倍数。
- ❖ 四、相关知识
 - ☞ （一）测定原理
 - ❖ 根据亨利定律，在一定温度下，溶解在饮料中的 CO_2 含量与瓶颈中的压力成正比，因此，测定瓶中 CO_2 的压力和温度后，查碳酸气吸收系数表，得到碳酸饮料中 CO_2 的气容量，即可得出 CO_2 含量。
 - ☞ （二）注意事项
 - ❖ 1. 使用减压计时，要剧烈摇动样品，使气压值稳定。
 - ❖ 2. CO_2 的含量与温度有关，测定时要测量样品当时的温度，查表换算为标准值。
 - ❖ 3. 检测结束时，要先打开放气阀卸压，再取下样品瓶。

授课日期

第四、五周

教案编号

3

课程名称	食品分析	专业班级	分检技术 241/242/3+证书 241
教材名称	食品分析与检验技术		
授课题目	任务三 测定食品中的水分		
授课学时	2节 () ; 3节 () ; 其它 (√)		
课 型	理论 (√) ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 () ; 其它 ()		
教学目的	技能目标 1. 会用干燥法测定食品中水分含量。 2. 会对样品进行恒量操作。 2. 会用卡尔·费休法测定食品中微量水分。 知识目标 1. 明确常见的食品水分含量, 以及重量法测定水分原理。 2. 明确卡尔·费休法测定水分的原理。		
教学重点	明确常见的食品水分含量, 以及重量法测定水分原理; 熟练掌握干燥法测定食品中水分含量的操作。		
教学难点	明确常见的食品水分含量, 以及重量法测定水分原理; 熟练掌握干燥法测定食品中水分含量的操作。		
教学方法	讲授 (√) ; 讨论 (√) ; 指导 () ; 示教 () ; 其它 ()		
电子教案	有 (√)	Microsoft PowerPoint () ; Author ware () ; 其它 ()	
	无 ()		
教学资源	多媒体 (√) ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 () ; 音像 () ; 其它 ()		
教学过程 时间安排	项目 测定食品中水分 (45min) 相关知识 (45min) 实验三: 水分测定 (135min)		
思 考 题			
作 业			
教学后记			

任务三 测定食品中的水分

项目一:测定食品中水分

❖ 一、案例

❖ 二、选用的国家标准

☞ GB 5009.3-2010 食品中水分的测定——直接干燥法。

❖ 三、测定方法

☞ 1. 测定步骤

❖ (1) 固体试样:

❖ 取洁净铝制或玻璃制的扁形称量瓶，置于 101~105℃干燥箱中，瓶盖斜支于瓶边，加热 1.0h，取出盖好，置于干燥器内冷却 0.5h，然后称量，重复干燥至恒量。准确称取 2~10g（精确至 0.0001g）切碎或磨细的试样，放入称量瓶中，试样厚度不超过 5mm 为宜，加盖称量后，置于 101~105℃干燥箱中，瓶盖斜支于瓶边，加热 2~4h 后，盖好取出，置于干燥器内冷却 0.5h，然后称量，然后再放入 101~105℃干燥箱中干燥 1.0h 左右，取出，置于干燥器内冷却 0.5h，再称量，至前后两次称量质量差不超过 2mg，即为恒量。

❖ (2) 半固体或液体试样:

☞ 取洁净的蒸发皿，内加 10.0g 海砂及一根小玻棒，置于 101~105℃干燥箱中，加热 1.0h 后取出，放入干燥器内冷却 0.5h，然后称量，重复干燥至恒量。精密称取 5~10g（精确至 0.0001g）试样，置于蒸发皿中，用小玻棒搅匀放在沸水浴上蒸干，并随时搅拌，擦去皿底的水滴，置于 101~105℃干燥箱中干燥 4h 后，盖好取出，置于干燥器内冷却 0.5h，然后称量，以下操作同上。

❖ 3. 试剂

☞ 6mol/L 盐酸、6mol/L 氢氧化钠溶液、海砂

❖ 取用水洗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，水洗

至中性，经 105℃干燥备用。

❖ 4. 仪器

☞ 扁形铝制或玻璃制称量瓶、电热恒温干燥箱。

❖ 四、相关知识

☞ (一) 食品中水分测定——直接干燥法原理

- ❖ 食品中的水分在 100℃左右温度直接干燥的情况下，受热以后产生的蒸汽压高于电热干燥箱中的分压，使食品中的水分蒸发逸出，由于不断的加热和排走水蒸气，从而达到完全干燥，食品在加热前后的质量差即为水分含量。
- ❖ 本法摘自 GB 5009.3-2010，适用于在 101~105℃下，不含或含其他挥发性物质甚微的食品，主要包括谷类及其制品、淀粉及其制品、调味品、水产品、豆制品、乳制品、肉制品、发酵制品和酱腌菜等。

❖ (二) 注意事项

☞ 1. 清洗操作。

☞ 2. 干燥操作

- ❖ 干燥剂通常用硅胶，硅胶吸水后颜色减退或变红，要及时将硅胶干燥
- ❖ 干燥方法是将硅胶置于 135℃左右烘 2~3h 后再使用，硅胶受到污染后去湿能力大大降低，如吸附油脂等。

☞ 3. 不同样品的处理

☞ 4. 选用适当的干燥方法。

- ❖ 当样品中果糖含量较高时，该采用减压干燥法测定水分含量；
- ❖ 含有较多氨基酸、蛋白质及羰基化合物的样品，长时间加热会发生羰氨反应，析出水分而导致误差；
- ❖ 对于含挥发性组分较多的样品，采用蒸馏法测定水分含量。

❖ 5. 样品质量的确定

☞ 控制在其干燥后的残留物质量在 1.5~3g 为宜；

☞ 当样品为水分含量较低的固态、浓稠态食品，称样量控制在 3~5g；

- ❧ 果汁、牛乳等液态食品，通常样品量在 15~20g 为宜。
- ❖ 6. 称量皿选择
- ❖ 7. 干燥设备使用。
- ❖ 8. 干燥温度
 - ❧ 一般控制在 101~105℃
 - ❧ 对热稳定的谷物等，可提高到 120~130℃ 进行干燥；
 - ❧ 对含还原糖较多的食品应先用 50~60℃ 低温干燥 0.5h，再用 100~105℃ 干燥。
 - ❧ 干燥时间的确定有两种方法，一种是干燥到恒量，另一种是规定一定的干燥时间。
- ❖ 9. 恒量标准：
 - ❧ 恒量的标准一般定为前后两次称量之差不超过 2mg。
- ❖ 五、测定食品中水分的方法
 - ❧ （一）食品中水分的意义
 - ❖ 水分含量检测是食品分析的重要指标。食品中水分含量对保证食品的品质极为重要，控制食品水分含量对于保持食品的感官性质，维持食品中其它组分的平衡关系，保证食品的稳定性和重要意义
 - ❖ 食品水分含量对于食品企业的生产成本核算，质量监督管理，以及经济效益等都有重要意义。
 - ❖ 食品中水分以结合水和非结合水两种形式存在。
 - ❖ 测定食品中水分含量的国家标准方法有直接干燥法、减压干燥法、蒸馏法、卡尔·费休法，出自 GB 5009.3-2010，除此还有红外线干燥法、化学干燥法和微波干燥法等。
 - ❖ （二）减压干燥法
 - ❧ 利用低压下水的沸点降低的原理，将样品置于减压低温真空干燥箱内加热至恒量，这样在一定的温度及减压的情况下失去物质的总重量即为样品中水分含量。本法摘自 GB 5009.3-2010，适用于含糖、味精等易分解的食品。
 - ❧ 1. 试样制备

- ❖ 粉末和结晶试样直接称取，硬糖果经乳钵粉碎；软糖用刀片切碎，混匀备用。

☞ 2. 测定方法

- ❖ 将 2~10g 试样放入恒重的称量瓶中，置于真空干燥箱，将干燥箱连接水泵，抽出干燥箱内空气至所需压力（一般为 40~53kPa），并同时加热至所需温度 60 ± 5℃，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 4h 后，打开活塞，使空气泵经干燥装置缓缓通入至干燥箱内，压力恢复常压后打开，将称量瓶置于干燥器 0.5h 后称量，重复操作至恒量。

❖ 3. 结果计算

- ☞ 同直接干燥法。

❖ 4. 实验仪器

- ☞ 真空干燥箱，其余同直接干燥法。

❖ 5. 注意事项

（三）蒸馏法

- ☞ 食品中水分与甲苯或二甲苯共同蒸出，收集馏出液于接收管内，根据体积计算含量，本法摘自 GB 5009.3-2010，适用于油脂、香辛料等水分含量的测定。特别对于香辛料，此法是唯一公认的水分含量的标准分析法。

❖ 1. 测定方法

- ☞ （1）准确称取适量试样（含水量估计在 2~5mL），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。
- ☞ （2）加热蒸馏，每秒得馏出液 2 滴，待大部分水分蒸出后，加速蒸馏约为每秒 4 滴，当接收管内水分体积不再增加，表明水分全部蒸出，从冷凝管顶端加入甲苯冲洗，如冷凝管壁附有水滴，可用有橡皮头的铜丝擦下，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，读取接收管水层容积。

❖ 4. 试剂

☞ 甲苯或二甲苯：

- ❖ 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。

❖ 5. 仪器

☞ 蒸馏式水分测定器。

❖ 6. 注意事项

❖ (四) 卡尔·费休法

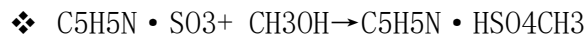
☞ 卡尔·费休 (KarlFischer)法，简称费休法，属碘量法，被认为是最准确、最专一测定水分的方法，对痕量水分也可以进行测定，被广泛应用于面粉、茶叶、砂糖、人造奶油，蜂蜜、乳粉等的检测中。

☞ 卡尔·费休法可测得样品中的自由水，结合水，此法所得结果为样品总水分含量。

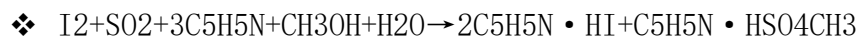
- ❖ 费休法的基本原理是基于有定量的水参加的 I_2 和 SO_2 的氧化还原反应：



- ❖ 上述反应是可逆的，要使反应顺利地向右进行，需要加入吡啶 (C_5H_5N) 和甲醇，则反应可以彻底进行：



- ❖ 费休法的滴定总反应式可写为



❖ (五) 水分快速测定法——红外线干燥法

- ❖ 以红外线灯管作为热源，利用红外线的辐射热加热试样，高效快速地将水分蒸发，水分逸散过程可以通过显示屏显示出水分变化过程，最后的恒定值即为水分含量，该方法简单、快速，但精密度较差，作为简易法适用于测定 2~3 份样品的大致水分，或快速检验在一定允许偏差范围内的样品水分含量。

- ☞ 1. 直读式简易红外水分测定仪使用步骤
- ☞ 2. 仪器
- ☞ 3. 注意事项
 - ❖ 市售红外线水分测定仪有多种型号, 具体操作方法可根据使用说明进行。

授课日期

第十五周

教案编号

4

课程名称	食品分析	专业班级	分检技术 241/242/3+证书 241
教材名称	食品分析与检验技术		
授课题目	任务四 测定食品中的灰分		
授课学时	2节 () ; 3节 () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 实验 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 见习 () ; 实训 () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
教学目的	技能目标 1. 会测定食品中灰分含量。 2. 会测定食品中水溶性、水不溶性、酸不溶性灰分。 知识目标 1. 明确总灰分测定原理。 2. 了解食品灰分种类。		
教学重点	1. 会测定食品中灰分含量。 2. 明确总灰分测定原理。		
教学难点	1. 会测定食品中灰分含量。 2. 明确总灰分测定原理。		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 () ; 示教 () ; 其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint () ; Author ware () ; 其它 ()	
	无 ()		
教学资源	多媒体 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 () ; 音像 () ; 其它 ()		
教学过程 时间安排	项目一：测定食品中总灰分 (45min) 项目二：水溶性灰分和水不溶性灰分的测定 (25min) 项目三：酸不溶性灰分测定 (20min)		
思考题			
作 业			
教学后记			

任务四 测定食品中的灰分

项目一：测定食品中总灰分

- ❖ 一、案例
- ❖ 二、选用的国家标准
 - ❧ GB 5009.4-2010 食品中灰分的测定——灼烧称重法。
 - ❧ GB 5009.4-2016 食品安全国家标准 食品中灰分的测定
- ❖ 三、测定方法
 - ❧ 1. 样品预处理
 - ❖ (1) 液体样品（果汁、牛乳等）：准确称取适量试样于已知质量的瓷坩埚（或蒸发皿）中，置于水浴上蒸发至近干，再进行炭化，以防止直接炭化样品，造成溅失。
 - ❖ (2) 含水分较多的样品（果蔬、动物组织等）：先制备成均匀的试样，再准确称取适量试样于已知质量坩埚中，置烘箱中干燥，再进行炭化。也可取测定水分后的干燥试样直接进行炭化。
 - ❖ (3) 水分含量较少的固体试样（谷类等）：取适量粉碎均匀试样于已知质量的坩埚中进行炭化。
 - ❖ (4) 脂肪含量高的样品：制成均匀试样后，准确称取后先提取脂肪，再将残留物移入已知质量的坩埚中，进行炭化。
 - ❧ 2. 测定：
 - ❧ (1) 坩埚恒量：
 - ❖ 取大小适宜的坩埚用 1:4 的盐酸煮 1~2h，洗净晾干后，用三氯化铁与蓝墨水的混合液在坩埚外壁及盖上编号，然后将坩埚置于马弗炉内，在 $550 \pm 25^{\circ}\text{C}$ 下灼烧 0.5h，冷却至 200°C 以下后，取出放入干燥器内冷却至室温，准确称量，反复灼烧至恒量（两次称量之差不超过 0.5mg）。
 - ❧ (2) 炭化：
 - ❧ 准确称取预处理过的样品 2~3g（精确至 0.0001g）置于电炉或煤气灯上进行炭化，半盖坩埚盖，小心加热使试样在通气情况下逐渐

炭化，直至无黑烟产生。

- ☞ 炭化是为了防止灼烧时，高温使试样中的水分急剧蒸发造成试样飞扬；防止糖、蛋白质、淀粉等易发泡膨胀的物质在高温下发泡膨胀逸出；也防止直接灰化，出现炭粒被包住，灰化不完全现象；对特别容易膨胀的试样(如含糖多的食品)，可先于试样上加数滴辛醇或纯植物油，再进行炭化。

❖ 3) 灰化:

- ☞ 将炭化好样品及坩埚置于 550 ± 25℃灼烧 4h，冷却至 200℃ 以下后取出放入干燥器中冷却 30min。
- ☞ 在称量前如灼烧残渣中有炭粒，向试样中滴入少许水润湿，使结块松散，蒸出水分再次灼烧直至无炭粒即灰化完全，准确称量。
- ☞ 重复灼烧至前后两次称量不超过 0.5mg 为恒量。

❖ 3. 结果计算

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_3 - m_2} \times 100$$

❖ 式中

- ❖ X ——样品灰分含量，g/100g；
- ❖ m_1 ——坩埚和灰分的质量，g；
- ❖ m_2 ——坩埚的质量，g；
- ❖ m_3 ——坩埚和试样的质量，g。

❖ 4. 试剂

- ☞ 1:4 盐酸溶液、0.5%三氯化铁溶液和等量蓝墨水的混合液、36%过氧化氢、辛醇或纯植物油。

❖ 5. 实验仪器

- ☞ 马弗炉、分析天平、石英坩埚或瓷坩埚、干燥器。

❖ 四、相关知识

☞ (一) 食品中灰分测定——灼烧称重法原理

- ❖ 食品经过灼烧后残留的无机物质称为灰分。将一定量的样品经炭化后放入高温炉内灼烧，其中的有机物质被氧化分解，以二氧化碳、氮的氧化物及水等形式逸出，而无机物质则以

无机盐和金属氧化物的形式残留下来,称量残留物的质量即可计算出样品中总灰分的含量。

- ❖ 本法摘自 GB 5009.4-2010,适用于各种食品中总灰分的测定。

❖ (二) 注意事项

❖ 1. 操作条件选择

- ❖ (1) 样品的取样量由灼烧后得到的灰分量为 10~100mg 来决定。
- ❖ (2) 灰化温度一般在 500~600℃,多数样品在 525±25℃ 为宜。
- ❖ (3) 灰化时间以样品灼烧至灰分呈白色或浅灰色,无炭粒存在并达到恒量为止,一般需 2~5h。
- ❖ (4) 灰化坩埚通常用瓷坩埚,可根据情况选择铂坩埚或石英坩埚。

❖ 2. 灰化中需要加快灰化速度,可用以下方法进行:

❖ (1) 添加助灰化剂

- ❖ 如加入乙酸镁、硝酸镁等助灰化剂,镁盐随着灰化的进行而分解,与过剩的磷酸结合,残灰不会发生熔融而呈松散状态,避免炭粒被包裹,可大大缩短灰化时间,但此法应做空白试验,以校正加入的镁盐灼烧后分解产生氧化镁(MgO)的量。

❖ (2) 添加惰性不容物

- ❖ 如氧化镁、碳酸钙等,使炭粒不能被覆盖,便于灰化进行,但需要做空白试验。

❖ (3) 经过初步灼烧,将坩埚取出冷却后,沿容器边缘加入几滴硝酸或双氧水,蒸干后再灼烧至恒量

❖ (4) 也可以将有炭粒出现的坩埚冷却后加少量水溶解炭粒表面的盐膜,使被包裹的炭粒重新游离出来,蒸发水分后,再灰化。

- ❖ 3. 预处理后的样品,在炭化时要注意热源强度。
- ❖ 4. 把坩埚放入马福炉或从炉中取出时,要放在炉口停留片刻,使坩埚预热或冷却,防止因温度剧变而使坩埚破裂。并且灼烧后的坩埚在炉口应冷

却到 200℃ 以下再移入干燥器中，避免热对流作用造成残灰飞散。

- ❖ 5. 由干燥器内取出坩埚时，开盖恢复常压时，应该使空气缓缓流入，以防因内部成真空造成残灰飞散。
- ❖ 6. 灰化后所得残渣可留作钙、磷、铁等无机成分的分析。
- ❖ 五、测定食品中总灰分的方法

☞ （一）食品中灰分的意义

- ❖ 灰分是指食品经过高温灼烧后所残留的无机物。
 - ❖ 灰分是表示食品中无机成分总量的一项重要指标，但经过高温处理得到残留物与食品中原来存在的无机成分并不完全相同故灰分并不能准确地表示食品中原来的无机成分的总量，通常把食品经高温灼烧后的残留物称为粗灰分。
- ❖ 测定食品灰分还包括
 - ❖ 水溶性灰分（大部分为钾、钠、钙、镁的氧化物和盐类等可溶性盐类）
 - ❖ 水不溶性灰分（泥沙和铁、铝等氧化物及碱土金属的碱式磷酸盐等）
 - ❖ 酸不溶性灰分（泥沙和食品中原来存在的微量氧化硅等）。

☞ 灰分测定意义：

- ❖ 灰分是某些食品重要的质量控制指标
- ❖ 不同的食品，因所用原料、加工方法及测定条件不同，各种灰分的组成和含量也不相同
- ❖ 灰分还可以评价食品的加工精度和食品的品质
- ❖ 总灰分含量还可说明果胶、明胶等胶质品的胶冻性能；
- ❖ 水溶性灰分含量可反映果酱、果冻等制品中果汁的含量。
- ❖ 食品中总灰分的测定的方法包括灼烧称重法、乙酸镁法。
- ❖ （二）乙酸镁法测定总灰分
 - ❖ 乙酸镁法测定总灰分实验原理同灼烧称重法，试样经过干燥、碳化、灼烧、冷却后测定残留物的质量，本法适

合于谷物食品、肉制品、乳及乳制品、水产品、果蔬制品、淀粉及淀粉制品、蛋制品、茶叶、调味品、发酵制品等灰分测定，不适合于糖及糖制品中灰分的测定。

☞ 1. 试样预处理：同灼烧称重法。

☞ 2. 测定

- ❖ 含磷较高样品如豆类及其制品、肉禽品、蛋、水产品、乳制品等，称取适量试样，加入 1.00mL24%四水乙酸镁溶液或 3.00mL8%四水乙酸镁溶液，使试样完全润湿，放置 10min 后，在电热板上缓慢加热，将水分完全蒸干，炭化
- ❖ 炭化好样品及坩埚置于 550 ± 25℃灼烧 4h，冷却至 200℃以下后取出放入干燥器中冷却至室温，迅速拿出称量，再将坩埚移入高温炉中按上述步骤灼烧 1h，冷却，反复灼烧 1h 的操作，直至恒量（连续两次称量不超过 2mg 直至无炭粒即灰化完全。
- ❖ 空白试验
- ❖ 量取 3 份相同浓度和体积的四乙酸镁溶液，做 3 次试剂空白试验，3 次试验结果标准偏差小于 3mg，取算术平均值，如果标准偏差超过 3mg，重新做空白试验。
- ❖ 对于含磷较少的试样如谷物食品、果蔬制品等，可以直接炭化、灰化直至恒量，无需加入四乙酸镁试剂及空白试验。
- ❖ 3. 结果计算

$$X_1 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad X_2 = \frac{(m_2 - m_1) - m_0}{m} \times 100$$

❖ 式中

❖ X_1 ——(测定时未加四水乙酸镁溶液)含磷较低的食品中灰分含量，g/100g；

❖ X_2 ——(测定时加入四水乙酸镁溶液)含磷较高的食品中灰分含量，g/100g；

❖ m ——样品质量，g；

❖ m_0 ——坩埚与氧化镁（四水乙酸镁灼烧后生成物）的质量，g

- ❖ m_1 ——坩埚的质量，g；
- ❖ m_2 ——坩埚与试样灼烧后的质量，g。
- ❖ 4. 试剂
 - ☞ 8%四水乙酸镁溶液、24%四水乙酸镁溶液、1+5) 盐酸溶液。
- ❖ 5. 仪器
 - ☞ 同灼烧法总灰分测定。

项目二：水溶性灰分和水不溶性灰分的测定

- ❖ 向测定总灰分所得残留物中加入 25mL 去离子水，加热至沸腾，用无灰滤纸过滤，用 25mL 热的去离子水分多次洗涤坩埚、滤纸及残渣，将残渣连同滤纸移回原坩埚中，在水浴上蒸干，放入干燥箱中干燥，再进行灼烧、冷却、称重，直至恒量。分别代入下式计算水溶性灰分和水不溶性灰分含量。

$$X_3 = \frac{m_4 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100$$

- ❖ 式中
- ❖ X_3 ——水不溶性灰分含量，g/100g；
- ❖ m_4 ——不溶性灰分和坩埚质量，g；
- ❖ m_1 ——坩埚的质量，g；
- ❖ m_2 ——样品加坩埚的质量，g。
- ❖ 水溶性灰分(g/100g)=总灰分计(g/100g)-水不溶性灰分 (g/100g)

项目三：酸不溶性灰分测定

- ❖ 向总灰分或水不溶性灰分中加入 25mL 0.1mol 盐酸。以下操作同水溶性灰分的测定，按下式计算酸不溶性灰分含量。

$$X_4 = \frac{m_5 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100$$

式中

- ☞ X_4 ——酸不溶性灰分含量，g/100g；
- ☞ m_5 ——酸不溶性灰分和坩埚质量，g；

☞ m_1 ——坩埚的质量，g；

☞ m_2 ——样品加坩埚的质量，g。

授课日期	第六周		教案编号	5
课程名称	食品分析	专业班级	分检技术 241/242/3+证书 241	
教材名称	食品分析与检验技术			
授课题目	任务五 测定食品中的蛋白质及氨基酸			
授课学时	2节 () ; 3节 () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)			
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 实验 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 见习 () ; 实训 () ; 其它 ()			
教学目的	技能目标 1. 会测定酱油中氨基态氮含量。 知识目标 1. 明确常见的食品蛋白质含量, 以及测定原理。 2. 明确食品氨基酸总量的含量, 以及测定原理。			
教学重点	1. 会测定酱油中氨基态氮含量。 2. 明确常见的食品蛋白质含量, 以及测定原理。 3. 明确食品氨基酸总量的含量, 以及测定原理。			
教学难点	会测定酱油中氨基态氮含量。			
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 () ; 示教 () ; 其它 ()			
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint () ; Author ware () ; 其它 ()		
	无 ()			
教学资源	多媒体 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 () ; 音像 () ; 其它 ()			
教学过程 时间安排	项目一 测定食品中的蛋白质 45min 项目二 测定食品中的氨基酸态氮 45min			
思 考 题	☞ 1. 为什么用凯氏定氮法测定的蛋白质含量称为粗蛋白? ☞ 2. 蛋白质计算结果为什么要乘以蛋白质换算系数? ☞ 3. 在食品中氨基酸态氮的含量测定中为什么双指示剂甲醛法比单指示剂甲醛法更准确?			
作 业				
教学后记				

任务五 测定食品中的蛋白质及氨基酸

项目一：测定食品中蛋白质

- ❖ 一、案例
- ❖ 二、选用的国家标准

GB 5009.5-2010 食品中蛋白质的测定——凯氏定氮法

GB 5009.5-2016 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定

- ❖ 三、测定方法

1. 样品消化

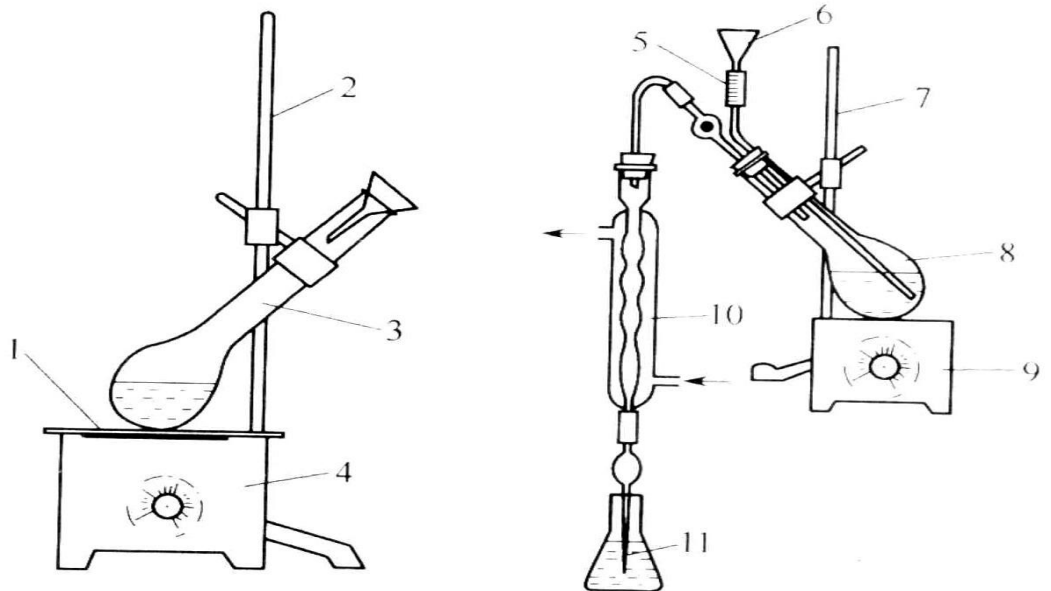
- ❖ 准确称取固体样品 0.2~2g，半固体样品 2~5g，液体样品 10~25g，使试样中含氮 30~40mg（精确至 0.001g），小心移入干燥洁净的 100mL 或 500mL 凯氏烧瓶中，然后依次加硫酸铜 0.2g、硫酸钾 6g、浓硫酸 20mL、玻璃珠数粒，轻轻摇匀后，安装消化装置。
- ❖ 将凯氏烧瓶 45° 斜放在电炉上，于瓶口放一漏斗，缓慢加热，待内容物全部炭化，泡沫停止后，加大火力，保持液面微沸至溶液呈蓝绿色透明时，继续加热 0.5~1h，取下凯氏烧瓶冷却后，缓慢加入 20mL 水，冷却至室温。

- ❖ 2. 蒸馏、吸收

- ❖ (1) 常量蒸馏：

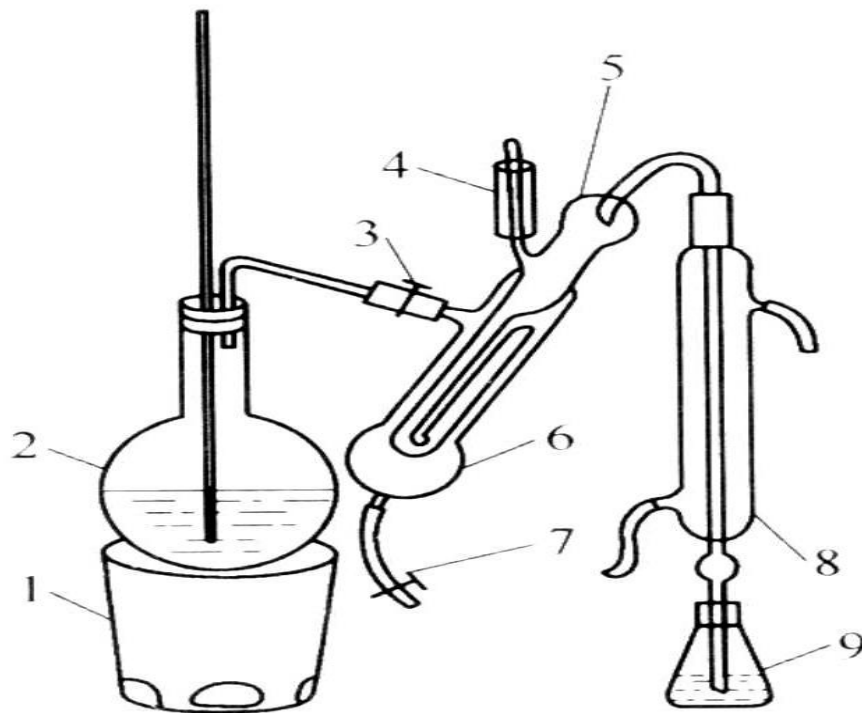
- ❖ 装好蒸馏装置。接收瓶内加入 10mL 4%硼酸溶液及 4~5 滴甲基红-溴甲酚绿混合指示液，置于蒸馏装置的冷凝管下口，并使冷凝管下口浸入硼酸溶液中。
- ❖ 放松夹子，沿漏斗向凯氏烧瓶中缓慢加入 70~80mL 40%氢氧化钠溶液，摇动凯氏瓶，至瓶内溶液变为深蓝色，或产生黑色沉淀，再从漏斗加入 100mL 蒸馏水，夹紧夹子。
- ❖ 加热蒸馏，蒸馏 30min（始终保持液面沸腾），至氨全部蒸出（约 250mL 蒸馏液）。
- ❖ 降低接收瓶的位置，使冷凝管口离开液面，继续蒸馏 1~3min，用表面皿接几滴溜出液，以奈氏试剂检查，如无红棕色生成，表示蒸馏完毕。

- ❖ 停止加热，用少量水冲洗冷凝管管口，洗液并入接收瓶内，取下接收瓶，用 0.1000mol/L 的盐酸标准溶液滴定至终点；同时做空白实验，记录空白滴定消耗盐酸标准溶液体积。



- ❖ (2) 微量蒸馏：

- ☞ 安装好定氮蒸馏装置。在水蒸气发生瓶中装水至 $2/3$ 容积处，加甲基橙指示剂数滴及硫酸数毫升，保持水呈酸性（淡红色），加热煮沸，将样品消化液转移到 100mL 容量瓶中并定容、摇匀。
- ☞ 接收瓶内加入 10mL 4% 硼酸溶液和 1 滴混合指示剂，置于蒸馏装置的冷凝管下口，浸入硼酸溶液中，取 $2\sim 10\text{mL}$ 稀释样液，移入反应室，并用少量蒸馏水冲洗，塞紧玻璃塞，然后向反应室加入 10mL 400g/L 氢氧化钠溶液，立即塞紧玻璃塞，加水密封。
- ☞ 蒸馏至硼酸吸收液中指示剂变为绿色开始计时，继续蒸馏 10min 后，将冷凝管尖端提离液面再蒸馏 1min ，冲洗冷凝管管口。
- ☞ 取下接收瓶，用 0.1000mol/L 的盐酸标准溶液滴定至终点，同时做空白实验，记录空白滴定消耗盐酸标准溶液体积。



❖

3. 结果计算

☞ 常量蒸馏按下式计算：

$$X = \frac{(V - V_0) \times 0.014}{m} \times F \times 100$$

☞ 微量蒸馏按下式计算：

$$X = \frac{(V - V_0) \times 0.014}{m \times \frac{10}{100}} \times F \times 100$$

❖ 式中

- ❖ X ——食品中蛋白质质量分数，%；
- ❖ V ——滴定试样时消耗盐酸标准滴定溶液的体积，mL；
- ❖ V_0 ——空白试验时消耗盐酸标准滴定溶液的体积，mL；
- ❖ c ——盐酸标准滴定溶液的浓度；
- ❖ 0.014——氮的毫摩尔质量，g/mmol；
- ❖ m ——试样的质量，g；

F ——氮换算为蛋白质的系数。

❖ 4. 试剂

☞ 硫酸铜 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、硫酸钾、硫酸(密度为 1.8149g/L)、40g/L 硼

酸溶液、400g/L 氢氧化钠、0.1000mol/L 盐酸标准溶液、混合指示剂

- ❖ 混合指示剂：1g/L 甲基红乙醇溶液与 1g/L 亚甲基蓝乙醇溶液，用时按 2:1 的比例混合；或者 1g/L 甲基红乙醇溶液与 1g/L 溴甲酚绿乙醇溶液，用时按 1:5 的比例混合。

❖ 5. 实验仪器

☞ 凯氏烧瓶（100mL 或 500mL）、可调式电炉、定氮蒸馏装置。

❖ 四、相关知识

☞ （一）食品中蛋白质含量测定——凯氏定氮法原理

- ❖ 将被检样品加入浓硫酸，以硫酸铜、硫酸钾为催化剂共同加热消化，食品中蛋白质分解为氨，并与硫酸结合成硫酸铵，通过碱化蒸馏，使氨分离出来，用硼酸吸收形成硼酸氨后，再用盐酸标准溶液滴定，根据消耗的标准盐酸的体积，通过换算系数，可测定食品中蛋白质含量。

- ❖ 本法摘自 GB 5009.5-2010，适用于所有动、植物食品的蛋白质含量测定。

❖ （二）样品消化反应过程

☞ 1. 样品消化、蒸馏、滴定反应过程

☞ 消化反应方程式：

- ❖ $2\text{NH}_2(\text{CH}_2)_2\text{COOH} + 13\text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 + 6\text{CO}_2 + 12\text{SO}_2 + 16\text{H}_2\text{O}$
- ❖ $2\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{C} \rightarrow \text{CO}_2 + \text{SO}_2 + \text{H}_2\text{O}$
- ❖ $\text{H}_2\text{SO}_4 + 2\text{NH}_3 \rightarrow (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$

☞ 蒸馏反应方程式：

- ❖ $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 + 2\text{NaOH} \rightarrow 2\text{NH}_3 + \text{Na}_2\text{SO}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$

☞ 吸收与滴定：

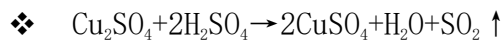
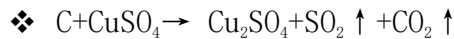
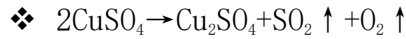
- ❖ $2\text{NH}_3 + 4\text{H}_3\text{BO}_3 \rightarrow (\text{NH}_4)_2\text{B}_4\text{O}_7 + 5\text{H}_2\text{O}$
- ❖ $(\text{NH}_4)_2\text{B}_4\text{O}_7 + 5\text{H}_2\text{O} + 2\text{HCl} \rightarrow 2\text{NH}_4\text{Cl} + 4\text{H}_3\text{BO}_3$

❖ 2. 加快食品消化反应

☞ （1）硫酸钾：硫酸钾可以提高溶液的沸点而加快有机物分解，它与硫酸作用生成硫酸氢钾可提高反应温度，反应方程式为：



☞ (2) 硫酸铜：起催化剂作用，使用时常加入少量过氧化氢、次氯酸钾等作为氧化剂以加速有机物氧化，硫酸铜的作用机理如下所示：



☞ 此反应不断进行，待有机物全部被消化完后，不再有硫酸亚铜（褐色）生成，溶液呈现清澈的蓝绿色，故硫酸铜除起催化剂的作用外，还可指示消化终点的到达。

❖ (三) 不同食品的蛋白质换算系数

❖ 食品种类	F	食品种类	F
❖ 小麦	5.83	❖ 小麦粉及其制品	5.7
❖ 大麦、燕麦、黑麦	5.83	❖ 米	5.95
❖ 花生	5.46	❖ 大豆及其制品	5.71
❖ 畜禽肉及其制品	6.25	❖ 乳及乳制品	6.38
❖ 芝麻、向日葵	5.4	❖ 南瓜子	5.4
❖ 栗子、胡桃	5.3	❖ 其他食品	6.25

项目二：测定食品中氨基酸态氮

❖ 一、案例

❖ 二、选用国家标准

☞ GB/T5009.39-2003 酱油卫生标准的分析方法——甲醛值法。

☞ GB 5009.235-2016 食品安全国家标准 食品中氨基酸态氮的测定

❖ 三、测定方法

☞ 1. 分析步骤

❖ (1) 吸取酱油 5.0mL 于 100mL 容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度，吸取混匀液 20.0mL 于 200mL 烧杯中，加水 60mL，开动磁力搅拌器，用 0.050mol/L 氢氧化钠滴定至酸度计指示 pH 为 8.2，记录消耗氢氧化钠标准溶液体积。

❖ (2) 将烧杯中继续加入 10.0mL36%甲醛，混匀后用氢氧化

钠标准溶液继续滴定至 pH9.2，记录消耗氢氧化钠标准溶液体积。

- ❖ (3) 做空白实验，取实验用水 80mL，其余步骤同上，记录消耗氢氧化钠标准溶液体积。

❖ 4. 结果计算

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times 0.014 \times c}{5 \times V_3 / 100} \times 100$$

❖ 式中

- ❖ X ——食品中氨基酸态氮的含量，g/100mL；
- ❖ V_1 ——测定用试样稀释液加入甲醛后消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；
- ❖ V_2 ——试液空白试验加入甲醛后消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；
- ❖ V_3 ——试样稀释液取用量，mL；
- ❖ c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，mol/L；
- ❖ 0.014——氮的毫摩尔质量，g/mmol。

❖ 5. 试剂

☞ 36% 甲醛溶液（不含聚合物）、0.050mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液。

❖ 6. 实验仪器

☞ 酸度计、磁力搅拌器、10mL 微量滴定管。

❖ 四、相关知识

☞ (一) 食品中氨基酸态氮含量测定——甲醛值法原理(电位滴定法)

- ❖ 利用氨基酸含有-COOH 显示酸性，又含有-NH₂ 显示碱性的两性性质，当加入甲醛溶液时，-NH₂ 与甲醛结合，固定氨基的碱性，使羧基显示出酸性，就可用氢氧化钠标准溶液滴定-COOH，以间接方法测定氨基酸的量。
- ❖ 本法摘自 GB/T T5009.39-2003《酱油卫生标准的分析方法》，适用于食品中游离氨基酸含量的测定，是国家用于粮食和其副产品豆饼、麸皮等为原料酿造或配制酱油中氨基酸态氮分

析方法。

❧ (二) 注意事项

- ❖ 1. 氨基酸态氮是指以氨基酸形式存在的氮元素的含量。对于酱油来说该指标越高,说明酱油中的氨基酸含量越高,鲜味越好。
- ❖ 2. 固体样品要先进行粉碎,准确称样后用水萃取,然后测定萃取液,萃取在 50 ℃水浴中进行;液体样品可以直接测定。

❖ 五、测定食品中氨基酸态氮方法

❧ (一) 食品中氨基酸态氮的意义

- ❖ 氨基酸态氮是食品检测一项重要指标,可以作为食品分级的依据,如酱油的等级。
- ❖ 食品中氨基酸态氮测定的方法包括甲醛值法,比色法。甲醛值法除用电位滴定法进行操作外,还可以用指示剂法进行测定,用指示剂作为反应终点。

❖ (二) 双指示剂甲醛法

- ❖ 指示剂分为单指示剂甲醛滴定法和双指示剂甲醛滴定法,前者分析结果稍为偏低,后者更为准确,二者实验原理同电位滴定法。
- ❖ 1. 移取含氨基酸约为 20~30mg 的样品 2 份,分别置于 250mL 锥形瓶中,各加 50mL 蒸馏水,其中 1 份加入数滴 1g/L 中性红乙醇指示剂,用 0.1mol/LNaOH 标准溶液滴定至琥珀色为终点;另 1 份加入数滴 1g/L 百里酚酞乙醇指示剂及中性甲醛 20mL,摇匀,静置 1min,用 0.1mol/LNaOH 标准溶液滴定至淡蓝色为终点。分别纪录 2 次所消耗的 NaOH 标准溶液体积 (mL)。

❖ (三) 比色法简介

❧ 在 pH4.8 的乙酸钠-乙酸缓冲溶液中,氨基酸态氮与乙酰丙酮和甲醛反应生成黄色的 3,5-二乙酰-2,6-二甲基-1,4 二氢吡啶氨基衍生物,在波长 400nm 处测定吸光度,与标准系列比较定

量。

项目三：测定食品中氨基酸

❖ 一、案例

❖ 二、选用的国家标准

☞ GB/T5009.124-2003 食品中氨基酸的测定——自动分析仪测定法。

☞ GB 5009.124-2016 食品安全国家标准 食品中氨基酸的测定

❖ 三、测定方法

☞ 1. 试样处理

- ❖ 试样用匀浆机匀浆后在低温冰箱中冷冻保存，需要时解冻使用。

☞ 2. 称样

- ❖ 准确称取匀浆好的试样，试样蛋白质含量在 10~20mg 范围。

☞ 3. 水解

- ❖ 在水解管中加入 6mol/L 盐酸 10~20mL，含水量高的试样可加入等体积的浓盐酸，加入新蒸馏的苯酚 3~4 滴，再将水解管放入冷冻剂中冷冻 3~5min，然后连接真空泵，抽真空后充入高纯氮气，反复三次拧紧螺丝盖将充满氮气封口的水解管放在 110 ± 1℃ 恒温干燥箱内，水解 22h 后，取出冷却。过滤水解液，多次冲洗水解管，将水解液移入 50mL 容量瓶中定容，吸取 1mL 滤液于 5mL 容量瓶中，用真空干燥器在 40~50℃ 干燥，残留物用 1~2mL 水溶解，再干燥，反复两次，最后蒸干，用 1mL pH2.2 缓冲溶液溶解，待测。

❖ 4. 测定

☞ 准确吸取 0.200mL 混合氨基酸标准溶液，用 pH2.2 的缓冲溶液稀释到 5mL，此标准溶液稀释浓度为 5.00nmol/μL，作为测定用的氨基酸标准，用氨基酸自动分析仪以外标法测定试样测定液的氨基酸含量。

❖ 5. 结果计算

$$X = \frac{c \times 1/50 \times F \times V \times M}{m \times 10^9} \times 100\%$$

- ❖ 式中
- ❖ X ——试样氨基酸的含量, g/100g;
- ❖ c ——试样测定液中氨基酸含量, nmol/50 μ L;
- ❖ F ——试样稀释倍数;
- ❖ V ——水解后试样定容体积, mL;
- ❖ M ——氨基酸分子量;
- ❖ m ——试样质量, g;
- ❖ 1/50——折算成每毫升试样测定的氨基酸含量, μ mol/L;
- ❖ 109——将试样含量由纳克折算成克的系数。

❖ 四、相关知识

❖ (一)氨基酸自动分析仪检测氨基酸法原理

- ❖ 食品中蛋白质经过盐酸水解成为氨基酸经氨基酸分析仪的离子交换柱交换后,与茚三酮反应生成蓝紫色化合物,通过分光光度计比色测定氨基酸含量。本法适合天冬氨酸、苏氨酸、丝氨酸、谷氨酸、脯氨酸、甘氨酸、丙氨酸、缬氨酸、蛋氨酸、异亮氨酸、亮氨酸、酪氨酸、苯丙氨酸、组氨酸、赖氨酸和精氨酸等十六种氨基酸的测定,最低检出限为10pmol。

授课日期

第七、八周

教案编号

6

课程名称	食品分析		专业班级	分检技术 241/242/3+证书 241
教材名称	食品分析与检验技术			
授课题目	任务六 测定食品中的脂类			
授课学时	2节()；3节()；其它(√)			
课 型	理论(√)；实验(√)；见习()；实训()；其它()			
教学目的	<ul style="list-style-type: none"> ❖ 技能目标 <ul style="list-style-type: none"> ☞ 会测定食品中的粗脂肪。 ❖ 知识目标 <ul style="list-style-type: none"> ☞ 明确常见食品中脂肪含量，以及测定原理。 			
教学重点	食品中粗脂肪的测量实验的实际操作。			
教学难点	食品中粗脂肪的测量实验的实际操作。			
教学方法	讲授(√)；讨论(√)；指导()；示教()；其它()			
电子教案	有(√)	Microsoft PowerPoint()；Author ware()；其它()		
	无()			
教学资源	多媒体(√)；模型()；标本()；实物()；音像()；其它()			
教学过程 时间安排	测定食品中粗脂肪的国家标准与测定方法解读 45min 测定食品中粗脂肪的意义及其他方法的介绍 45min			
思 考 题	为什么索氏提取法测定的脂肪结果是粗脂肪？测定中需要注意什么问题？ 哪些食品适合用酸水解法测定脂肪？为什么？ 脂肪测定中使用的乙醚有什么要求？为什么？			
作 业				
教学后记				

任务六 测定食品中的脂类

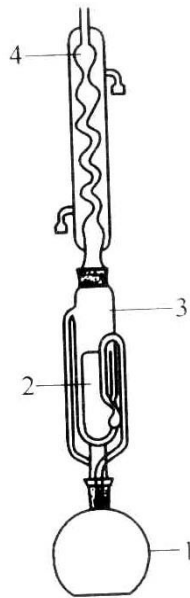
- ❖ 项目一：测定食品中粗脂肪
- ❖ **脂肪**，也称脂质，对促进健康细胞功能的发挥起着重要的作用，脂肪帮助人们保持体温、保持健康的皮肤和头发。脂肪也作为能量储存于身体，每克脂肪含 9 千卡热量，是**蛋白质**和**碳水化合物**（4 千卡/克）的两倍。脂肪也是大脑发育和肝脏生产胆固醇所必需的。然而，当体内脂肪水平超过正常水平时，会产生一些健康问题，如肥胖、高血压、**心脏病**等。
- ❖ 因此，人们在日常生活中应该尽量的远离一些高脂肪食物，这类食物对人体健康非常不利。
- ❖ 高脂肪食品是指含脂肪量高的食物。
- ❖ 具体表现为油的成分就是各种饱和和**不饱和脂肪酸**，所以所有含油量高的和油炸过的食物都属于高脂肪食物。植物中的核桃、芝麻、花生，**油炸食品**、肥肉、动物内脏、奶油制品都属于高脂肪食物。
- ❖ 高脂肪食品要适可而止 长期食用高脂肪“**垃圾食品**”可能诱发多种慢性疾病。长期摄入高脂肪膳食不仅会堵塞动脉血管，还会损害大脑的功能，更容易造成听觉损害而导致听力减退。
- ❖ 一、案例
- ❖ 二、选用的国家标准
 - ☞ GB/T5009.6-2003 食品中脂肪的测定——索氏提取法。
- ❖ 三、测定方法
 - ☞ 1. 滤纸筒制备
 - ❖ 用 20cm×8cm 脱脂滤纸卷在直径为 1.5~2cm 试管外，将下端折叠封口成筒状，在下部置入一块脱脂棉，然后在 100 ± 5℃ 干燥箱烘至恒量。
 - ☞ 2. 样品制备
 - ❖ 精密称取干燥并研细的固体样品 2~5g，必要时拌以海砂，全部移入滤纸筒内，用一小块脱脂棉擦拭干净使用仪器后，放入滤纸筒上部，折叠封口，用脱脂棉线扎紧，防止样品泄露。
 - ❖ 3. 抽提
 - ☞ 将包埋好的滤纸筒放入索氏提取筒内，连接已干燥至恒重的脂肪接收瓶，由

冷凝管上方注入乙醚或石油醚，至虹吸管高度以上，提取液回流，继续加量至接收瓶体积的 2/3，将接收瓶于水浴中加热 (夏天 65℃，冬天 80℃左右)，用一小块脱脂棉轻轻塞入冷凝管上口，进行回流提取，控制每分钟回流液的速度在 120 滴左右 (或回流 6~8 次/h)，提取时间视试样中粗脂肪含量而定，一般样品提取 6~12h。

❖ 4. 回收溶剂、称重

☞ 将提脂管下口滴下的乙醚或石油醚滴在滤纸或毛玻璃上，挥发后不留下痕迹表明抽提完全，回收溶剂，取下接收瓶，水浴上蒸干并除尽残余提取液，将接收瓶置于 100 ± 5℃ 的干燥箱内干燥 2h，放干燥器内冷却 0.5h 后称量，反复以上操作至恒量 (两次称量之差不超过 2mg)。

❖ 5. 结果计算



❖
$$X = \frac{m_2 - m_1}{m}$$

❖ 式中

- ❖ X ——脂肪的质量分数，%；
- ❖ m_1 ——接收瓶的质量，g；
- ❖ m_2 ——接收瓶和粗脂肪的质量，g；
- ❖ m ——试样的质量，g。

❖ 6. 试剂

☞ 无水乙醚 (或无水石油醚)、海砂

❖ 7. 实验仪器

☞ 索氏提取器、分析天平、恒温干燥箱、恒温水浴锅、脱脂棉、脱脂滤纸、脱脂棉线。

❖ 四、相关知识

❧ (一) 食品中脂肪测定——索氏提取法原理

❖ 样品经处理后，用无水乙醚或石油醚等溶剂回流抽提，样品中的脂肪完全溶解于溶剂，将溶剂回收后剩余的残留物即为脂肪，由于提取物中含有磷脂、色素、树脂、固醇、芳香油、糖脂等，用此法测得的脂肪称为粗脂肪；由于结合态脂肪不能溶于乙醚或石油醚，所以测定的脂肪是食品中游离态脂肪。

❖ 本法摘自 GB/T5009.6-2003，适用于肉制品、豆制品、谷物、坚果、油炸果品、中西式糕点中粗脂肪的测定。此法是经典方法，对大多数样品结果比较可靠，但费时间，溶剂用量大，且需专门的索氏抽提器。

❖ (二) 注意事项

❧ 1. 样品处理

❧ 2. 滤纸筒的包扎和放置。

❧ 3. 含糖及糊精高的样品处理

❧ 4. 在抽提时，冷凝管上端处理。

❧ 5. 反复加热会因脂类氧化而增重，质量增加时，以增重前的质量作为恒量。

❧ 6. 蒸发皿及黏附有样品的玻璃棒都用沾有乙醚的脱脂棉擦净，将脱脂棉一同放进滤纸筒内，减小测定误差。

❖ 7. 乙醚及石油醚的安全使用及要求

❧ 乙醚或石油醚要求是无水、无醇、无过氧化物，挥发性残渣含量低。

❧ 过氧化物检查：

❖ 取 6mL 乙醚，加 2mL 10%KI 溶液，用力振荡，放置 1min 后，若出现黄色，表明有过氧化物存在，应该另选乙醚或处理后再用。

❧ 乙醚的处理：

❖ 乙醚中加入 1/20~1/10 体积的 200g/L 硫代硫酸钠溶液洗涤，再用水洗，然后加入少量无水氯化钙或无水硫酸钠脱水，置于水浴蒸馏，蒸馏温度略高于溶剂沸点，至烧瓶内沸腾即可，弃去最初和最后的 1/10 馏出液，收集中间馏出液即可

❖ 五、测定食品中脂肪的方法

❧ (一) 食品中脂类意义

❖ 食品中的脂类包括脂肪和类脂，脂肪的存在形式有游离态，也有结合态，以游离态脂肪为主，结合态脂肪含量较少。

❖ 测定脂类的方法常用萃取法

❖ 低沸点有机溶剂，如乙醚、石油醚、氯仿-甲醇溶剂等。

- ❖ 食品脂肪测定的国家标准方法包括索氏提取法、酸水解法、罗斯-哥特里氏法、巴布科克氏法和盖勃氏法、氯仿-甲醇提取法、仪器法等。
 - ❖ 其中酸水解法可以测定包括结合态脂在内的全部脂肪，罗斯-哥特里氏法适用于乳及乳制品中脂肪的测定。
- ❖ (二) 酸水解法
 - ☞ 样品与盐酸溶液一同加热水解，结合或包藏在组织里的脂肪游离出来，再用乙醚或石油醚提取脂肪，蒸发回收溶剂，干燥后称量，提取物的质量即为脂肪含量 (游离态及结合态脂肪的总量)。
 - ☞ 本法摘自 GB/T5009.6-2003，适用于各类食品中脂肪的分析检测，特别是不能采用索氏提取法的加工后的混合食品，以及容易吸湿、结块、不易烘干的食品，此法具有效果较好，测定时间短，在一定程度上可以防止脂类物质的氧化。
 - ☞ 但对于含磷脂丰富的食品如鱼类、贝类、蛋及蛋制品、多糖类食品不适合，因为磷脂类食物在盐酸溶液中易分解，而多糖遇强酸易碳化，都会影响测定结果。
- ❖ 注意事项
 - ☞ (1) 待测样品充分磨细，液体样品需充分混合均匀，便于样品水解，如果结合性脂肪不能完全游离，影响测定结果。
 - ☞ (2) 水解时应防止大量水分损失，使酸浓度升高，影响测定结果。
 - ☞ (3) 水解后加入乙醇，可使蛋白质沉淀，同时促进脂肪球聚合，但乙醇会溶解部分碳水化合物和有机酸。后面用乙醚提取脂肪时，因乙醇可溶于乙醚，故需加入石油醚，降低乙醇在醚中的溶解度，使乙醇溶解物残留在水层，并使分层清晰。
 - ☞ (4) 挥干溶剂后，残留物中若有黑色焦油状杂质，是分解物与水一同混入所致，则测定值增大，可用等量的乙酸及石油醚溶解后过滤，再次进行挥干溶剂的

授课日期

第十六周

教案编号

7

课程名称	食品分析	专业班级	分检技术 241/242/3+证书 241
教材名称	食品分析与检验技术		
授课题目	任务七 测定食品中的碳水化合物		
授课学时	2节()；3节()；其它(√)		
课 型	理论(√)；实验(√)；见习()；实训()；其它()		
教学目的	<ol style="list-style-type: none"> 1. 明确常见的食品中碳水化合物含量，以及营养学意义。 2. 明确食品中还原糖、总糖、淀粉测定原理。 3. 明确常见食品纤维含量，以及测定原理。 4. 明确食品果胶测定原理。 		
教学重点	<ol style="list-style-type: none"> 1. 明确常见的食品中碳水化合物含量，以及营养学意义。 2. 明确食品中还原糖、总糖、淀粉测定原理及测定操作 		
教学难点	食品中还原糖、总糖、淀粉测定原理及测定操作		
教学方法	讲授(√)；讨论(√)；指导(√)；示教(√)；其它()		
电子教案	有(√)	Microsoft PowerPoint()；Author ware()；其它()	
	无()		
教学资源	多媒体(√)；模型()；标本()；实物()；音像()；其它()		
教学过程 时间安排	项目一 测定食品中的还原糖(90min) 项目二：测定食品中的蔗糖(10min) 项目三：测定食品中的总糖(10min) 项目四：测定食品中的淀粉(20min) 项目五：测定食品中的纤维(20min) 项目六：测定食品中的果胶物质(10min)		
思 考 题			
作 业			
教学后记			

任务七 测定食品中的碳水化合物

项目一：测定食品中的还原糖

一、案例

二、选用的国家标准

GB/T5009.7-2008 食品中还原糖的测定——直接滴定法。

❖ 三、测定方法

☞ 1. 样品处理

☞ (1) 乳类、乳制品及含蛋白质的冷食类（雪糕、冰激淋、豆乳等）：

☞ (2) 含酒精饮料：

☞ (3) 含淀粉高的食品：

☞ (4) 含 CO₂ 的饮料（汽水）：

❖ 2. 碱性酒石酸铜溶液标定

☞ 准确吸取碱性酒石酸铜甲液和碱性酒石酸铜乙液各 5mL 置于 250mL 锥形瓶中，加水 10mL 和玻璃珠数粒，预先从滴定管滴加约 9mL 葡萄糖标准溶液，加热在 2min 内沸腾，保持沸腾 1min，在沸腾状态以 0.5 滴/s 速度继续滴加葡萄糖标准溶液，直至蓝色溶液刚好褪去为滴定终点，记录葡萄糖标准溶液消耗的总容积，平行操作三次，取平均值。

☞ 计算 10mL 酒石酸铜溶液（甲液、乙液各 5mL）相当于葡萄糖的质量。

$$❖ A = \rho v$$

❖ 式中

❖ A ——10mL 碱性酒石酸铜溶液（甲液、乙液各 5mL）相当于还原糖的质量，mg；

❖ ρ ——葡萄糖标准溶液的浓度，mg/mL；

❖ v ——标定时平均消耗葡萄糖标准溶液的总容积，mL。

❖ 3. 样品溶液预测定

☞ 准确吸取碱性酒石酸铜甲液和碱性酒石酸铜乙液各 5mL 置于 250mL 锥形瓶中，加水 10mL 和玻璃珠数粒，加热在 2min 内沸腾，趁沸以

先快后慢的速度从滴定管中滴加样液，滴定时始终保持溶液呈沸腾状态，待溶液蓝色变浅时，以 0.5 滴/s 速度继续滴定，至溶液蓝色刚好褪去为终点，记录样品溶液消耗的总容积。

❖ 4. 样品溶液测定

☞ 准确吸取碱性酒石酸铜甲液和碱性酒石酸铜乙液各 5mL 置于 250mL 锥形瓶中，加水 10mL 和玻璃珠数粒，从滴定管中加入比预测时样品溶液消耗总容积少 1mL 的样品溶液，加热在 2min 内沸腾，在沸腾状态以 0.5 滴/s 速度继续滴加样品溶液，直至蓝色溶液刚好褪去为滴定终点，记录样品溶液消耗的总容积，平行操作三次，取平均值。

❖ 5. 结果计算

$$X = \frac{A}{m \times \frac{V}{250} \times 1000} \times 100$$

❖ 式中

❖ X ——试样中还原糖（以葡萄糖计）含量，g/100g；

❖ m ——样品质量，g；

❖ A ——10mL 碱性酒石酸铜溶液相当于还原糖（以葡萄糖计）的质量，mg；

❖ V ——测定时平均消耗样品溶液的体积，mL；

❖ 250——样品溶液的总容积，mL。

❖ 四、相关知识

☞ （一）食品中还原糖含量测定——直接滴定法原理

❖ 一定量的碱性酒石酸铜甲液、乙液等量混合，生成天蓝色的氢氧化铜沉淀，沉淀很快与酒石酸钾钠反应，生成深蓝色的可溶性酒石酸钾钠铜络合物。在加热条件下，以次甲基蓝作为指示剂，用样液滴定经过标定的碱性酒石酸铜溶液，样液中的还原糖与酒石酸钾钠铜反应，生成红色的氧化亚铜沉淀，待二价铜全部被还原后，稍过量的还原糖把次甲基蓝还原，溶液蓝色消失，即为滴定终点，根据样液消耗量可计算

还原糖含量。

- ❖ 本法摘自 GB/T5009.7-2008，是在蓝-爱农容量法基础上发展起来的，其特点是试剂用量少，操作和计算都比较简便、快速，滴定终点明显，适用于各类食品中还原糖的测定，但在分析测定酱油等深色样品时，因色素干扰，滴定终点常常模糊不清，影响准确性。

❖ 注意事项

- ⊕ 1. 碱性酒石酸铜的氧化能力较强，醛糖和酮糖都能被氧化，所测得结果是总还原糖量。
- ⊕ 2. 本法对糖进行定量分析的基础是确定了碱性酒石酸铜溶液中 Cu^{2+} 的量，据此来确定消耗的样液量，换算出样液中还原糖的含量，所以在样品处理时，不能使用铜盐作为澄清剂，以免样液中引入 Cu^{2+} ，得到错误的结果。
- ⊕ 3. 次甲基蓝本一种氧化剂，其氧化型为蓝色，还原型为无色；但在测定条件下，它的氧化能力比 Cu^{2+} 弱，故还原糖先与 Cu^{2+} 反应， Cu^{2+} 完全反应后，稍微过量一点的还原糖则将次甲基蓝指示剂还原，使之由蓝色变为无色，指示滴定终点。
- ⊕ 4. 碱性酒石酸铜甲液和乙液应分别配制储存，用时才混合，因为酒石酸钾钠铜络合物长期在碱性条件下会慢慢解析出氧化亚铜沉淀，使试剂有效浓度降低。
- ⊕ 5. 在碱性酒石酸铜乙溶液中加入少量亚铁氰化钾，它同 Cu_2O 生成可溶性的无色配合物，而不析出红色沉淀，可以消除氧化亚铜沉淀对滴定终点观察的干扰
- ⊕ 6. 滴定时要保持在沸腾状态，加热可以加快还原糖与 Cu^{2+} 的反应速度；同时次甲基蓝的变色反应是可逆的，还原型次甲基蓝遇到空气中的氧时又会被氧化为其氧化型，再变为蓝色，而氧化亚铜也极不稳定，容易与空气中的氧结合而被氧化，从而增加还原糖的消耗量，加热使反应速度加快，也防止空气进入，避免次甲基蓝和氧化亚铜的氧化。
- ❖ 7. 测定中还原糖液浓度、滴定速度、热源强度、煮沸时间等都对测定的

精密度有很大的影响。

- ☞ 一般要求样液中还原糖浓度在 0.1% 左右，与标准葡萄糖溶液的浓度相近，预测可了解样液浓度是否合适，通过调整，使预测时消耗样品溶液量在 10mL 左右，预测可知样液的大概消耗量。
- ☞ 正式测定时，预先加入比实际用量少 1mL 左右的样品溶液，只留下 1mL 左右样液继续滴定时滴入，可以在短时间内完成滴定工作，提高测定的准确度。
- ☞ 热源温度控制在反应液 2min 内达到沸腾状态，避免加热至沸腾所需时间不同，引起蒸发量不同，使反应液碱度发生变化，引入误差。

❖ 五、测定食品中还原糖方法

☞ （一）食品中碳水化合物的意义

☞ 食品工业中的糖类

- ❖ 食品工业中的单糖主要有葡萄糖、果糖和半乳糖，它们都是含有 6 个碳原子的多羟基醛或多羟基酮，还有核糖、阿拉伯糖、木糖等戊醛糖等。
- ❖ 食品中的双糖主要有蔗糖、乳糖和麦芽糖，其中蔗糖是食品工业中最重要的甜味物质。
- ❖ 食品中的多糖主要有淀粉、纤维素、果胶等。

☞ 测定食品中糖类的方法

- ❖ 物理法、化学法、色谱法和酶法

❖ （二）高锰酸钾滴定法：

- ☞ 将一定量的样品溶液与过量的碱性酒石酸铜溶液反应，还原糖将 Cu^{2+} 还原为 Cu_2O ，抽滤后得到 Cu_2O 沉淀，向 Cu_2O 沉淀中加入过量的酸性硫酸铁溶液， Cu_2O 被氧化溶解，而 Fe^{3+} 被定量地还原为 Fe^{2+} ；再用高锰酸钾标准溶液滴定所生成的 Fe^{2+} ，根据高锰酸钾溶液消耗量可计算出 Cu_2O 的量，从附表 7 中查出与氧化亚铜量相当的还原糖量，即可计算出样品中还原糖含量。

- ☞ 本法摘自 GB/T5009.7-2003，又称贝尔德蓝（Bertrand）法，适用于各类食品中还原糖的测定，

- ☞ Cu_2O 生成过程同直接滴定法。

- ❖ $\text{Cu}_2\text{O} + \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 = 2\text{CuSO}_4 + 2\text{FeSO}_4 + \text{H}_2\text{O}$
- ❖ $10\text{FeSO}_4 + 2\text{KMnO}_4 + 8\text{H}_2\text{SO}_4 = 5\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 + 2\text{MnSO}_4 + \text{K}_2\text{SO}_4 + 8\text{H}_2\text{O}$
- ❖ (三) 葡萄糖氧化酶-比色法
 - ☞ 在有氧条件下葡萄糖氧化酶 (GOD) 催化 β -D-葡萄糖(葡萄糖水溶液状态)氧化, 生成 D-葡萄糖酸- δ -内酯和过氧化氢。受过氧化物酶 (POD) 催化, 过氧化氢与 4-氨基安替吡啉和苯酚生成红色醌亚胺, 在波长 505nm 处测定醌亚胺的吸光值, 可计算出食品中葡萄糖的含量。
- ❖ (四) 蓝-爱农法
 - ❖ 蓝-爱农 (Lane-Eynon) 法是国际上常用的还原糖的标准分析方法, 我国制定的标准直接滴定法就是以此方法为基础改良的, 此法广泛应用于科研、生产中糖的定量, 其实验原理同直接滴定法。

项目二:测定食品中的蔗糖

- ❖ 一、案例
- ❖ 二、选用的国家标准
 - ☞ GB/T5009.8-2008 食品中蔗糖的测定——酸水解法。
- ❖ 三、测定方法
- ❖ 四、相关知识
 - ☞ (一) 食品中蔗糖含量测定——酸水解法原理
 - ❖ 脱脂后的样品, 用水或乙醇提取, 提取液经澄清处理除去蛋白质等杂质后, 用稀盐酸进行水解, 使蔗糖转化为还原糖, 再按还原糖测定方法分别测定水解前后样液中还原糖含量, 两者之差即为由蔗糖水解产生的还原糖量, 再乘以换算系数 0.95 即为蔗糖含量。
 - ❖ 本法适用于各种食品蔗糖含量, 本法规定的水解条件, 只能使蔗糖完全水解, 而其他双糖和淀粉水解很少, 可忽略不计。
 - ☞ (二) 注意事项
 - ❖ 1. 本法的水解条件一定要严格控制。

- ❖ 2. 蔗糖水解后生成两分子单糖，其相对分子质量之和为 360，而蔗糖相对分子质量为 342，故 1g 转化糖相当于 0.95g 蔗糖
- ❖ 3. 用还原糖法测定蔗糖时，为减少误差，测得的还原糖含量应以转化糖表示，选用直接滴定法，应采用 0.1% 标准转化糖溶液标定碱性酒石酸铜溶液。
- ❖ 五、测定食品中蔗糖方法
 - ❖ (一) 食品中蔗糖的意义
 - ❖ 在食品生产中，测定蔗糖的含量可以判断食品加工原料的成熟度，鉴别白糖、蜂蜜等食品原料的品质，以及控制糖果、果脯、加糖乳制品等产品的质量指标。
 - ❖ 但蔗糖是葡萄糖和果糖组成的双糖，没有还原性，不能用碱性铜盐直接测定，通过一定条件处理，蔗糖水解为具有还原性的葡萄糖和果糖，可以用还原糖测定方法测定蔗糖含量。
 - ❖ 食品中蔗糖测定方法除酸水解方法外，还有酶-比色法。
 - ❖ (二) 酶-比色法
 - ❖ 在 β -D-果糖苷酶 (β -FS) 催化下，蔗糖被酶解为葡萄糖和果糖。葡萄糖氧化酶 (GOD) 在有氧条件下，催化 β -D-葡萄糖 (葡萄糖水溶液状态) 氧化，生成 D-葡萄糖酸- δ -内酯和过氧化氢。受过氧化物酶 (POD) 催化，过氧化氢与 4-氨基安替吡啉和苯酚生成红色醌亚胺。在波长 505nm 处测定醌亚胺的吸光度，计算食品中蔗糖的含量。本法适用于各类食品中蔗糖的测定。

项目三：测定食品中的总糖

- ❖ 一、案例
- ❖ 二、选用的国家标准
 - ❖ 总糖的测定通常以还原糖的测定方法为基础，因此选用 GB/T5009.7-2008 食品中还原糖的测定。
- ❖ 三、测定方法
- ❖ 四、相关知识

- (一) 食品中总糖含量测定——直接滴定法原理
 - ◆ 样品经处理除去蛋白质等杂质后，加入盐酸，在加热条件下蔗糖水解为还原性单糖，可利用直接滴定法测定水解后样品中的还原糖总量。
 - ◆ 本法适用于各种食品中总糖的测定，但总糖中不包括淀粉，因为在本测定条件下，淀粉的水解非常微弱，故忽略不计。
- (二) 注意事项
 - ◆ 1. 严格控制水解时间。
 - ◆ 2. 总糖测定结果一般以转化糖或葡萄糖计，要根据产品的质量指标要求而定。

❖ 五、测定食品中总糖方法

- (一) 食品中总糖的意义
- 食品中含有多种糖类，食品中的总糖通常是指具有还原性的糖（葡萄糖、果糖、乳糖、麦芽糖等）和在测定条件下能水解为还原性单糖的蔗糖的总量。
- 作为食品生产中的常规分析项目，总糖反映的是食品中可溶性单糖和低聚糖的总量，总糖的含量对产品的感官质量、组织形态、营养价值、成本等有一定影响，因此许多食品如麦乳精、糕点、果蔬罐头、饮料等的质量指标中都有总糖这一项。

食品中总糖测定方法包括直接滴定法、蒽酮比色法等。

项目四：测定食品中的淀粉

- ❖ 一、案例
- ❖ 二、选用的国家标准
 - ☞ GB/T5009.9—208 食品中淀粉的测定——酶水解法。
- ❖ 三、测定方法
- ❖ 四、相关知识
 - ☞ (一) 食品中淀粉含量测定——酶水解法原理
 - ❖ 试样经除去脂肪和可溶性糖类后，其淀粉用淀粉酶水解成双糖，再用盐酸将双糖水解成单糖，最后按照还原糖测定，并折算成淀粉。

- ❖ 本法摘自 GB/T5009.9—2008 食品中淀粉测定，适用于食品中淀粉含量测定。

☞ (二) 注意事项

- ❖ 1. 在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。
- ❖ 2. 脂肪含量高的样品需要用乙醚脱脂。
- ❖ 3. 已经加热处理过的食品，测定淀粉前还需要将样品再次糊化，因为老化淀粉不易被酶水解。

4. 使用淀粉酶前，应预先确定淀粉酶的活力及水解时加入量。

❖ 五、测定食品中淀粉的方法

☞ (一) 食品中淀粉的意义

- ❖ 淀粉在食品工业中用途广泛，常作为食品的原辅料，如糖果制造中作为填充剂，雪糕等冷饮食品中作为稳定剂，午餐肉、香肠等肉类罐头中作为增稠剂，以增加制品的结着性和持水性，在面包、饼干、糕点生产中用来调节面筋浓度和胀润度，使面团具有适合于工艺操作的物理性质等，因此淀粉含量作为某些食品主要质量指标，是食品生产管理中常做的分析检测项目。

- ❖ 测定食品中淀粉含量的方法包括酶水解法、酸水解法。

项目五：测定食品中的纤维

❖ 一、案例

❖ 二、选用的国家标准

☞ GB/T5009.88-2008 食品中不溶性膳食纤维的测定——重量法。

❖ 三、测定方法

❖ 四、相关知识

☞ (一) 食品中不溶性膳食纤维含量测定——重量法原理

- ❖ 样品经热的中性洗涤剂浸煮后，残渣用热蒸馏水充分洗涤，样品中的糖、游离淀粉、蛋白质、果胶等物质被溶解除去，然后加入 α -淀粉酶溶液以分解结合态淀粉，再用蒸馏水、丙酮洗涤，以除去残存的脂肪、色素等，残渣经烘

干，即为不溶性膳食纤维（中性洗涤纤维）。

- ❖ 本法摘自 GB/T5009.88—2008，适用于谷物及其制品、饲料、果蔬等样品。

☞ （二）注意事项

- ❖ 1. 不溶性膳食纤维包括了样品中全部的纤维素、半纤维素、木质素、角质。
- ❖ 2. 样品颗粒过粗时结果偏高，过细时又易造成滤板孔眼堵塞，使过滤无法进行。
- ❖ 3. 样品脂肪超过 10%，应先脱脂。
- ❖ 4. 测定结果中包含灰分，可灰化后扣除。

❖ 五、测定食品纤维的方法

☞ （一）食品中纤维的意义

- ❖ 营养学指的膳食纤维，指食品中不能被人体消化酶所消化的多糖类和木质素的总和，它包括纤维素、半纤维素、戊聚糖、木质素、果胶、树胶等，膳食纤维比粗纤维更能客观、准确地反映食物的可利用率，因此有逐渐取代粗纤维指标的趋势。
- ❖ 膳食纤维作为人类膳食中不可缺少的重要物质，在维持人体健康和预防疾病方面有着独特的作用，在食品生产和食品开发中，常需要测定膳食纤维的含量，它也是食品成分分析项目之一，对于食品品质管理和营养价值的评定具有重要意义。

项目六：测定食品中的果胶物质

❖ 一、案例

- ☞ 果胶是一种广泛存在于植物组织中的多糖物质，其主要成份为半乳糖醛酸，是受 FAO/WHO 食品添加剂联合委员会推荐不受添加量限制的公认安全的食品添加剂。
- ☞ 在 GB2760-2014 食品添加剂使用卫生标准中，果胶作为增稠剂，其添加量按生产需要适量使用。

❖ 二、测定方法

❖ 三、相关知识

☞ (一) 食品中果胶含量测定——重量法原理

- ❖ 样品经 70%乙醇处理，果胶物质沉淀，再依次用乙醇、乙醚洗涤沉淀，除去可溶性糖类、脂肪、色素等物质；残渣分别用酸或用水提取总果胶或水溶性果胶。提取出来的果胶经皂化生成果胶酸钠，再经醋酸酸化使之生成果胶酸，加入钙盐则生成果胶酸钙沉淀，烘干后称重，换算成果胶的质量。此法适用于各类食品，方法稳定可靠，但操作较烦琐、费时，同时果胶酸钙沉淀中易夹杂其它胶态物质，使本法选择性较差。

❖ (二) 注意事项

- ☞ 1. 为防止新鲜试样研磨中果胶分解酶的作用，将切片浸入乙醇中，是为了钝化酶的活性。
- ☞ 2. 糖分的苯酚-硫酸检验法：取检液 1mL，置于试管中，加入 1mL 5% 苯酚水溶液，再加入 5mL 硫酸，混匀，如溶液呈褐色，证明检液中含有糖分。
- ☞ 3. 加入氯化钙溶液时，应边搅拌边缓缓滴加，以减小过饱和度，并可避免溶液局部过浓。
- ☞ 4. 采用热过滤和热水洗涤沉淀，可以降低溶液的黏度，加快过滤和洗涤速度，并增大杂质的溶解度，使其易被洗去。

❖ 四、测定食品中果胶的方法

☞ (一) 食品中果胶的意义

- ❖ 果胶在食品工业中应用较广，如利用果胶水溶液在适当条件下可以形成凝胶的特性，生产果酱、果冻及高级糖果等食品；利用果胶具有增稠、稳定、乳化等功能，可以解决饮料的分层、防止沉淀、改善风味等。
- ❖ 测定果胶物质的方法有称量法、分光光度法、果胶酸钙滴定法、蒸馏滴定法等

❖ 思考题

- ☞ 1. 直接滴定法测定还原糖原理是什么？

- ☞ 2. 为什么直接滴定法测定还原糖时要进行预滴定？
- ☞ 3. 简述直接滴定法中次甲基蓝的变色原理？
- ☞ 4. 测定食品蔗糖时，如何进行水解？需要控制哪些条件？
- ☞ 5. 测定淀粉测定时为什么要进行水解？如何进行水解？

授课日期	第九周	教案编号	8
课程名称	食品分析	专业班级	分检技术 241/242/3+证书 241
教材名称	食品分析与检验技术		
授课题目	任务八 测定食品的酸度		
授课学时	2节()；3节(√)；其它()		
课 型	理论(√)；实验()；见习()；实训()；其它()		
教学目的	<ul style="list-style-type: none"> ❖ 技能目标 <ul style="list-style-type: none"> ☞ 1. 会测定食品的总酸度。 ☞ 2. 会测定食品中的有效酸度。 ☞ 3. 会测定食品中的挥发酸。 ☞ 4. 会测定食品中的有机酸。 ❖ 知识目标 <ul style="list-style-type: none"> ☞ 1. 明确食品中常见的有机酸种类，了解食品酸度的意义。 ☞ 2. 明确食品总酸度的意义，测定原理。 ☞ 3. 明确有效酸、挥发酸的测定原理。 ☞ 4. 明确食品有机酸的测定方法 		
教学重点	<ol style="list-style-type: none"> 1 明确食品中常见的有机酸种类，了解食品酸度的意义。 2 会测定食品的总酸度。 		
教学难点	<ol style="list-style-type: none"> 1 明确食品中常见的有机酸种类，了解食品酸度的意义。 2 会测定食品的总酸度。 		
教学方法	讲授(√)；讨论(√)；指导()；示教()；其它()		
电子教案	有(√)	Microsoft PowerPoint()；Author ware()；其它()	
	无()		
教学资源	多媒体(√)；模型()；标本()；实物()；音像()；其它()		
教学过程 时间安排	第一节 测定食品的总酸 45min 第二节 食品中有机酸的测定 45min		
思 考 题	<ul style="list-style-type: none"> ❖ 1. 食品酸度包括哪几类？ ❖ 2. 对颜色较深样品如何测定总酸度？ ❖ 3. 什么是有效酸度？如何测定？ ❖ 4. 食品有机酸测定方法有哪些？ 		
作 业			
教学后记			

任务八 测定食品的酸度

项目一:测定食品的总酸

❖ 一、案例

❖ 二、选用的国家标准

☞ GB/T12456-2008 食品中总酸的测定——酸碱滴定法。

❖ 三、测定方法

☞ 1. 样品预处理

☞ (1) 不含二氧化碳的液体样品 充分混合均匀后,置于密闭玻璃容器。

☞ (2) 含二氧化碳的液体样品 取不少于 200g 样品于 500mL 烧杯中,置于电炉上搅拌加热至微沸 2min,称量,用煮沸过水补充至煮沸前质量,置于密闭玻璃容器。

☞ (3) 固体样品 取不少于 200g 样品置于研钵或组织捣碎机中,加入与样品等量的煮沸过的水,捣碎混匀后置于密闭玻璃容器。

☞ (4) 固、液体样品 按样品固、液体比例取不少于 200g 置于研钵或组织捣碎机中,捣碎混匀后置于密闭玻璃容器。

❖ 2. 试液的制备

☞ (1) 总酸含量少于或等于 4g/kg 的式样 将上述预处理的试样经快速滤纸过滤,用于测定。

☞ (2) 总酸含量大于 4g/kg 的式样 称取 10~50g 样品(精确至 0.001g)置于 100mL 烧杯,用 80℃ 左右煮沸过的水将烧杯中内容物移至 250mL 容量瓶中,沸水浴 30min(期间摇动 2~3 次),取出冷却至室温,用煮沸过的水定容,经快速滤纸过滤,用于测定。

❖ 2. 试液的制备

☞ (1) 总酸含量少于或等于 4g/kg 的式样 将上述预处理的试样经快速滤纸过滤,用于测定。

☞ (2) 总酸含量大于 4g/kg 的式样 称取 10~50g 样品(精确至 0.001g)置于 100mL 烧杯,用 80℃ 左右煮沸过的水将烧杯中内容物移至 250mL 容量瓶中,沸水浴 30min(期间摇动 2~3 次),取出冷却至室温,用煮沸过的水定容,经快速滤纸过滤,用于测定。

❖ 3. 结果计算

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times K \times F}{m} \times 100$$

- ❖ 式中
- ❖ X ——试样中总酸量, g/100g;
- ❖ V_1 ——试样消耗氢氧化钠标准溶液的体积, mL;
- ❖ V_2 ——空白消耗氢氧化钠标准溶液的体积, mL;
- ❖ m ——试样质量, g;
- ❖ c ——氢氧化钠溶液浓度, mol/L;
- ❖ K ——酸的换算系数;
- ❖ F ——试液的稀释倍数。

❖ 4. 试剂

- ❖ (1) 0.1mol/LNaOH 标准溶液。
- ❖ (2) 1%酚酞指示剂。

❖ 四、相关知识

❖ (一) 食品总酸的测定——滴定法原理

☞ 食品中有机酸用氢氧化钠标准溶液滴定, 用酚酞做指示剂, 当滴定至终点 (指示剂显红色) 时, 根据滴定时消耗的标准碱液的体积, 可计算出样品中的总酸量。

☞ 本法摘自 GB/T12456-2008, 适用于果蔬制品、饮料、乳制品、饮料酒、蜂产品、淀粉制品、谷物制品和调味品等食品中总酸测定。。

❖ (二) 注意事项

☞ 1. 食品中含有多种有机酸, 总酸测定结果通常以样品中含量最多的那种酸表示。用柠檬酸表示, 折算系数为 0.064; 用酒石酸表示, 折算系数 0.075; 用苹果酸表示, 折算系数 0.067; 用乳酸表示, 折算系数 0.090; 用乙酸表示, 折算系数 0.060。

☞ 2. 样品用水必须是无 CO_2 水, 避免影响测定结果。

☞ 3. 食品中有机酸均为弱酸, 在用强碱 (NaOH) 滴定时, 其滴定终点偏碱 (一般在 pH8.2 左右), 故选用酚酞作终点指示剂。

☞ 4. 对于有颜色 (如带色果汁等) 试样, 可用同体积的不含 CO_2 蒸馏水稀释或加活性炭脱色, 然后对照原样液进行滴定, 对比观察酚酞颜色的差别; 样液颜色过深或浑浊则可用电位滴定法。

❖ 五、测定食品酸类物质的方法

☞ (一) 食品中酸类物质的意义

❖ 食品中的酸性物质在食品的加工、储运及品质管理等方面有重要意义,有机酸影响食品的色、香、味及其稳定性,食品中酸类物质不仅可以作为判断食品成熟度的指标,还是判断食品新鲜程度的重要指标。

❖ 食品中酸度分为总酸度:

❖ 是指食品所有酸性物质的总量,包括已离解的和未离解的酸的总和,利用标准溶液滴定可得食品中含量,以样品中主要代表酸的含量表示。

❖ 有效酸度:

❖ 是指样品中呈游离状态的 H^+ 的浓度,常用 pH 表示,用酸度计 (pH 计) 进行测定。挥发酸度:是指食品中易挥发的部分有机酸,可利用蒸馏法分离,再根据总酸测定方法进行滴定测得

❖ (二) 测定乳及乳制品酸度

☞ 牛乳的总酸度包括外表酸度和真实酸度之和。

❖ 外表酸度又称为固有酸度,是指刚从乳牛体内挤出的新鲜牛乳本身所具有的酸度。

❖ 真实酸度又称为发酵酸度,是指牛乳在放置过程中,由乳酸菌作用于乳糖产生乳酸而升高的牛乳酸度。

☞ 牛乳的酸度表示方法有以下两种:

❖ 用 $^{\circ}T$ 表示牛乳酸度:指滴定 100mL 牛乳所消耗 0.01mol/L 氢氧化钠的体积 (mL);或滴定 10mL 牛乳所消耗 0.1mol/L 氢氧化钠的体积 (mL) 乘以 10, 既得牛乳酸度 ($^{\circ}T$)。新鲜牛乳酸度为 16~18 $^{\circ}T$, 它是反应牛乳质量的一项重要指标。

❖ 用乳酸的质量分数表示:用总酸度的计算方法表示牛乳酸度。

❖ 测定食品中挥发酸

☞ 食品中的挥发酸

- ❖ 指乙酸和痕量的甲酸、丁酸等含低碳链的直链脂肪酸，不包括可用水蒸气蒸馏的乳酸、琥珀酸、山梨酸以及 CO_2 和 SO_2 等。

☞ 食品中挥发酸的测定分为直接测定法和间接测定法

- ❖ 直接测定法是指利用水蒸气蒸馏或溶剂萃取分离出挥发酸，再用标准碱溶液滴定，这种方法具有操作简单特点，适用于含挥发酸较高样品，如各类饮料、果蔬及其制品（如发酵制品、酒等）中挥发酸含量的测定；
- ❖ 间接测定法是样品经过预处理后将挥发酸蒸发排除后，用标准碱溶液滴定不挥发酸，最后从总酸度中减去不挥发酸即为挥发酸含量，该方法适用于挥发酸含量较少样品。

❖ 测定食品有效酸度（PH）

☞ 食品有效酸度的测定方法常用的比色法和电位法。

- ❖ 比色法是指利用不同的酸碱指示剂来显示 pH，其具有简便、快速、经济的特点，但结果准确度较差，如用 pH 试纸；
- ❖ 电位法又称为 pH 计法，其具有准确度较高，操作简便，不受试样本身颜色影响的特点
 - ❖ 电位法是将电极随溶液氢离子浓度变化而变化的玻璃电极（指示电极）与电极电位不变的甘汞电极（参比电极）插入被测溶液中组成原电池，该电池电动势大小与溶液 pH 有线性关系，即在 25°C 时，每相差一个 pH 单位就产生 59.1mV 的电池电动势，利用酸度计测量电池电动势并直接以 pH 表示，从酸度计读出样品溶液的 pH。

项目二：食品中有机酸的测定

❖ 一、案例

❖ 二、选用国家标准

☞ GB/T5009.157-2003 食品中有机酸的测定——高效液相色谱法。

❖ 三、测定方法

☞ 1. 样品预处理

- ❖ (1) 固体试样：精确称取 50g 试样于组织捣碎机中，加 100mL 80%乙醇，匀浆 1min 后，取 5g 试样以 3000r/min 离心 10min，取上清液于 50mL 容量瓶中，残渣用 80%乙醇洗涤两次，每次 15mL，离心 10min，合并上清液，用 80%乙醇定容，即为提取液。将提取液 5.00mL 于蒸发皿中，在 70℃ 恒温水浴上蒸去乙醇，残留物用重蒸馏水定量转入 10mL 具塞比色管内，加入 1mol/L 磷酸 0.2mL，用重蒸馏水定容至 10mL，混匀。取部分样液经内装 0.3 μm 滤膜的针头过滤器过滤，滤液供高效液相色谱分析用。
- ❖ (2) 液体试样：准确吸取 5.00mL 试样（对含有二氧化碳的样品，需要先加热去除；含人工合成色素则先加入聚酰胺粉于 70℃ 水浴中加热脱色，样液在 3000r/min 离心 10min，取上清液备用），加入 0.2mL 1mol/L 磷酸，重蒸馏水吸稀释至 10mL，经 0.3 μm 滤膜过滤，滤液备用。

❖ 2. 测定

☞ 色谱条件

- ❖ 预柱：C18 柱，10 μm，4.6mm×30mm。
- ❖ 分析柱：C18 柱，5 μm，4.6mm×250mm。
- ❖ 流动相：0.01mol/L 磷酸氢二铵，用 1mol/L 磷酸调至 Ph=2.70，临用前用超声波脱气。
- ❖ 流速：1mL/min。
- ❖ 进样量：20 μL。
- ❖ 紫外线检测波长：210nm。

❖ 3. 标准曲线的绘制

❖ 4. 试样测定

☞ 在与绘制标准曲线相同条件下，取 20 μL 试样液注入色谱仪，根据标准曲线求出样液中有机的浓度。

❖ 结果计算

☞ 固体试样：

$$X = \frac{c \times V_1 \times V}{m_{64} \times V_2}$$

☞ 液体试样:

$$X = \frac{c \times V_1}{V}$$

❖ 式中

- ❖ X ——试样中有机酸含量, mg/kg (mg/L);
- ❖ c ——由标准曲线得到样液某有机酸浓度, $\mu\text{g/mL}$;
- ❖ m ——试样的质量, g;
- ❖ V ——固体试样为提取液的总体积, 液体试样为用于分析的试样体积, mL;
- ❖ V_1 ——试样的最后定容体积, mL;
- ❖ V_2 ——分析用试样提取液的体积, mL。

☞ 6. 试剂

- ❖ 80%乙醇、1mol/L 磷酸二氢铵溶液、1mol/L 磷酸、有机酸标准溶液。

☞ 7. 仪器

- ❖ 组织捣碎机、恒温水浴箱、高效液相色谱、酸度计、针头过滤器 (0.3 μm 合成纤维树脂滤膜)。

❖ 四、相关知识

☞ (一) 食品中有机酸含量测定——高效液相色谱法原理

- ❖ 食品试样经匀浆提取、离心后, 样液经 0.3 μm 滤膜抽滤, 以 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4\text{-H}_3\text{PO}_4$ 缓冲溶液 (pH=2.7) 为流动相, 用高效液相色谱法在 C18 色谱柱上分离, 于 210nm 处经紫外线检测器检测, 用峰高或峰面积标准曲线测定有机酸含量。
- ❖ 本法摘自 GB/T5009.157-2003。

☞ (二) 注意事项

- ❖ 1. 本方法所用试剂均为分析纯, 试验用水为重蒸馏水或等同纯度的水, 经 0.45 μm 滤膜真空抽滤。
- ❖ 2. 样品溶液测定时, 每进三次试样, 就应该进一次标准溶液校正, 并重新计算校正系数, 以保证测定结果。

- ❖ 3. 提取样品中有机酸应该用 80%乙醇做提取剂, 可使有机酸提取完全, 还可避免样品中蛋白质溶出影响色谱柱的使用寿命。

❖ 五、测定食品中有机酸的方法

- ❧ 食品中有机酸部分是食品原料中固有, 部分是在食品加工中添加进去, 还有部分是在生产加工贮存中产生的, 一种食品中可同时含有一种或多种有机酸。
- ❧ 果蔬中有机酸的含量取决于品种、成熟度以及产地气候条件等因素, 其它食品中有机酸的含量取决其原料种类、产品配方等。
- ❧ 食品有机酸目前常用的测定方法
 - ❖ 主要有气相色谱法、离子交换色谱法和高效液相色谱法等。

❖ 思考题

- ❧ 1. 食品酸度包括哪几类?
- ❧ 2. 对颜色较深样品如何测定总酸度?
- ❧ 3. 什么是有效酸度? 如何测定?
- ❧ 4. 食品有机酸测定方法有哪些?

授课日期	第十周	教案编号	9
课程名称	食品分析	专业班级	分检技术 241/242/3+证书 241
教材名称	食品分析与检验技术		
授课题目	任务九 测定食品中的维生素		
授课学时	2节 () ; 3节 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 其它 ()		
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 () ; 其它 ()		
教学目的	<ul style="list-style-type: none"> ❖ 知识目标 ❖ 1. 明确常见的食品维生素 C、B1、B2 含量, 以及测定原理。 ❖ 2. 明确常见的食品维生素 A、E、D 含量, 以及测定原理。 		
教学重点	食品中多种维生素测定的原理及其测定意义。		
教学难点	食品中多种维生素测定的原理及其测定意义。 乳粉中维生素 A、维生素 E 测定-液相色谱分析前处理		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 () ; 示教 () ; 其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint () ; Author ware () ; 其它 ()	
	无 ()		
教学资源	多媒体 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 () ; 音像 () ; 其它 ()		
教学过程 时间安排	第一节 测定食品的维生素 C 45min 第二节 食品中维生素 A、E 的测定 45min		
思 考 题	<ol style="list-style-type: none"> 1. 维生素 C 测定中形成的脎如何溶解, 怎样操作? 2. 维生素 B2 测定中为什么说氧化是操作的关键步骤? 3. 如何对含量低的维生素 A 和 E 进行提取和浓缩? 4. 如何对维生素 D 待测液进行净化处理? 		
作 业			
教学后记			

任务九 测定食品中的维生素

项目一：测定食品中的维生素 C

❖ 一、案例

❖ 二、选用的国家标准

☞ GB/T5009.86-2003 蔬菜、水果及其制品中总抗坏血酸的测定——2, 4-二硝基苯肼法。

❖ 三、测定方法

☞ 1. 试样的制备

❖ (1) 鲜样的制备:

❖ 称取 100g 鲜样, 加入 100mL 20g/L 草酸溶液, 倒入捣碎机中打成匀浆, 取 10~40g 匀浆 (含 1~2mg 抗坏血酸) 倒入 100mL 容量瓶中, 用 10g/L 草酸溶液稀释至刻度, 混匀, 过滤, 滤液备用。

❖ (2) 干样制备:

❖ 称 1~4g 干样 (含 1~2mg 抗坏血酸) 放入乳钵内, 加入 10g/L 草酸溶液磨成匀浆, 倒入 100mL 容量瓶内, 用 10g/L 草酸溶液稀释至刻度, 混匀, 过滤, 滤液备用。

❖ 2. 氧化处理

☞ 取 25mL 上述滤液, 加入 2g 活性炭, 振摇 1min, 过滤, 弃去最初数毫升滤液, 取 10mL 此氧化提取液, 加入 10mL 20g/L 硫脲溶液, 混匀, 此试样为稀释液。

❖ 3. 呈色反应

☞ 取三个试管中各加入 4mL 稀释液, 一个试管作为空白, 其余试管中加入 1.0mL 20g/L 2, 4-二硝基苯肼溶液, 将所有试管放入 37 ± 0.5℃ 恒温箱或水浴中, 保温 3h。

☞ 3h 后取出, 除空白管外, 其余试管放入冰水中。空白管取出后冷却至室温, 然后加入 1.0mL 20g/L 2, 4-二硝基苯肼溶液, 室温下放置 10~15min 后放入冰水。

❖ 4. 硫酸处理

☞ 试管放入冰水中，向每一试管加入 5mL85%硫酸，边加边摇，滴加时间至少需要 1min，然后将试管自冰水中取出，室温放置 30min 后比色。

❖ 5. 比色

☞ 用 1cm 比色皿，以空白液调零点，于 500nm 波长测吸光值。

❖ 6. 标准曲线的绘制

☞ (1) 加 2g 活性炭于 50mL 标准溶液中，振动 1min，过滤。

☞ (2) 将 10mL 滤液移入 500mL 容量瓶中，加 5.0g 硫脲，用 10g/L 草酸溶液稀释至刻度，抗坏血酸浓度 $20 \mu\text{g/mL}$ 。

☞ (3) 取 5、10、20、25、40、50、60mL 上述溶液，分别放入 7 个 100mL 容量瓶中，用 10g/L 硫脲溶液稀释至刻度，标准溶液中抗坏血酸的浓度分别为 1, 2, 4, 5, 8, 10, $12 \mu\text{g/mL}$ 。

☞ (4) 按试样测定步骤 3、4 形成月杀 并比色。

☞ (5) 以吸光值为纵坐标，抗坏血酸浓度 ($\mu\text{g/mL}$) 为横坐标绘制标准曲线。

❖ 7. 结果结算
$$X = \frac{c \times V}{m} \times F \times \frac{100}{1000}$$

❖ 式中

❖ X ——试样中总抗坏血酸含量，mg/100g；

❖ c ——由标准曲线查得“试样氧化液”中总抗坏血酸的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

❖ V ——试样用 10g/L 草酸溶液定容的体积，mL；

❖ F ——试样氧化处理过程中的稀释倍数；

❖ ——试样的质量，g。

❖ 8. 试剂

☞ 4.5mol/L 硫酸、85%硫酸、2,4-二硝基苯肼溶液 (20g/L)、草酸溶液 (20g/L)、草酸溶液 (10g/L)、) 硫脲溶液 (10g/L、硫脲溶液 (20g/L、1mol/L 盐酸、抗坏血酸标准溶液、活性炭

❖ 9. 仪器

☞ 恒温箱、紫外-可见分光光度计、捣碎机。

❖ 四、相关知识

☞ (一) 食品中维生素 C 含量测定——2,4-二硝基苯肼法原理

❖ 总抗坏血酸包括还原型、脱氢型和二酮古乐糖酸，试样中还原型抗坏血酸经活性炭氧化为脱氢抗坏血酸，再与 2,4-二硝基苯肼作用生成红色月杀，根据月杀在硫酸溶液中的含量与抗坏血酸含量成正比，进行比色定量。

❖ 本法摘自 GB/T5009.86—2003，适用于蔬菜、水果及其制品中总抗坏血酸的测定。

❖ (二) 注意事项

☞ 1. 实验全过程应避光。

☞ 2. 活性炭对抗坏血酸的氧化作用，是基于表面吸附的氧进行界面反应，加入量过低，氧化不充分，测定结果偏低；加入量过高，对抗坏血酸有吸附作用，结果也偏低。

☞ 3. 对无色或已脱色样品，也可用溴液或 2,6-二氯靛酚作氧化剂。

☞ 4. 硫脲的作用在于防止抗坏血酸继续氧化，同时促进脲的形成，溶液中硫脲的浓度要一致，否则影响测定结果。

☞ 5. 加入 85%硫酸显色后，溶液颜色可随时间延长而加深，故加入 85%硫酸后 30min 后，应准时比色。

☞ 6. 不易过滤的试样可用离心机离心，取上清液过滤，备用。

❖ 五、测定食品中维生素 C 的方法

☞ 测定食品中维生素的含量，在评价食品的营养价值，开发利用富含维生素的食品资源，指导人们合理调整膳食结构，防止维生素缺乏症，研究维生素在食品加工、贮存等过程中的稳定性，指导人们制定合理的工艺条件及贮存条件，最大限度地保留各种维生素，监督维生素强化食品的强化剂量，防止因摄入过多而引起维生素中毒症等方面，都具有十分重要的意义和作用，是食品分析的重要内容。

☞ 在食品工业上，维生素 C 是一种营养添加剂、强化剂；由于维生素

C 的强还原性，它又是一种广泛应用的抗氧化剂。

☞ 维生素 C 的测定方法

❖ 荧光法、化学分析法、仪器分析法、微生物法等。

项目二:测定食品中的维生素 B1

❖ 一、案例

❖ 二、选用的国家标准

☞ GB/T 9695.27-2008 肉与肉制品维生素 B1 含量测定。

❖ 三、测定方法

☞ 1. 试样处理

❖ 样品采集后用匀浆机打成匀浆（或者将样品尽量粉碎），避免温度超过 25℃，将试样装于密封容器中，防止变化或成分改变，试样应在 24h 内尽快分析。

☞ 2. 水解

❖ 称取 4~6g 试样（精确至 0.001g），置于 150mL 具塞锥形瓶中，加入 0.1mol/L 盐酸 50mL，摇匀，于沸水浴中水解 30min，取出，冷却至室温。

☞ 3. 酶解

❖ 用 0.5mol/L 乙酸钠溶液调节试样水解液，使 pH 为 4.0~4.5，加入高峰氏淀粉酶溶液（100g/L）5mL，混匀，置于 45~50℃ 恒温箱或水浴保温 3h，取出冷却后用 0.1mol/L 盐酸调 pH 约为 3.5，将溶液全部转移至 100mL 容量瓶，用水定容，混匀，用滤纸过滤，取滤液备用。

❖ 4. 净化

☞ 吸取酶解滤液 25.00mL，注入人造沸石玻璃层析柱，控制层析柱流速约为 1mL/min，弃去流出液。用 15mL 近沸热水分 3 次洗涤层析柱，弃去流出液。用 20mL 60~80℃ 热的酸性氯化钾溶液，分 5 次洗脱维生素 B1，收集于 25mL 容量瓶中，冷却后用酸性氯化钾溶液定容，混匀备用。

❖ 5. 氧化

☞ 取两支 50mL 具塞比色管，各加入 1.5g 氯化钾或氯化钠，再加入

5. 0mL 试样溶液，一支加入 3. 0mL 氧化剂，立即旋摇试管，混匀，随即加入 10mL 异丁醇萃取，塞上塞子振摇 90s，静置分层。另一支试管做空白对照，加入 3mL 150g/L 氢氧化钠溶液，旋摇混匀，随即加入 10. 00mL 异丁醇溶液萃取，静置分层。异丁醇层用无水硫酸钠脱水。

❖ 6. 测定

☞ 调节荧光激发波长 365nm；发射波长 435nm；狭缝 5mm。取异丁醇萃取液置于比色皿中，测定氧化样品管和空白对照管中溶液的荧光强度。

❖ 7. 标准溶液的处理和测定

☞ 吸取 2. 00mL 维生素 B1 标准工作液，于 150mL 具塞锥形瓶中，按照上述方法进行水解、酶解、净化、氧化和测定。

❖ 8. 结果计算

$$X = \frac{I - I_0}{Q - Q_0} \times \frac{20}{m \times 1000} \times 100$$

❖ 式中

❖ X ——样品中维生素 B1 含量，mg/100g；

❖ I ——氧化样管中异丁醇溶液的荧光强度；

❖ I_0 ——空白样管中异丁醇溶液的荧光强度；

❖ Q ——氧化标准管中异丁醇溶液的荧光强度；

❖ Q_0 ——空白标准管中异丁醇溶液的荧光强度；

❖ 20——2. 00mL 10 μ g/mL 维生素 B1 标准工作液含维生素 B1 的量， μ g；

❖ m ——试样质量，g。

❖ 9. 试剂

☞ 0. 1mol/L 盐酸、异丁醇、氯化钾或氯化钠、2mol/L 乙酸钠溶液、高峰氏淀粉酶溶液（100g/L）、氢氧化钠溶液（150g/L）、氧化剂、酸性氯化钾溶液、无水硫酸钠、人造沸石、冰乙酸、酸性乙醇、维生素 B1 标准溶液

❖ 10. 仪器

☞ 荧光分光光度计、人造沸石玻璃层析柱、培养箱或恒温水浴。

❖ 四、相关知识

❖ （一）食品中维生素 B1 测定——比色法原理

❖ 试样经水解、酶解，游离的硫胺素在碱性铁氰化钾溶液中定量氧化成噻嘧色素，在紫外线下噻嘧色素发出荧光。在激发波长 365nm；发射波长 435nm 处测定荧光强度，以及没有其他荧光物质干扰时，此荧光之强度与噻嘧色素量成正比，以此计算硫胺素含量。

❖ 本法摘自 GB/T 9695.27-2008，适用于各类食物中硫胺素的测定，但不适用于有吸附硫胺素能力的物质和含有影响噻嘧色素荧光物质的样品。

相关知识

☞ 食品中的维生素 B2 测定——分光光度法原理

☞ 样品中维生素 B2 的加热溶于酸性水溶液中，并保持稳定性，在 440nm 波长有最大吸光值，吸光值大小与浓度成正比，可得样品中维生素 B2 的含量。

☞ 本法摘自 GB14752-2010，适用于化学合成法及生物发酵法制得的食品添加剂核黄素含量测定

相关知识

（一）食品维生素 A 及维生素 E 测定——高效液相色谱法原理

样品中维生素 A 及维生素 E 经皂化提取处理后，将其从不可皂化部分提取至有机溶剂中。用高效液相色谱法 C18 反相柱将维生素 A 和维生素 E 分离，经紫外检测器，用内标法定量测定。

本法摘自 GB/T5009.82-2003，适用于各种食物和饲料中维生素 A 和 E 的同时测定。

授课日期	第十四周	教案编号	10
课程名称	食品分析	专业班级	分检技术 241/242/3+证书 241
教材名称	食品分析与检验技术		
授课题目	任务十 测定食品中的营养元素		
授课学时	2节 () ; 3节 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 其它 ()		
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 () ; 其它 ()		
教学目的	<ul style="list-style-type: none"> ❖ 知识目标 ❖ 明确常见的食品铁、锌、钠、钾、钙、镁、碘、硒、磷含量，以及测定原理。 		
教学重点	食品中多种营养元素测定的原理及其测定意义。		
教学难点	食品中多种营养元素测定的原理及其测定意义。		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 () ; 示教 () ; 其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint () ; Author ware () ; 其它 ()	
	无 ()		
教学资源	多媒体 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 () ; 音像 () ; 其它 ()		
教学过程 时间安排	第一节 测定食品的铁 30min 第二节 测定食品中的锌 30min 第三节 测定食品中的钠、钾 30min 第四节 测定食品中的钙 30min 第五节 测定食品中的镁 20min 第六节 测定食品中的碘 15min 第七节 测定食品中的硒 15min 第八节 测定食品中的磷 10min		
思 考 题	1. 矿质元素检测时所用玻璃仪器如何处理？如何防止样品制备时受到污染？ 2. 在铁测定实验中，如何将食品中三价铁转化为二价铁？ 3. 用 EDTA 测定食品中钙含量的实验原理是什么？ 4. 食品中总磷和磷酸盐的测定方法有哪些？实验原理是什么？ 5. 食品中硒测定的方法有哪些？实验原理是什么		
作 业			
教学后记			

任务十 测定食品中的营养元素

项目一:测定食品中的铁

- ❖ 一、案例
- ❖ 二、选用的国家标准
 - ☞ GB/T 5009. 90-2003 食品中铁、镁、锰的测定——原子吸收光谱法。
- ❖ 三、测定方法
 - ☞ 1. 样品消化
 - ❖ 精确称取均匀样品干样 0.5~1.5g 于 250mL 高型烧杯中,加混合酸消化液 20~30mL, 上盖表面皿, 置于电热板或电沙浴上加热消化, 未消化彻底而酸液过少时, 需补加混合酸消化液, 继续加热消化, 直至无色透明为止, 再加几毫升水, 加热以除去多余的硝酸。待烧杯中的液体接近 2~3mL 时, 取下冷却。将消化液用去离子水洗并转移置 10mL 刻度试管中, 加水定容。
 - ☞ 2. 试剂空白液制备
 - ❖ 取与消化样品相同量的混合酸消化液, 按上述操作做试剂空白实验溶液。
 - ❖ 3. 铁标准系列制备
 - ☞ 分别准确吸取 0.50、1.0、2.0、3.0、4.0mL 铁标准使用液, 分别置于 100 mL 容量瓶中。用 0.5 mol/L 硝酸稀释至刻度, 混匀, 此标准系列每毫升含铁量分别为 0.5、1.0、2.0、3.0、4.0 μg 。
 - ❖ 4. 仪器条件
 - ☞ 波长 248.3nm, 灯电流、狭缝、空气乙炔流量及灯头高度均按仪器说明调至最佳状态。
 - ❖ 5. 测定
 - ☞ (1) 标准曲线的绘制: 将不同浓度的铁标准系列分别导入火焰原子化器进行测定, 记录其对应的吸光度值, 以标准溶液铁浓度为横坐标, 对应的吸光度值为纵坐标, 绘制标准曲线。
 - ☞ (2) 将处理好的试剂空白液、样品溶液分别导入火焰原子化器进

行测定，记录其对应的吸光度值，与标准曲线比较定量。

❖ 6. 结果计算

$$X = \frac{(C - C_0) \times V \times f \times 100}{m \times 1000}$$

式中

- ❖ X ——试样中铁的含量，mg/100g；
- ❖ c ——由标准曲线查得测定用试样中铁的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；
- ❖ c_0 ——由标准曲线查得试剂空白液中铁的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；
- ❖ V ——样品定容体积，mL；
- ❖ f ——稀释倍数；
- ❖ ——试样的质量，g。

❖ 7. 试剂

☞ 混合酸消化液（硝酸+高氯酸=4+1）、0.5mol/L 硝酸溶液、铁标准溶液。

❖ 8. 仪器

☞ 原子吸收分光光度计、铁空心阴极灯。

❖ 四、相关知识

☞ （一）食品中铁含量测定——火焰原子吸收光谱法原理

- ❖ 试样经湿消化后，导入原子吸收分光光度计中，经火焰原子化后，铁吸收 248.3nm 的共振线，吸收量与其含量成正比，与标准系列比较定量。
- ❖ 本法摘自 GB/T 5009.90-2003，适用于各种食品中铁、镁、锰的测定

☞ （二）注意事项

- ❖ 1. 实验所用玻璃仪器均用重铬酸钾洗液浸泡数小时，再用洗衣粉充分洗刷，后用水反复冲洗，最后用去离子水冲洗晒干或烘干，方可使用。
- ❖ 2. 微量元素分析的试样制备过程中应特别注意防止各种污

染。所用设备如电磨、绞肉机、匀浆器、打碎机等必须是不锈钢制品。所用容器必须使用玻璃或聚乙烯制品。

- ❖ 3. 本方法最低检出限为 $0.2 \mu\text{g/mL}$ 。
- ❖ 4. 本法也是食品中镁、锰含量测定的国家标准检测方法，最低检出限为镁 $0.05 \mu\text{g/mL}$ ，锰 $0.1 \mu\text{g/mL}$ 。

❖ 五、测定食品中铁含量的方法

☞ （一）食品中铁的意义

- ❖ 食品中肉、蛋、干果中均有丰富的铁，但能被机体利用的是二价铁，二价铁容易被氧化成三价铁，食品在贮存过程中也会由于铁的污染出现金属味，色泽加深和食品中维生素分解等，所以食品中铁的测定不但具有营养学的意义，还可以鉴别食品的铁质污染。

☞ 铁的测定方法

- ❖ 原子吸收光谱法、硫氰酸盐比色法、邻菲罗啉比色法、磺基水杨酸比色法等。
- ❖ 原子吸收分光光度法快速、灵敏，其余方法操作简便、准确。

项目二:测定食品中的锌

❖ 一、案例

❖ 二、选用的国家标准

☞ GB/T 5009.14-2003 食品中锌的测定——原子吸收光谱法

❖ 三、测定方法

☞ 1. 样品消化

- ❖ 精确称取约 $5.00\sim 10.00\text{g}$ 样品，置于 50mL 瓷坩埚中，炭化后移入马弗炉中， $500 \pm 25^\circ\text{C}$ 灰化约 8h 后，取出坩埚，放冷后再加入少量混合酸，小火加热，不使干涸，必要时加入少许混合酸，如此反复处理，直至残渣中无炭粒，待坩埚稍冷，加 10mL 盐酸 (1mol/L)，溶解残渣并移入 50mL 容量瓶中，再用盐酸 (1mol/L) 反复洗涤坩埚，洗液并入容量瓶中，并稀释至刻度，混匀备用

☞ 2. 试剂空白液制备

- ❖ 取与消化样品相同量的混合酸和盐酸（1mol/L），做试剂空白
- ❖ 3. 锌标准系列制备
 - ☞ 吸取 0.0、0.10、0.20、0.40、0.80mL 锌标准使用液，分别置于 50mL 容量瓶中，以 1mol/L 盐酸稀释至刻度，混匀，此标准系列每毫升含锌分别为 0.0、0.2、0.4、0.8、1.6 μg 。
- ❖ 4. 仪器参考条件
 - ☞ 波长 213.8nm，灯电流、狭缝、空气乙炔流量及灯头高度均按仪器说明调至最佳状态。
- ❖ 5. 测定
 - ☞ （1）标准曲线的绘制：将锌标准系列分别导入火焰原子化器进行测定，记录其对应的吸光度值，以标准溶液锌的浓度为横坐标，对应的吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。
 - ☞ （2）将处理好的试剂空白液、样品溶液分别导入火焰原子化器进行测定，记录其对应的吸光度值，与标准曲线比较定量。

- ❖ 6. 结果计算

$$X = \frac{(C - C_0) \times V \times 100}{m \times 1000}$$

- ❖ 式中：
 - ❖ X ——试样中锌的含量，mg/kg 或 mg/L；
 - ❖ c ——测定用试样液中锌的含量， $\mu\text{g/mL}$ ；
 - ❖ c_0 ——试剂空白液中锌的含量， $\mu\text{g/mL}$ ；
 - ❖ m ——试样质量或体积，g 或 mL；
 - ❖ V ——试样处理液的总体积，mL。
- ❖ 7. 试剂
 - ☞ 混合酸（硝酸+高氯酸=5+1）、1mol/L 盐酸、锌标准储备液、标准使用液。
- ❖ 四、相关知识
 - ☞ （一）食品中锌含量测定——火焰原子吸收光谱法原理
 - ❖ 样品经消化后，导入原子吸收分光光度计中，经火焰原子化

后,吸收波长 213.8nm 的共振线,其吸收量与锌含量成正比,与标准曲线比较定量。

❖ 本法摘自 GB/T 5009.14-2003,适用于所有含锌食品的测定。

☞ (二) 注意事项

❖ 1. 本方法最低检出限为 $0.4 \mu\text{g/mL}$ 。

❖ 2. 谷类样品去除其中杂物及尘土,必要时出去外壳,磨碎,过 40 目筛,混匀

❖ 五、测定食品中锌含量的方法

☞ (一) 食品中锌的意义

- ❖ 锌是人类、动物和植物生产发育必需的微量元素之一。
- ❖ 是食物营养成分中重要微量元素。
- ❖ 精细的粮食加工过程可导致大量的锌丢失,如小麦加工成精面粉大约 80%锌被去掉。

☞ 锌的测定方法

❖ 原子吸收光谱法、二硫腈比色法、二硫腈比色法(一次提取)等,均出自 GB/T5009.14-2003,属于国家标准检测方法。

项目三：测定食品中的钠、钾

❖ 一、案例

❖ 二、选用的国家标准

☞ GB/T 5009.91-2003 食品中钾、钠的测定——火焰发射光谱法

❖ 三、测定方法

☞ 1. 样品消化

❖ 精确称取均匀样品干样 0.5~1g,湿样 1~2g,饮料等液体样品 3~5g 于 250mL 高型烧杯中,余下操作同项目一样品消化。取与消化样品相同量的混合酸消化液,按上述操作做空白试验。

☞ 2. 测定

❖ (1) 钾的测定:吸取 0.0、0.5、1.0、1.5、2.0、2.5mL 钾标准使用液,分别置于 250mL 容量瓶中,用去离子水稀释至刻度(容量瓶中溶液每毫升分别相当于 0.0、0.1、0.2、

0.3、0.4、0.5 μg 钾)。

- ❖ 将消化样液、试剂空白液、钾标准稀释液分别导入火焰，测定发射强度，测定条件，波长 766.5nm，空气压力 $0.4 \times 10^5\text{Pa}$ ，燃气的调整以火焰中不出现黄火焰为准，以钾含量对应浓度的发射强度绘制标准曲线。
- ❖ (2) 钠的测定：吸取 0.0、1.0、2.0、3.0、4.0mL 钠标准使用液，分别置于 100mL 容量瓶中，用去离子水稀释至刻度（容量瓶中溶液每毫升分别相当于 0.0、1.0、2.0、3.0、4.0 μg 钠。余下操作，除波长为 589nm 外，其余同钾测定。

❖ 6. 结果计算

$$X = \frac{(C - C_0) \times V \times f \times 100}{m \times 1000}$$

式中

- ❖ X ——试样中钠的含量，mg/100g；
 - ❖ c ——由标准曲线查得测定用试样中钠或钾的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；
 - ❖ c_0 ——由标准曲线查得试剂空白液中钠或钾的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；
 - ❖ V ——样品定容体积，mL；
 - ❖ f ——稀释倍数；
 - ❖ m ——试样的质量，g。
- ❖ 7. 试剂
- ☞ 混合酸消化液（硝酸+高氯酸=4+1）、钠及钾标准储备溶液、钾标准使用液、钠标准使用液。

❖ 8. 仪器

- ☞ 火焰光度计、250mL 高型烧杯、电热板。

❖ 四、相关知识

☞ (一) 食品中钠、钾含量测定——火焰发射光谱法原理

- ❖ 样品处理后，导入火焰光度计中，经火焰原子化后，分别测定钾、钠的发射强度，钾发射波长 766.5nm，钠发射波长

589nm, 其发射强度与其含量成正比, 与标准系列比较定量。

- ❖ 本法摘自 GB/T 5009.91-2003, 适用于各种食品的钾、钠测定。

☞ (二) 注意事项

- ❖ 1. 所用玻璃仪器均以硫酸—重铬酸钾洗液浸泡数小时, 再用洗衣粉充分洗刷后, 用水反复冲洗, 最后用去离子水冲洗晾干或烘干, 方可使用。
- ❖ 2. 本实验的最低检测限: 钾为 $0.05 \mu\text{g}$ 、钠为 $0.3 \mu\text{g}$ 。

项目四:测定食品中的钙

❖ 一、案例

❖ 二、选用的国家标准

☞ GB/T 5009.92-2003 食品中钙的测定——原子吸收分光光度

❖ 三、测定方法

❖ 1. 样品消化

- ❖ 精确称取均匀干试样 $0.5 \sim 1.5\text{g}$ 于 250mL 高型烧杯, 加混合酸消化液 $20 \sim 30\text{mL}$, 上盖表面皿。在电热板或沙浴上加热消化。如酸液过少未消化好时, 再补加几毫升混合酸消化液, 继续加热消化, 直至无色透明为止, 加几毫升水, 加热以除去多余的酸, 待烧杯中液体接近 $2 \sim 3\text{mL}$ 时, 取下冷却, 用 20g/L 氧化镧溶液洗涤并转移于 10mL 刻度试管中, 定容至刻度。

❖ 2. 试剂空白液制备

- ❖ 取与消化试样相同量的混合酸消化液, 按上述操作做试剂空白试验测定。

❖ 3. 钙标准系列制备

- ❖ 分别准确吸取 1.0 、 2.0 、 3.0 、 4.0 、 6.0mL 钙标准使用液, 分别置于 50mL 容量瓶中, 2% 氧化镧溶液稀释至刻度, 混匀, 此标准系列每毫升含钙量分别为 0.5 、 1.0 、 1.5 、 2.0 、 $3.0 \mu\text{g}$ 。

❖ 4. 测定条件

- ❖ 波长 422.7nm ; 光源为可见光; 火焰为空气-乙炔; 灯电流、狭缝、空气乙炔流量及灯头高度均按仪器说明调至最佳状态。

❖ 5. 测定

- ❖ (1) 标准曲线的绘制:

- ❖ 将不同浓度的钙标准系列分别导入火焰原子化器进行测定，记录其对应的吸光度值，以标准溶液钙的浓度为横坐标，对应的吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。
- ❖ (2) 将处理好的试剂空白溶液、样品溶液分别导入火焰原子化器进行测定，记录其对应的吸光度值，与标准曲线比较定量。

❖ 6. 计算

$$X = \frac{(C - C_0) \times V \times f \times 100}{m \times 1000}$$

❖ 式中

- ❖ X ——试样中钙的含量，mg/100g；
- ❖ c ——由标准曲线查得测定用试样中钙的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；
- ❖ c_0 ——由标准曲线查得试剂空白液中钙的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；
- ❖ V ——样品定容体积，mL；
- ❖ f ——稀释倍数；
- ❖ m ——试样的质量，g。

❖ 7. 试剂

- ❖ 混合酸消化液（硝酸+高氯酸=4+1）、0.5mol/L 硝酸溶液、20g/L 氧化镧溶液、钙标准储备液、钙标准使用液。

❖ 8. 仪器

- ❖ 实验室常用设备、原子吸收分光光度计。

❖ 四、相关知识

☞ (一) 食品钙含量测定——原子吸收分光光度法原理

- ❖ 试样经湿消化后，导入原子吸收分光光度计中，经火焰原子化后，吸收 422.7nm 的共振线，其吸收量与含量成正比，与标准系列比较定量。
- ❖ 本法摘自 GB/T 5009.92-2003，适用于各种食品中钙的测定。

☞ (二) 注意事项

- ❖ 1. 实验所用玻璃仪器均用重铬酸钾洗液浸泡数小时，再用洗衣粉充分洗刷，后用水反复冲洗，最后用去离子水冲洗晒干或烘干，方可使用。
- ❖ 2. 微量元素分析的试样制备过程中应特别注意防止各种污

染。

- ❖ 3. 做钙测定的试样不得用石磨研碎。
 - ❖ 4. 鲜样（如蔬菜、水果、鲜鱼、鲜肉等）先用自来水冲洗干净后，再用去离子水充分洗净。干粉类试样（如面粉、奶粉等）取样后立即装容器密封保存，防止空气中的灰尘和水分污染。
 - ❖ 5. 本法测定湿样取样量为 2.0~4.0g，饮料等液体湿样取样量为 5.0~10.0g。
 - ❖ 6. 本方法最低检出限为 0.1 μg。
- ❖ 五、测定食品中钙的方法
- ☞ （一）食品中钙的意义
 - ☞ 钙是构成人体的重要组分，
 - ☞ 含钙较多的食物有牛奶及奶制品、大豆及豆制品、坚果、虾皮等。
 - ☞ 测定食品中钙的方法包括原子吸收分光光度法、滴定法（EDTA 法），均出自 GB/T5009.92-2003，属于国家标准检测方法。

项目五:测定食品中的镁

- ❖ 一、案例
- ❖ 二、选用的国家标准
 - ☞ GB/T 5009.90-2003 食品中铁、镁、锰的测定——原子吸收光谱法。
- ❖ 三、测定方法
 - ☞ 1. 测定操作同项目一“测定食品中铁含量”。
 - ☞ 2. 测定条件
 - ❖ 波长 285.2nm，灯电流、狭缝、空气乙炔流量及灯头高度均按仪器说明调至最佳状态。
 - ☞ 3. 镁标准溶液：
 - ❖ 准确称取金属镁（纯度大于 99.99%）1.0000g，或含 1.0000g 纯金属相对应的氧化物，加硝酸溶解并移入 1000mL 容量瓶中，加 0.5mol/L 硝酸溶液并稀释至刻度，此溶液浓度为 1mg/mL。贮存于聚乙烯瓶内，4℃ 保存。

☞ 4. 镁标准使用液:

- ❖ 准确吸取镁标准溶液 5.0mL, 置于 100mL 容量瓶中, 用 0.5mol/L 硝酸稀释至刻度, 得到浓度为 $50 \mu\text{g/mL}$ 的镁标准使用液。贮存于聚乙烯瓶内, 4°C 保存。

☞ 5. 仪器

- ❖ 原子吸收分光光度计、镁空心阴极灯。

❖ 四、相关知识

☞ (一) 食品中镁含量测定——原子吸收光谱法原理

- ❖ 同项目一“测定食品中铁含量”。

☞ (二) 注意事项

- ❖ 本方法最低检出限为 $0.05 \mu\text{g/mL}$, 其余同项目一

项目六:测定食品中的碘

❖ 一、案例

❖ 二、选用的国家标准

- ☞ GB 5413.23-2010 婴幼儿食品和乳品中碘的测定——气相色谱法。

❖ 三、测定方法

☞ 1. 试样处理

- ❖ (1) 不含淀粉试样: 准确称混合均匀的固体试样 5.0000g, 液体试样 20.0000g 于 150mL 三角瓶中, 固体试样用 25mL 约 40°C 蒸馏水溶解。
- ❖ (2) 含淀粉试样: 准确称混合均匀的固体试样 5.0000g, 液体试样 20.0000g 于 150mL 三角瓶中, 加入 0.2g 高峰氏淀粉酶, 固体试样用 25mL 约 40°C 蒸馏水溶解, 置于 $50\sim 60^{\circ}\text{C}$ 恒温箱中酶解 30min 取出冷却。

❖ 2. 测定液的制备

☞ (1) 沉淀:

- ❖ 将上述处理过试样溶液转入 100mL 容量瓶中, 加入 5mL 亚铁氰化钾和 5mL 乙酸锌溶液, 用水定容至刻度线, 充分振摇后静止 10min, 滤纸过滤后, 吸取 10mL 滤液于 100mL 分液漏斗中, 加入 10mL 水。

☞ (2) 衍生与提取:

- ❖ 向分液漏斗中加入 0.7mL 浓硫酸、0.5mL 丁酮、2mL 双氧水，充分混匀后，室温静置 20min 后加入 20min 正己烷萃取，振荡 2min 后，静置分层，将水相移入另一分液漏斗，再次萃取，合并有机相，用水洗涤两到三次，通过无水硫酸钠过滤脱水后移入 50mL 容量瓶中，用正己烷定容，得到待测液。

☞ (3) 碘标准测定液制备:

- ❖ 分别移取 1.0、2.0、4.0、8.0、12.0mL 标准工作液，相当于 1.0、2.0、4.0、8.0、12.0 μg 的碘，其余操作同上。

❖ 3. 测定

☞ (1) 参考色谱条件

- ❖ 色谱柱：填料为 5% 氰丙基-甲基聚硅氧烷的毛细管柱（柱长 30m，内径 0.25mm，膜厚 0.25 μm ）或具有同等性能的色谱柱。
- ❖ 进样口温度：260 $^{\circ}\text{C}$ 。
- ❖ ECD 检测器温度：300 $^{\circ}\text{C}$ 。
- ❖ 分流比：1:1。
- ❖ 进样量：0.1 μL 。

☞ (2) 标准曲线制作:

- ❖ 将碘标准测定液分别注入气相色谱仪中，得到标准测定液的峰面积或峰高，以标准测定液的峰面积或峰高为纵坐标，以碘的标准工作液中碘的质量为横坐标制作标准曲线。

☞ (3) 试样溶液的测定:

- ❖ 将试样测定液注入气相色谱仪中，得到峰面积或峰高，从标准曲线中得到碘的质量（ μg ）。

❖ 4. 结果计算

$$X = \frac{C_s}{m} \times 100$$

❖ 式中

❖ X ——试样中碘含量， $\mu\text{g}/100\text{g}$;

❖ C_s ——标准曲线获得的试样中碘含量， μg ;

❖ m ——试样质量，g。

❖ 5. 试剂

☞ 高峰氏淀粉酶(Taka-Diastase)、碘化钾、丁酮、硫酸、正己烷、无水硫酸钠、3.5%双氧水、10.9%亚铁氰化钾、21.9%乙酸锌、碘标准溶液。

❖ 6. 仪器

☞ 气相色谱仪，带电子捕获检测器。

❖ 四、相关知识

☞ (一) 食品中碘含量测定——气相色谱法原理

❖ 试样中碘在浓硫酸作用下与丁酮发生反应，生成丁酮与碘的衍生物，经气相色谱分离，电子捕获检测器检测，外标法定量。

❖ 本法摘自 GB/T 5413.23-2010，适用于婴幼儿食品和乳品中碘的测定。

☞ (二) 注意事项

❖ 1. 实验所用的各种玻璃容器，如试管、坩埚、刻度吸管、移液管等要用 2mol/L 的盐酸浸泡 2h，然后再用无碘水进行冲洗。

❖ 2. 所有试剂，如未注明规格，均指分析纯；所有实验用水，如未注明其他要求，均指一级水。

❖ 五、测定食品中碘的方法

☞ (一) 食品中碘的意义

❖ 碘是人体必需的微量元素之一

❖ 人体所需的碘主要来源于食品，食品中碘主要以无机碘(碘酸盐、碘化物)、有机碘(如碘代氨基酸)等形态存在，食入过多的碘，将产生碘中毒。

❖ 测定食品中碘含量具有重要意义。

❖ 食品中测定碘的方法

❖ 气相色谱法、重铬酸钾法等。

项目七：测定食品中的硒

❖ 一、案例

❖ 二、选用的国家标准

☞ GB 5009.93-2010 食品中硒的测定——氢化物原子荧光光谱法。

❖ 三、测定方法

☞ 1. 样品消化

❖ 称取 0.5~2.0g (精确至 0.001g) 试样于消化瓶, 加 10.0mL 混合酸及几粒玻璃珠, 盖上表面皿冷消化过夜。次日于电热板上加热, 并及时补加混酸。当溶液变为清亮无色并伴有白烟时, 再继续加热至剩余体积 2mL 左右, 切不可蒸干。冷却, 再加 5mL 6mol/L 盐酸, 继续加热至溶液变为清亮无色并伴有白烟出现, 以完全将六价硒还原成四价硒。冷却, 转移定容 50mL 容量瓶中。吸取 10mL 试样消化液于 15mL 离心管中, 加浓盐酸 2mL, 铁氰化钾溶液 1mL, 混匀待测。

☞ 2. 试剂空白液制备

❖ 按上述操作做试剂空白实验溶液。

❖ 3. 硒标准系列制备

☞ 分别取 0.0、0.1、0.2、0.3、0.4、0.5mL 标准使用液于 15mL 离心管中, 用去离子水定容至 10mL, 再分别加浓盐酸 2mL, 铁氰化钾 1mL, 混匀, 制成硒标准系列。

❖ 4. 测试条件

☞ 负高压: 340V; 灯电流: 100mA; 原子化温度: 800℃; 炉高: 8mm; 载气流速: 500mL/min; 屏蔽器流速: 1000mL/min; 测量方式: 标准曲线法; 读数方式: 峰面积; 延迟时间: 1s; 读数时间: 15s; 加液时间: 8s; 进样体积: 2mL。

❖ 5. 测定

☞ 设定好仪器最佳条件, 逐步将炉温升至所需温度后, 稳定 10~20min 后开始测量。连续用标准系列的零管进样, 待读数稳定之后, 转入标准系列测量, 绘制标准曲线。转入试样测量, 分别测定试样空白和试样消化液, 每测不同的试样前都应清洗进样器。

❖ 6. 结果计算

$$X = \frac{(C - C_0) \times V \times 100}{m \times 1000 \times 1000}$$

❖ 式中

- ❖ X ——试样中硒的含量，mg/kg 或 mg/L；
- ❖ c ——试样消化液测定浓度，ng/mL；
- ❖ c_0 ——试样空白消化液测定浓度，ng/mL；
- ❖ m ——试样质量（体积），g 或 mL；
- ❖ V ——试样消化液总体积，mL。

❖ 7. 试剂

☞ 盐酸、混合酸（硝酸+高氯酸=4+1）、氢氧化钠、硼氢化钠溶液（8g/L）、铁氰化钾（100g/L）、硒标准溶液

❖ 8. 仪器

☞ 原子荧光光度计、电热板、自动控温消化炉。

❖ 四、相关知识

☞ （一）食品中硒含量测定——氢化物原子荧光光谱法原理

- ❖ 试样经酸加热消化后，在 6mol/L 盐酸（HCl）介质中，将试样中的六价硒还原为四价硒，用硼氢化钠（NaBH₄）或硼氢化钾（KBH₄）作还原剂，将四价硒在盐酸介质中还原成硒化氢（SeH₂），由载气（氩气）带入原子化器中进行原子化，在硒特制空心阴极灯照射下，基态硒原子被激发至高能态，在去活化回到基态时，发射出特征波长的荧光，其荧光强度与硒含量成正比。与标准系列比较定量。
- ❖ 本法摘自 GB 5009.93-2010，适用于各类食品硒测定。

☞ （二）注意事项

- ❖ 1. 样品制备中，粮食试样用水洗三次，于 60℃ 烘干，用不锈钢磨粉碎，储于塑料瓶内，备用；蔬菜及其他植物性食品取可食部，用水洗净后用纱布吸去水滴，打成匀浆后备用。
- ❖ 2. 本方法最低检出限为 3ng/mL，线性范围为 0.01～0.2 μg/mL。

❖ 五、测定食品中硒的方法

☞ (一) 食品中硒的意义

- ❖ 食品中硒的测定方法包括氢化物原子荧光光谱法、荧光法，均属于国家标准方法

项目八：测定食品中的磷

❖ 一、案例

❖ 二、选用的国家标准

☞ GB/T 5009.87-2003 食品中磷的测定——分光光度法。

❖ 三、测定方法

☞ 1. 样品消化

- ❖ 称取各类食物的均匀干试样 0.1~0.5g 或湿样 2~5g 于 100mL 凯氏烧瓶中，加入 3mL 硫酸、3mL 高氯酸-硝酸消化液，置于消化炉上。瓶中液体初为棕黑色，待溶液变成无色或微带黄色清亮液体时，即消化完全，将溶液放冷，加 20mL 水，冷却，转移至 100mL 容量瓶中，用水多次洗涤凯氏烧瓶，洗液合并倒入容量瓶内，加水至刻度，混匀。此溶液为试样测定液。

☞ 2. 试剂空白液制备

- ❖ 取与消化试样同量的硫酸、高氯酸-硝酸消化液、按同一方法做空白溶液。

❖ 3. 磷标准系列制备

☞ 准确吸取磷标准使用液 0、0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL（相当于含磷量 0、5、10、20、30、40、50 μg ），分别置于 20mL 具塞试管中，依次加入 2mL 钼酸溶液摇匀，静置几秒钟。加入 1mL 亚硫酸钠溶液，1mL 对苯二酚溶液，摇匀。加水至刻度，混匀。静置 30min，用分光光度计在 660nm 波长处测定吸光度。以测定出的吸光度对磷含量绘制标准曲线。

❖ 4. 测定

☞ 准确吸取试样测定液 2mL 及同量的空白溶液，分别置于 20mL 具塞试管中，按磷标准系列制备操作步骤，依次加入各种试剂。在 660nm 波长处测定吸光度。在标准曲线上查得试样液中的磷含量。

❖ 5. 结果计算

$$X = \frac{m_1}{m} \div \frac{V_1}{V_2} \times 100$$

- ❖ X ——试样中磷含量, mg/100g;
- ❖ m_1 ——由标准曲线查得或回归方程算得试样测定液中磷的质量, mg;
- ❖ V_1 ——试样消化液定容总体积, mL;
- ❖ V_2 ——测定用试样消化液的体积, mL;
- ❖ m ——试样的质量, g。

❖ 6. 试剂

☞ 浓硫酸、混合酸（硝酸+高氯酸=4+1）、钼酸铵溶液、对苯二酚溶液、亚硫酸钠溶液、磷标准溶液。

❖ 7. 仪器

☞ 分光光度计。

❖ 四、相关知识

☞ （一）食品中磷含量测定——分光光度法原理

- ❖ 食物中的有机物经酸氧化, 使磷在酸性条件下与钼酸铵结合生成磷钼酸铵。此化合物被对苯二酚、亚硫酸钠还原成蓝色化合物——钼蓝。用分光光度计在波长为 660nm 处测定钼蓝的吸收光值, 以定量分析磷含量。
- ❖ 本法摘自 GB/T 5009.87-2003, 适用于食品中总磷的测定。

☞ （二）注意事项

- ❖ 本方法最低检出限为 $2 \mu\text{g}$, 线性范围为 $5 \sim 50 \mu\text{g}$ 。

❖ 五、食品中磷的测定

☞ （一）食品中磷的意义

☞ 磷在食物中分布很广, 无论动物性食物或植物性食物, 在其细胞中, 都含有丰富的磷, 动物的乳汁中也含有磷, 所以磷是与蛋白质并存的, 瘦肉、蛋、奶、动物的肝、肾含量都很高, 海带、紫菜、芝麻酱、花生、干豆类、坚果粗粮含磷也较丰富。但粮谷中的磷为植酸磷, 不经过加工处理, 吸收利用率低。一般成年人每天需要摄入磷

为 700mg。

☞ 食品中磷的测定方法

- ❖ 分光光度法、分子吸收光谱法，适用于食品中总磷测定。另外，食品中磷酸盐的测定可以用分光光度法，适用于西式蒸煮、烟熏火腿中复合磷酸盐（以磷酸盐计）的测定。

❖ 思考题

- ☞ 1. 矿质元素检测时所用玻璃仪器如何处理？如何防止样品制备时受到污染？
- ☞ 2. 在铁测定实验中，如何将食品中三价铁转化为二价铁？
- ☞ 3. 用 EDTA 测定食品中钙含量的实验原理是什么？
- ☞ 4. 食品中总磷和磷酸盐的测定方法有哪些？实验原理是什么？
- ☞ 5. 食品中硒测定的方法有哪些？实验原理是什么？

授课日期	第十一周	教案编号	11
课程名称	食品分析	专业班级	分检技术 241/242/3+证书 241
教材名称	食品分析与检验技术		
授课题目	任务十一 测定食品中的添加剂		
授课学时	2节(√); 3节(); 其它()		
课 型	理论(√); 实验(); 见习(); 实训(); 其它()		
教学目的	<ul style="list-style-type: none"> ❖ 知识目标 ❖ 明确常见食品添加剂的使用限量标准, 了解测定原理 		
教学重点	食品添加剂的使用限量标准及其测定意义。		
教学难点	食品添加剂的使用限量标准及其测定意义。		
教学方法	讲授(√); 讨论(√); 指导(); 示教(); 其它()		
电子教案	有(√)	Microsoft PowerPoint(); Author ware(); 其它()	
	无()		
教学资源	多媒体(√); 模型(); 标本(); 实物(); 音像(); 其它()		
教学过程 时间安排	第一节 测定食品中的糖精钠 5min 第二节 测定食品中的环己基氨基磺酸钠(甜蜜素) 10min 第三节 测定食品中的山梨酸、苯甲酸 15min 第四节 测定食品中的亚硝酸盐与硝酸盐 15min 第五节 测定食品中的亚硫酸盐 20min(实验8) 第六节 测定食品中的合成着色剂 10min 第七节 测定食品中的叔丁基羟基茴香醚(BHA)与2,6-二叔丁基对甲酚(BHT) 15min		
思 考 题	思考题: 1. 常用的甜味剂有哪些? 如何用薄层色谱法测定糖精钠? 2. 甜蜜素的化学名称是什么? 怎样用气相色谱法测定其含量? 3. 气相色谱法测定食品中苯甲酸和山梨酸时, 制备试样溶液为什么要进行酸化处理? 5. 制备镉柱时应注意什么? 镉柱还原效率如何测定? 6. 盐酸副玫瑰苯胺比色法测定食品中亚硫酸盐时, 加入四氯汞钠溶液的作用是什么? 7. 说明气相色谱法测定 BHA、BHT 的原理及试样处理方法。		
作 业			
教学后记	在食品添加剂好与坏讨论不休的今天, 引入思政案例二: 【标准之盾, 守护你我——解读<食品安全国家标准>中的为民情怀】, 这个案例与第一个关于“数据诚信”的案例形成完美呼应: 第一个案例解决“如何真实地测出数据”, 第二个案例解决“为何要坚定地守住标准”, 共同构成了技术能力和职业精神培养的闭环。		

任务十一 测定食品中的添加剂

思政案例二：【标准之盾，守护你我——解读<食品安全国家标准>中的为民情怀】

一、 案例背景与导入

场景设置： 在《食品分析》课程中，讲授“食品添加剂限量标准”等具体检测方法理论课之前实验课上，专门开设一个“国家标准解读”专题环节。

故事叙述：“同学们，在我们每次的实验操作中，无论是检测铅、砷的含量，还是测定苯甲酸钠、山梨酸钾的添加量，我们最终都要依据一个神圣的尺度来判定‘合格’与‘不合格’。这个尺度，就是《食品安全国家标准》（GB 2761, GB 2762, GB 2760 等）。”

“请大家翻开标准，我们看到的是密密麻麻的表格、冷冰冰的数字：花生油中黄曲霉毒素 B1 不得超过 $20 \mu\text{g}/\text{kg}$ ；婴儿配方食品中铅不得超过 $0.15\text{mg}/\text{kg}$ ；面包中甜蜜素最大使用量为 $1.6\text{g}/\text{kg}$...”

提出问题：“这些数字看起来枯燥无比，它们是怎么来的？为什么是 0.15 而不是 0.2？这一个个小小的数字，究竟意味着什么？今天，我们就来解读这‘数字背后’的故事。”

二、 思政映射与核心讨论（“三层解读”）

引导学生从技术、科学和人文三个层面逐层深入解读国家标准。

1. 技术层：标准是生产的“准绳”和市场的“通行证”

- 讨论点： 如果没有这些统一的国家标准，食品行业会变成什么样？
- 思政融入：
 - 无规矩不成方圆：国家标准确保了全国范围内食品安全监管的统一性和公平性。它让所有生产企业，无论大小，都在同一条起跑线上竞争，必须达到统一的最低质量安全要求。
 - 贸易的基石：国家标准是规范市场秩序的“硬约束”，是防止“劣币驱逐良币”的保障。它也是国际贸易的“技术语言”，没有标准，我们的产品就无法走出国门。

2. 科学层：标准是科学与风险的“权衡”

- 讨论点： 你认为“零风险”存在吗？标准的限量值（如 $0.15\text{mg}/\text{kg}$ ）是如何

确定的？

- 思政融入：

- 科学严谨的精神：每一个限量值的背后，是海量的科学数据和风险评估。以铅为例，科学家们通过毒理学实验确定了“未观察到有害作用剂量”(NOAEL)，再考虑百倍甚至千倍的安全系数，并结合我国居民膳食结构暴露量调查，最终才得出这个“一生中每天摄入都不会对健康产生明显风险”的数值。

- 批判性思维：让学生理解，标准不是凭空想象，也不是越严越好（脱离实际生产和技术水平），而是在保护健康和促进产业健康发展之间找到的科学平衡。这体现了国家决策的科学性与严谨性。

3. 人文层：标准是国家对人民的“守护”与“承诺”

- 讨论点：为什么对婴儿配方食品的限量要求往往最为严格？

- 思政融入：

- 以人民为中心的发展思想：最严格的监管、最严肃的问责。国家标准，特别是食品安全国家标准，其核心价值取向是人民至上、生命至上。对婴幼儿等特殊人群的严格保护，淋漓尽致地体现了国家“幼有所育、弱有所扶”的为民情怀和责任担当。

- 国家的力量：强调国家标准的强制性。它不同于行业标准或企业标准，是以国家公信力和强制力为后盾，为全体中国人民构筑的一道坚固的食品安全防线。这背后体现的是中国的制度优势——能够集中力量办大事，能够为了公共利益实施强有力的统一监管。

- 职业荣誉感：“同学们，我们将来作为分析检验员，每一次滴定、每一次上机检测，我们不是在简单地完成一个实验，而是在执行国家法律，捍卫国家标准，守护 14 亿同胞的餐桌安全。我们手中的移液枪和检测报告，承载的是国家的信任和人民的重托。”

三、 教学实施建议

1. 形式：采用“案例-探究”式教学。

- 课前：布置任务，让学生分组查找 1-2 个食品安全国家标准的制定背景和科学依据。

- 课中：教师引导学生进行上述“三层解读”的讨论和分享。可以播放简短纪录片（如《共和国·1949》《新闻调查》等涉及标准制定的片段），展示科学

家如何严谨制定标准。

- 课后：撰写心得体会《我眼中的国家标准》，或设计一份宣传海报，向家人朋友解读一个食品安全标准。

2. 教师总结升华：

- “枯燥的数字，凝聚的是科学家的智慧、政府的责任和对人民最深切的关爱。”

- “从‘吃饱’到‘吃好’，再到‘吃得安全、吃得健康’，国家标准体系是与时俱进、不断完善的。这本身就是我们国家发展进步、治理能力现代化的一个缩影。”

- “希望大家未来都能成为‘标准’的忠诚卫士，不仅精通如何‘执行标准’，更能理解为何‘坚守标准’，甚至未来参与‘制定标准’，用你们的技术为中国人民的健康保驾护航！”

四、预期效果

通过这个案例，学生能够：

- 深刻理解国家标准制定的科学性、严谨性和其背后深厚的人文关怀。
- 增强对国家制度优越性的认同感和自豪感，树立“国家是为人民保驾护航的坚强后盾”的信念。
- 将个人职业价值与国家发展、人民福祉紧密联系起来，极大提升职业荣誉感和学习内驱力。
- 学会用批判性思维看待技术问题，理解技术决策背后的深层逻辑。

这个案例与第一个关于“数据诚信”的案例形成完美呼应：第一个案例解决“如何真实地测出数据”，第二个案例解决“为何要坚定地守住标准”，共同构成了技术能力和职业精神培养的闭环。

项目一：测定食品中的糖精钠

❖ 一、案例

❖ 二、选用的国家标准

☞ 已废止：

☞ GB/T 5009.28-2003 食品中糖精钠的测定——薄层色谱法。

GB 5009.28-2016 食品安全国家标准 食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定

本标准代替GB/T 5009.29-2003《食品中山梨酸、苯甲酸的测定》和GB/T 5009.28-2003《食品中糖精钠的测定》、GB/T 23495-2009《食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定 高效液相色谱法》、GB 21703-2010《食品安全国家标准 乳和乳制品中苯甲酸和山梨酸的测定》、SN/T 2012-2007《进出口食醋中苯甲酸、山梨酸的检测方法 液相色谱法》、SB/T 10389-2004《肉与肉制品中山梨酸的测定》。

本标准规定了食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠测定的方法。

本标准第一法适用于食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定；第二法适用于酱油、水果汁、果酱中苯甲酸、山梨酸的测定。

相关公告：关于发布《食品安全国家标准 鲜（冻）畜、禽产品》（GB 2707-2016）等127项食品安全国家标准的公告（2016年 第17号）

❖ （一）食品中甜味剂的意义

- ☞ 甜味剂是指赋予食品或饲料以甜味的食物添加剂。
- ☞ 食品糖精钠常见检测方法包括高效液相色谱法、薄层色谱法、离子选择电极测定法等国家标准方法以及比色法等，均适用于各种食品中糖精钠的测定。

❖ （二）高效液相色谱法简介

- ☞ 本法摘自 GB/T5009.28-2003，适用于食品中糖精钠的测定。

❖ （三）离子选择电极测定法简介

本法摘自 GB/T5009.28-2003。

项目二：测定食品中的环己基氨基磺酸钠（甜蜜素）

❖ 一、案例

❖ 二、选用的国家标准

- ☞ 已废止：
- ☞ GB/T5009.97-2003 食品中环己基氨基磺酸钠的测定——气相色谱法

GB 5009.97-2016 食品安全国家标准 食品中环己基氨基磺酸钠的测定

本标准规定了食品中环己基氨基磺酸钠（甜蜜素）的三种测定方法-气相色谱法、液相色谱法和液相色谱-质谱/质谱法。

本标准气相色谱法适用于饮料类、蜜饯凉果、果丹类、话化类、带壳及脱壳熟制坚果与籽类、水果罐头、果酱、糕点、面包、饼干、冷冻饮品、果冻、复合调味料、腌渍的蔬菜、腐乳食品中环己基氨基磺酸钠的测定。

本标准气相色谱法不适用白酒中该化合物的测定。

本标准液相色谱法适用于饮料类、蜜饯凉果、果丹类、话化类、带壳及脱壳熟制坚果与籽类、配制酒、水果罐头、果酱、糕点、面包、饼干、冷冻饮品、果冻、复合调味料、腌渍的蔬菜、腐乳食品中环己基氨基磺酸钠的测定。

本标准液相色谱-质谱/质谱法适用于白酒、葡萄酒、黄酒、料酒中环己基氨基磺酸钠的测定。

本标准于2017年3月1日代替GB/T 5009.97-2003《食品中环己基氨基磺酸钠的测定》。

相关公告：关于发布《食品安全国家标准 食品添加剂 磷酸氢钙》（GB 1886.3-2016）等243项食品安全国家标准和2项标准修改单的公告

❖ 四、相关知识

☞ （一）食品中甜蜜素含量测定——气相色谱法原理

- ❖ 在硫酸介质中环己基氨基磺酸钠与亚硝酸反应，生成环己醇亚硝酸酯，利用气相色谱法进行定性和定量。
- ❖ 本法摘自 GB/T5009.97-2003，适用于饮料、凉果等食品中环己基氨基磺酸钠的测定。

☞ （二）注意事项

- ❖ 1、含二氧化碳的试样需经加热除去二氧化碳；含酒精的试样加氢氧化钠调至碱性，于沸水浴中加热除去酒精。
- ❖ 2、环己基氨基磺酸钠与亚硝酸的反应必须在冰浴中进行。

项目三：测定食品中的山梨酸、苯甲酸

❖ 一、案例

❖ 二、选用的国家标准

☞ 已废止：

☞ GB/T 5009.29-2003 食品中山梨酸、苯甲酸的测定——气相色谱法。

GB/T 5009.29-2003 食品中山梨酸、苯甲酸的测定

代替GB/T 5009.29-1996 食品中山梨酸、苯甲酸的测定方法（已作废）

本标准规定了酱油、水果汁、果酱等食品中山梨酸、苯甲酸含量的测定方法。本标准适用于酱油、水果汁、果酱等食品中山梨酸、苯甲酸含量的测定。最低检出浓度：气相色谱法最低检出量为 $1\mu\text{g}$ ，用于色谱分析的试样为 1g 时，最低检出浓度为 $1\text{mg}/\text{kg}$ 。

本标准于2017-6-23被GB 5009.28-2016 食品安全国家标准 食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定代替

作废依据：关于发布《食品安全国家标准 鲜（冻）畜、禽产品》（GB 2707-2016）等127项食品安全国家标准的公告（2016年 第17号）

更多参见食品卫生检验方法理化标准5009专题

❖ 四、相关知识

☞ （一）食品中山梨酸、苯甲酸含量测定——气相色谱法原理

- ❖ 试样酸化后，用乙醚提取山梨酸、苯甲酸，用附氢火焰离子化检测器的气相色谱仪进行分离测定，与标准系列比较量。
- ❖ 本方法摘自 GB/T5009.29-2003，适用于适用于酱油、水果汁、果酱等食品中山梨酸、苯甲酸含量的测定，也可同时测定食品中山梨酸、苯甲酸和糖精钠的含量，气相色谱法最低检出限量为 $1\mu\text{g}$ ，用于色谱分析的试样为 1g 时，最低检出浓度为 $1\text{mg}/\text{kg}$ 。

☞ （二）注意事项

- ❖ 1. 含二氧化碳的试样需经加热除去，含酒精的试样加氢氧化钠溶液调至碱性，于沸水浴中加热以除去酒精。
- ❖ 2. 用乙醚提取时，不要上下震荡以免生成乳浊液而不易分离，应旋转分液漏斗进行提取。若形成乳浊液，可用玻璃棒搅拌，或进行一二次上下的激烈震荡，或进行离心分离。
- ❖ 3. 被测溶液 pH 对测定和色谱柱使用寿命均有影响。pH > 8 或 pH < 2 时，影响被测组分的保留时间，对仪器有腐蚀作用，山梨酸和苯甲酸的测定以中性为宜。

❖ 五、测定食品中山梨酸、苯甲酸的方法

☞ （一）食品中防腐剂的意义

- ❖ 山梨酸、苯甲酸的检测方法包括气相色谱法、高效液相色谱法、薄层色谱法，均属于国家标准检测方法，适用于酱油、

水果汁、果酱中山梨酸和苯甲酸的测定。

❖ (二) 高效液相色谱法

☞ 试样加温除去二氧化碳和乙醇，调 pH 至近中性，过滤后进高效液相色谱仪，经反相色谱分离后，根据保留时间和峰面积进行定性和定量测定。

- ❖ 1. 试样处理。
- ❖ 2. 高效液相色谱参考条件
- ❖ 3. 结果计算
- ❖ 4. 试剂
- ❖ 5. 仪器

项目四：测定食品中的亚硝酸盐与硝酸盐

❖ 一、案例

❖ 二、选用的国家标准

☞ 已废止：

☞ GB5009.33-2010 食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定——分光光度法

GB 5009.33-2016 食品安全国家标准 食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定

本标准代替GB 5009.33-2010《食品安全国家标准 食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定》、NY/T 1375-2007《植物产品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定 离子色谱法》、NY/T 1279-2007《蔬菜、水果中硝酸盐的测定 紫外分光光度法》、SN/T 3151-2012《出口食品中亚硝酸盐和硝酸盐的测定 离子色谱法》。

本标准规定了食品中亚硝酸盐和硝酸盐的测定方法。

本标准适用于食品中亚硝酸盐和硝酸盐的测定。

相关公告：关于发布《食品安全国家标准 鲜(冻)畜、禽产品》(GB 2707-2016)等127项食品安全国家标准的公告(2016年 第17号)

❖ 四、相关知识

☞ (一) 食品中亚硝酸盐和硝酸盐含量测——分光光度法原理

- ❖ 试样经沉淀蛋白质、除去脂肪后，在弱酸条件下亚硝酸盐与对氨基苯磺酸重氮后，再与盐酸萘乙二胺偶合形成紫红色染料，与标准比较定量，测得亚硝酸盐含量。硝酸盐通过镉柱还原成亚硝酸盐，测得亚硝酸盐总量，由总量减去亚硝酸盐含量即得硝酸盐含量。本法亚硝酸盐和硝酸盐检出限分别为

1mg/kg 和 1.4mg/kg。

- ❖ 本法摘自 GB/T 5009.33-2008，适用于食品中亚硝酸盐和硝酸盐的测定。

☞ (二) 注意事项

- ❖ 1. 镉是一种有害元素，防止对人体和环境污染
- ❖ 2. 在制取海绵状镉和装填镉柱时最好在水中进行，镉粒暴露于空气中易氧化。
- ❖ 3. 海绵状镉的制备须严格按照规定方法制备，才能保证其还原效果。
- ❖ 4. 在沉淀蛋白质时，硫酸锌的用量不宜过多。
- ❖ 5. 氨缓冲溶液除控制溶液 pH 值外，又可缓解镉对亚硝酸根的还原，还可作为络合剂，以防止反应生成的 Cd^{2+} 与 OH^- 形成沉淀。

❖ 五、测定食品中硝酸盐和亚硝酸盐方法

☞ (一) 食品中硝酸盐和亚硝酸盐的意义

- ❖ 食品中硝酸盐和亚硝酸盐的国家标准检测方法包括分光光度法、离子色谱法、示波极谱法，适合于各种食品中硝酸盐和亚硝酸盐测定等。

☞ (二) 亚硝酸盐测定——示波极谱法简介

- ❖ 试样经沉淀蛋白质、脂肪后，在乳酸性的条件下亚硝酸盐与对氨基苯磺酸重氮化后，在如碱性条件下再与 8-羟基喹啉偶合形成橙色染料，该偶合染料在汞电极上还原产生电流，电流与亚硝酸盐的浓度呈线性关系，可与标准曲线比较定量。

项目五：测定食品中的亚硫酸盐

❖ 一、案例

❖ 二、选用的国家标准

☞ 已废止：

☞ GB/T5009.34-2003 食品中亚硫酸盐的测定——盐酸副玫瑰苯胺法

GB 5009.34-2016 食品安全国家标准 食品中二氧化硫的测定

本标准规定了果脯、干菜、米粉类、粉条、砂糖、食用菌和葡萄酒等食品中总二氧化硫的测定方法。

本标准适用于果脯、干菜、米粉类、粉条、砂糖、食用菌和葡萄酒等食品中总二氧化硫的测定。

本标准于2017年3月1日代替GB/T 5009.34-2003《食品中亚硫酸盐的测定》。

相关公告：[关于发布《食品安全国家标准 食品添加剂 磷酸氢钙》（GB 1886.3-2016）等243项食品安全国家标准和2项标准修改单的公告](#)

❖ 四、相关知识

☞ （一）食品中二氧化硫含量测定——盐酸副玫瑰苯胺法原理

- ❖ 亚硫酸盐与四氯汞钠反应生成稳定的络合物，再与甲醛及盐酸副玫瑰苯胺作用生成紫红色络合物，与标准系列比较定量。检出浓度为 1mg/kg。
- ❖ 本法摘自 GB/T5009.34-2003，适用于食品中二氧化硫残留量的测定。

☞ （二）注意事项

- ❖ 1. 盐酸副玫瑰苯胺中盐酸的用量影响显色，加入盐酸量多时色浅，量少色深。
- ❖ 2. 直接比色法，显色时间和温度影响显色。本法显色时间 10~30min 内稳定，温度 10~25℃显色稳定，高于 30℃测定值偏低。所以显色时要严格控制显色时间和温度。
- ❖ 3. 亚硝酸对本法有干扰，加入氨基磺酸铵，使亚硝酸分解。
- ❖ 4. 二氧化硫标准使用液的浓度随放置时间逐渐降低，临用前必须用新标定的二氧化硫标准溶液稀释。

❖ 五、测定食品中亚硫酸盐的方法

☞ （一）食品中亚硫酸盐的意义

☞ 测定亚硫酸盐的方法

- ❖ 盐酸副玫瑰苯胺法、蒸馏法，均属于国家标准方法，适用于食品中二氧化硫残留量的测定。

❖ （二）蒸馏法

- ☞ 在密闭容器中对试样进行酸化并加热蒸馏，以释放出其中的二氧化

硫，释放物用乙酸铅溶液吸收。吸收后用浓酸酸化，再以碘标准溶液滴定，根据所消耗的碘标准溶液量计算出试样中的二氧化硫含量。本法适用于色酒及葡萄糖糖浆、果脯中二氧化硫残留量的测定。

- ❖ 1. 试样处
- ❖ 2. 测定
- ❖ 3. 计算
- ❖ 4. 试剂
- ❖ 5. 仪器

项目六：测定食品中的合成着色剂

- ❖ 一、案例
- ❖ 二、选用的国家标准

☞ 已废止：

GB/T5009.35-2003 食品中合成着色剂的测定——高效液相色谱法

GB 5009.35-2016 食品安全国家标准 食品中合成着色剂的测定

本标准规定了饮料、配制酒、硬糖、蜜饯、淀粉软糖、巧克力豆及着色糖衣制品中合成着色剂（不含铝色淀）的测定方法。

本标准适用于饮料、配制酒、硬糖、蜜饯、淀粉软糖、巧克力豆及着色糖衣制品中合成着色剂（不含铝色淀）的测定。

本标准于2017年3月1日代替GB/T 5009.35-2003《食品中合成着色剂的测定》。

相关公告：[关于发布《食品安全国家标准 食品添加剂 磷酸氢钙》（GB 1886.3-2016）等243项食品安全国家标准和2项标准修改单的公告](#)

❖ 色素提取

☞ （1）聚酰胺吸附法：试样溶液加柠檬酸溶液调 pH 值到 6，加热至 60℃，将 1g 聚酰胺粉加少许水调成粥状，倒入试样溶液中，搅拌片刻，以 G3 垂融漏斗抽滤，用 60℃pH 为 4 的水洗涤 3~5 次，然后用甲醇-甲酸混合溶液洗涤 3~5 次（含赤藓红的试样用液-液分配法处理），再用水洗至中性，用乙醇-氨水-水混合溶液解吸 3~5 次，每次 5mL，收集解吸液，加乙酸中和，蒸发至近干，加水溶解，定容至 5mL。经 0.45 μm 滤膜过滤，取 10 μL 进高效液相色谱仪。

❖ 四、相关知识

☞ （一）食品中合成着色剂含量测定——高效液相色谱法原理

- ❖ 食品中人工合成着色剂用聚酰胺吸附法或液-液分配法提

取，制成水溶液，注入高效液相色谱仪，经反相色谱分离，根据保留时间定性和与峰面积比较进行定量。

❖ 本法摘自 GB/T 5009.35-2003，适用于食品中合成着色剂的测定。

❖ (三) 注意事项

- ❖ 1. 如果试样中色素浓度太高，要用水适当稀释，因为在浓溶液中，色素钠盐的钠离子不容易解离，不利于聚酰胺粉的吸附。
- ❖ 2. 在进行蒸发浓缩时，要控制水浴温度在 70~80℃，使其缓慢蒸发，勿溅出皿外，另外，要经常摇动蒸发皿，防止色素干结在蒸发皿上。
- ❖ 3. 层析用的溶剂系统，不可以使用或存放太久，否则浓度和极性都起变化，影响分离效果。最好 2 天换一次，以保证分离效果。
- ❖ 4. 用高效液相色谱仪测定时，测定一个试样后，将流动相中甲醇浓度恢复至 20%，使之稳定 20min 后，再开始测定第二个试样。
- ❖ 5. 本方法检出限量：新红 5ng、柠檬黄 4ng、苋菜红 6ng、胭脂红 8ng、日落黄 7ng、赤藓红 18ng，亮蓝 26 ng，当进样量相当 0.025g 时，检出浓度分别为 0.2mg/kg; 0.16mg/kg; 0.24 mg/kg; 0.32mg/kg; 0.28mg/kg; 0.72 mg/kg; 1.04mg/kg。

❖ 五、测定食品中合成色素的方法

❖ (一) 食品中合成色素的意义

❖ 合成色素的国家标准检测方法包括高效液相色谱法、薄层色谱法、示波极谱法，适合于食品中合成着色剂的测定。

❖ (二) 薄层色谱法简介

❖ (三) 示波极谱法简介

项目七:测定食品中的叔丁基羟基茴香醚(BHA)与 2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)

❖ 一、案例

❖ 二、选用的国家标准

❖ 现行有效:

❖ GB/T5009.30-2003 食品中叔丁基羟基茴香醚(BHA)与 2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)的测定——气相色谱法

❖ 三、测定方法

☞ 1. 样品处理

❖ (1) 样品的制备

☞ 称取 500g 含油脂较多的样品，含油脂少的样品取 1000g，然后用对角线取四分之二或六分之二或根据样品情况取有代表性样品，在玻璃乳钵中研碎，混合均匀后放置广口瓶内保存于冰箱中。

❖ (2) 脂肪的提取

❖ ①含油脂高的样品(如桃酥等):

❖ ②含油脂中等的样品(如蛋糕、江米条等):

❖ ③含油脂少的样品(如面包、饼干等):

❖ 2. 试样制备

☞ (1) 层析柱的制备: 于层析柱底部加入少量玻璃棉，少量无水硫酸钠，将硅胶-弗罗里砂土(6+4)共 10g，用石油醚湿法混合装柱，柱顶部再加入少量无水硫酸钠。

☞ (2) 试样制备: 称取上述制备的脂肪 0.50~1.00g，用 25 μ L 石油醚溶解移入上述层析柱上，再以 100mL 二氯甲烷分五次淋洗，合并淋洗液，减压浓缩近干时，用二硫化碳定容至 2.0mL，该溶液为待测溶液。

☞ (3) 植物油试样的制备: 称取混合均匀样品 2.00g，放入 50mL 烧杯中，加 30mL 石油醚溶解，转移到上述层析柱上，再用 10mL 石油醚分数次洗涤烧杯中，并转移到层析柱上，用 100mL 二氯甲烷分五次淋洗，合并淋洗液，减压浓缩近干，用二硫化碳定容至 2.0mL，该溶液为待测溶液。

❖ 3. 测定

☞ (1) 注入气相色谱 3.0 μ L 标准使用液，绘制色谱图，分别量取各组分峰高或面积，进 3 μ L 试样待测溶液(应视试样含量而定)，绘制色谱图，分别量取峰高或面积，与标准峰高或面积比较计算含量。

☞ (2) 气相色谱参考条件:

❖ 色谱柱: 长 1.5m，内径 3mm 玻璃柱，质量分数为 10%QF-1 的 Gas Chrom Q(80~100 目)。检测器: FID。

- ❖ 温度：检测室 200℃，进样口 200℃，柱温 140℃。
- ❖ 载气流量：氮气 70mL/min；氢气 50mL/min；空气 500mL/min。
- ❖ 5. 试剂
 - ☞ 石油醚、二氯甲烷、二硫化碳、无水硫酸钠、硅胶 G、弗罗里矽土 (Florisil)、BHA、BHT 混合标准储备液。
- ❖ 6. 仪器
 - ☞ 气相色谱仪、蒸发器、振荡器、层析柱、气相色谱柱。
- ❖ 四、相关知识
 - ☞ (一) 食品中 BHA、BHT 含量测定——气相色谱法原理
 - ❖ 试样中的叔丁基羟基茴香醚 (BHA) 和 2,6-二叔丁基对甲酚 (BHT) 用石油醚提取，通过层析柱 BHA 与 BHT 净化，浓缩后，经气相色谱分离后用氢火焰离子化检测器检测，根据试样峰高与标准峰比较定量。
 - ❖ 本法摘自 GB/T5009.30-2003，适用于糕点和植物油等食品中 BHA、BHT 的测定。
 - ☞ (二) 注意事项
 - ❖ 1. 硅胶柱长 180mm，内径 10mm，内装硅胶 12g 左右。
 - ❖ 2. 对于只添加 BHA 的产品，样品经石油醚提取后，取出 2~4mL 挥干（不用经柱层分离）直接进行 BHA 测定。
 - ❖ 3. 对采集来的样品应及时检验，不宜久存。
 - ❖ 4. 样品中的 BHT 的含量应换算成样品脂肪中的 BHA 或 BHT 的含量。
 - ❖ 5. 本方法检出限量 2.0 μg，油脂取样量 0.50g 时检出浓度为 4.0mg/kg。气相色谱法最佳线性范围 0.0~100.0 μg。
- ❖ 五、测定食品中的 BHA 与 BHT 的方法
 - ☞ (一) 食品中抗氧化剂意义
 - ☞ 食品抗氧化剂含量测定的方法包括有气相色谱法、薄层色谱法以及比色法，均属于国家标准方法，适用于糕点和植物油等食品中 BHA、BHT 的测定。
 - ☞ (二) 比色法简介

☞ (三) 薄层色谱法简介

❖ 思考题:

- ☞ 1. 常用的甜味剂有哪些? 如何用薄层色谱法测定糖精钠?
- ☞ 2. 甜蜜素的化学名称是什么? 怎样用气相色谱法测定其含量?
- ☞ 3. 气相色谱法测定食品中苯甲酸和山梨酸时, 制备试样溶液为什么要进行酸化处理?
- ☞ 5. 制备镉柱时应注意什么? 镉柱还原效率如何测定?
- ☞ 6. 盐酸副玫瑰苯胺比色法测定食品中亚硫酸盐时, 加入四氯汞钠溶液的作用是什么?
- ☞ 7. 说明气相色谱法测定 BHA、BHT 的原理及试样处理方法。

授课日期	第十七周	教案编号	12
课程名称	食品分析	专业班级	分检技术 241/242/3+证书 241
教材名称	食品分析与检验技术		
授课题目	任务十二 测定食品中的有害元素		
授课学时	2节 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 3节 () ; 其它 ()		
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 () ; 其它 ()		
教学目的	<ul style="list-style-type: none"> ❖ 知识目标 ❖ 明确食品中有害元素的残留限量标准, 掌握其测定原理 		
教学重点	有害元素的残留限量标准及其测定意义。		
教学难点	有害元素的残留限量标准及其测定意义。		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 () ; 示教 () ; 其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint () ; Author ware () ; 其它 ()	
	无 ()		
教学资源	多媒体 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 () ; 音像 () ; 其它 ()		
教学过程 时间安排	第一节 测定食品中的铅 10min 第二节 食品中总汞及有机汞的测定 10min 第三节 测定食品中的镉 15min 第四节 测定食品中的铬 15min 第五节 测定面制食品中的铝 15min 第六节 测定食品中的砷含量 10min 第七节 测定食品中的氟 15min		
思 考 题	1. 用二硫腈比色法测定食品中的铅时干扰因素有哪些, 如何消除? 2. 简述荧光光度法测定食品中汞的原理和操作要点。 3. 试比较几种汞含量测定方法的异同点。 4. 简述石墨炉原子吸收光谱法测定食品中镉含量的原理和操作要点。 5. 简述示波极谱法测铬含量时, 试样制备要点。 6. 砷的测定主要有哪几种方法? 砷斑法的基本原理是什么?		
作 业			
教学后记			

任务十二 测定食品中的有害元素

项目一：测定食品中的铅

- ❖ 一、案例
- ❖ 二、选用的国家标准

☞ 已废止：

GB 5009.12-2010 食品中铅的测定——石墨炉原子吸收光谱法

☞ 现行有效：

GB 5009.12-2017 食品安全国家标准 食品中铅的测定

GB 5009.12-2017 食品安全国家标准 食品中铅的测定

本标准代替GB 5009.12-2010 食品安全国家标准 食品中铅的测定、GB/T 20380.3-2006 淀粉及其制品 重金属含量 第3部分：电热原子吸收光谱法测定铅含量、GB/T 23870-2009 蜂胶中铅的测定 微波消解-石墨炉原子吸收分光光度法、GB/T 18932.12-2002 蜂蜜中钾、钠、钙、镁、锌、铁、铜、锰、铬、铅、镉含量的测定方法 原子吸收光谱法、NY/T 1100-2006 稻米中铅、镉的测定 石墨炉原子吸收光谱法、SN/T 2211-2008 蜂皇浆中铅和镉的测定 石墨炉原子吸收光谱法中铅的测定方法。

本标准规定了食品中铅含量测定的石墨炉原子吸收光谱法、电感耦合等离子体质谱法、火焰原子吸收光谱法和二硫腈比色法。

本标准适用于各类食品中铅含量的测定。

相关公告：关于发布《食品安全国家标准 食品中铅的测定》（GB 5009.12-2017）等9项食品安全国家标准的公告（2017年第5号）

- ❖ 在当今众多危害人体健康和儿童智力的“罪魁祸首”中，铅是危害不小的一位。据权威调查报告透露，现代人体内的平均含铅量已大大超过1000年前古人的500倍数！而人类却缺乏主动、有效的防护措施。据调查，现在很多儿童体内平均含铅量普遍高于年轻人；交通警察又较其它行业的人受铅毒害更深。
- ❖ 铅及其化合物都具有一定的毒性，进入机体后对神经、造血、消化、肾脏、心血管和内分泌等多个系统产生危害。目前常见的铅中毒大多属于轻度慢性铅中毒，主要病变是铅对体内金属离子和酶系统产生影响，引起植物神经功能紊乱、贫血、免疫力低下等。而合理的营养措施能提高抵抗力，增强机体对有毒物质的代谢解毒能力，减少毒物吸收并促使其转化为无毒物质排出体外，有利于康复或减轻中毒症状。
- ❖ 铅进入人体后，除部分通过粪便、汗液排泄外，其余在数小时后溶入血

液中，阻碍血液的合成，导致人体贫血，出现头痛、眩晕、乏力、困倦、便秘和肢体酸痛等；有的口中有金属味，动脉硬化、消化道溃疡和眼底出血等症状也与铅污染有关。小孩铅中毒则出现发育迟缓、食欲不振、行走不便和便秘、失眠；若是小学生，还伴有多动、听觉障碍、注意不集中、智力低下等现象。

- ❖ 这是因为铅进入人体后通过血液侵入大脑神经组织，使营养物质和氧气供应不足，造成脑组织损伤所致，严重者可能导致终身残废。特别是儿童处于生长发育阶段，对铅比成年人更敏感，进入体内的铅对神经系统有很强的亲和力，故对铅的吸收量比成年人高好几倍，受害尤为严重。铅进孕妇体内则会通过胎盘屏障，影响胎儿发育，造成畸形等。
- ❖ 铅中毒的原因非常多，食用含铅食品，如皮蛋、爆米花、铅质焊锡罐头食品、水果皮等；经常接触彩印的食品包装、油漆类物品、含铅化妆品、染发剂、被铅污染的衣物、汽车尾气、含铅药物；点含铅的蜡烛，特别是点有香味的和慢燃的蜡烛等。其中对于平时与铅很少接触的成年人来说，使用不合格的彩釉餐具可能是导致体内铅含量超标的一个重要原因。
- ❖ 据介绍，不合格瓷器的铅、镉等重金属极易从外表美丽的釉面中溶出，给人体健康造成慢性危害。陶瓷饮食器具一般通过上釉装饰其表层，其中存在铅、镉等重金属，当遇酸性食物时，质量差的产品就会有过量的铅、镉溶出到食物中。人如果长期食用铅、镉含量过高的产品盛装的食物，就会造成铅在血液中沉积，导致大脑中枢神经以及肾脏等器官的损伤。表面平滑如玻璃的釉中、釉下彩陶瓷的铅、镉溶出量极少或几乎没有，可放心选购；而表面有凹凸感的釉上彩产品则应尽量选用表面装饰图案较少的产品，对不放心的产品，可用食醋浸泡几小时，若发现颜色有明显变化应弃之不用。
- ❖ 很多天然食物都具有一定的防铅和驱铅功能。牛奶中所含的蛋白质可与铅结合形成不溶物，所含的钙可阻止铅的吸收。茶叶中的鞣酸可与铅形成可溶性复合物随尿排出。海带中的碘质和海藻酸能促进铅的排出。大蒜和洋葱头中的硫化物能化解铅的毒性作用。沙棘和猕猴桃中富含维生素C，可阻止铅吸收、降低铅毒性。食物中含有一些无机阴离子或酸根如碘离子、磷酸根离子、钼酸根离子等都能与铅结合，促使其从大便中

排出。这些营养素富含在水果和蔬菜中，因此，铅接触人群应多食用水果蔬菜。

❖ 三、测定方法

❖ 1. 试样预处理

- ❖ (1) 在采样和制备过程中，应注意不使试样污染。
- ❖ (2) 粮食、豆类去杂物后，磨碎，过 20 目筛，储于塑料瓶中，保存备用。
- ❖ (3) 蔬菜、水果、鱼类、肉类及蛋类等水分含量高的鲜样，用食品加工机或匀浆机打成匀浆，储于塑料瓶中，保存备用。

❖ 2. 试样消解（选用以下任何一种方法）

❖ (1) 压力消解罐消解法：

- ❖ 称取 1~2g 试样（精准至 0.001g）（干样、含脂肪高的试样 < 1.00g，鲜样 < 2.00g 或按压力消解罐使用说明书称取试样）于聚四氟乙烯内罐，加硝酸 2~4mL 浸泡过夜。再加过氧化氢（30%）2~3mL（总量不能超过罐容积的三分之一），盖好内盖，旋紧不锈钢外套，放入恒温干燥箱，120~140℃ 保持 3~4h，在箱内自然冷却至室温，用滴管将消化液洗入或过滤入（视消化后试样的盐分而定）10~25mL 容量瓶中，用水少量多次洗涤罐，洗液合并于容量瓶中，定容至刻度，混匀备用；同时作试剂空白。

❖ (2) 干法灰化：

❖ (3) 过硫酸铵灰化法：

❖ (4) 湿式消解法：

❖ 3. 测定

❖ (1) 仪器条件：

- ❖ 根据各自仪器性能调至最佳状态。参考条件为波长 283.3nm，狭缝 0.2~1.0nm，灯电流 5~7mA，干燥温度 120℃，20s；灰化温度 450℃，持续 15~20s，原子化温度 1700~2300℃，持续 4~5s，背景校正为氘灯或塞曼效应。

❖ (2) 标准曲线绘制：

- ❖ (3) 试样测定:
 - ❖ 分别吸取样液和试剂空白液各 10 μL , 注入石墨炉, 测得其吸光值, 代入标准系列的一元线性回归方程中求得样液中铅含量。
- ❖ (4) 基体改进剂的使用:
 - ❖ 对有干扰试样, 则注入适量的基体改进剂磷酸二氢铵溶液 (20g/L) 一般为 5 μL 或与试剂同量消除干扰。绘制铅标准曲线时也要加入与试样测定时等量的基体改进剂磷酸二氢铵溶液。
- ❖ 5. 试剂
 - ❖ 过硫酸铵、过氧化氢 (30%)、硝酸 (1+1)、硝酸 (0.5mol/L)、硝酸 (1mol/L)、磷酸铵溶液 (20g/L)、硝酸+高氯酸 (4+1)、铅标准溶液
- ❖ 6. 仪器
 - ❖ 原子吸收分光光度计、马弗炉、干燥恒温箱、瓷坩埚、压力消解器、压力消解罐或压力溶弹、可调式电热板、可调式电炉。
- ❖ 四、相关知识
 - ❖ (一) 食品中铅含量测定——石墨炉原子吸收光谱法原理
 - ❖ 试样经灰化或酸消解后, 注入原子吸收分光光度计石墨炉中, 电热原子化后吸收 283.3nm 共振线, 在一定浓度范围, 其吸收值与铅含量成正比, 与标准系列比较定量。
 - ❖ 本法摘自 GB 5009.12-2010, 适用于食品中铅的测定; 最低检出限量为 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。
 - ❖ (二) 注意事项
 - ❖ 1. 干燥温度应根据溶剂或样品中液态组分的沸点来选择, 一般用稍高于溶剂的沸点, 对稀的水溶液可在 100~130 $^{\circ}\text{C}$ 之间。
 - ❖ 2. 原子化温度应取决于待测元素和样品基体的挥发程度, 最佳的原子化温度是能给出最大吸收信号的最低温度, 一般以 2800 $^{\circ}\text{C}$ 为上限。

- ❖ 3. 原子化时间的确定是尽可能选取较短时间，但仍能使原子化完全。
- ❖ 五、测定食品中铅含量方法
 - ❖ （一）食品中铅含量限量
 - ❖ 食品中铅含量的国家标准检测方法
 - ❖ 石墨炉原子吸收光谱法、火焰原子吸收光谱法、二硫脲比色法、氢化物原子荧光光谱法、单扫描极谱法等。
 - ❖ （二）二硫脲比色法
 - ❖ 试样经消化后，在 pH8.5~9.0 时，铅离子与二硫脲生成红色络合物，溶于三氯甲烷。加入柠檬酸铵、氰化钾和盐酸羟胺等，防止铁、铜、锌等离子干扰，与标准系列比较定量。本法摘自 GB/T 5009.12-2003，适用于食品中铅的测定，同样也适用于食品包装材料、食具、容器等浸泡液铅含量测定。本法最低检出限量为 0.25mg/kg。
 - ❖ 1. 试样预处理
 - ❖ 2. 试样消化
 - ❖ （1）硝酸-硫酸法
 - ❖ （2）灰化法
 - ❖ 3. 测定
 - ❖ 4. 结果计算
 - ❖ 5. 试剂
 - ❖ 6. 注意事项
 - ❖ （三）火焰原子吸收光谱法简介
 - ❖ 试样经处理后，铅离子在一定 pH 条件下与 DDTC 形成络合物，经 4-甲基戊酮-2 萃取分离，导入原子吸收光谱仪中，火焰原子化后，吸收 283.3nm 共振线，其吸收量与铅含量成正比，与标准系列比较定量。
 - ❖ 本法摘自 GB/T 5009.12-2003，适用于食品中铅的测定，同样适用于食品包装材料、食具、容器等浸泡液铅含量测定，最低检出限量为 0.1mg/kg。

项目二 食品中总汞及有机汞的测定

- ❖ 一、案例
- ❖ 二、选用国家标准
 - ❧ 现行有效：
 - ❧ GB 5009.17-2014 食品中总汞及有机汞的测定——原子荧光光谱法。
- ❖ 汞在天然和人工条件下均可以单质和汞的化合物两种形态存在。单质汞即元素汞亦称为金属汞。汞的化合物又可分为有机汞化合物和无机汞化合物两大类。
- ❖ 金属汞中毒常以汞蒸气的形式引起。由于汞蒸气具有高度的扩散性和较大的脂溶性，通过呼吸道进入肺泡，经血液循环运至全身。血液中的金属汞进入脑组织后，被氧化成汞离子，逐渐在脑组织中积累，达到一定的量，就会对脑组织造成损害。另外一部分汞离子转移到肾脏。因此，慢性汞中毒临床表现主要是神经系统症状，如头痛、头晕、肢体麻木和疼痛、肌肉震颤、运动失调等。易兴奋是慢性汞中毒的一种特殊的精神状态，表现为易激动、口吃、胆怯、焦虑、不安、思想不集中、记忆力减退、精神压抑等。此外胃肠道、泌尿系统、皮肤、眼睛均可出现一系列症状。急性汞中毒其症候为肝炎、肾炎、蛋白尿、血尿和尿毒症。金属汞被消化道吸收甚微，一般不会引起中毒。
- ❖ 甲基汞在人体肠道内极易被吸收并分布到全身，大部分蓄积到肝和肾中，分布于脑组织中的甲基汞约占 15%，但脑组织受损害的则先于其它各组织，主要损害部位为大脑皮层、小脑和末梢神经。
- ❖ 因此，甲基汞中毒主要为神经系统症状，其中毒症状主要有：
 - (1) 一般症状：头痛、疲乏、注意力不集中、健忘和精神异常等。
 - (2) 感觉异常：口周围(鼻、唇、舌)和手、足末端麻木、刺激和感觉障碍，重者可波及上肢和下肢，甚至扩大到躯干。
 - (3) 语言障碍：说话不清楚、缓慢、不连贯等等。
 - (4) 运动失调：手动作笨拙、不能作快速或微细的动作（如写字、吃饭、扣纽扣等），步态不稳，协调运行）动障碍和震颤等。
 - (5) 视野缩小：为双侧向心性视野缩小，而中心视力可保持正常，重者

可呈管状视野。

(6) 听力障碍：为中枢性听觉障碍，听不到声音或者听到声音但听不懂所说的话。

(7) 其它：肌肉萎缩；肌痉挛或僵直、流涎或多汗等。其症状出现的顺序为：感觉障碍-运动失调、语言障碍-视野缩小-听力障碍。日本著名的公害病-水俣病即为甲基汞慢性中毒。

❖ 三、测定方法

☞ 1. 试样消解

❖ (1) 压力罐消解法

❖ 称取固体样品 0.2~1.0g(精确至 0.001g)，新鲜样品 0.5~2.0g，液体试样 1~5mL(需称量精确至 0.001g)，置于消解罐中，加 5mL 硝酸浸泡过夜。盖好内盖，旋紧不锈钢外套，放入恒温干燥箱，140~160℃保持 4~6h，箱内冷却至室温，旋松不锈钢外套，取出消解罐，用少量水冲洗内盖，放在控温电热板或超声水浴箱中，于 80℃或超声脱气 2~5min 赶走棕色气体，取出消解内罐，将消化液转移至 25mL 容量瓶中，少量水分 3 次洗涤内罐，洗涤液合并于容量瓶中定容，混匀备用，同时做空白试验。

❖ (2) 微波消解法

❖ 称取固体样品 0.2~0.5g(精确至 0.001g)，新鲜样品 0.2~0.8g，液体试样 1~3mL(需称量精确至 0.001g)，置于消解罐中，加 5mL 硝酸浸泡过夜，旋紧灌盖，按照微波消解设备标准步骤进行操作。冷却后取出，缓慢打开灌盖排气，其余步骤同上。

❖ (3) 回流消解法(略)

❖ 2. 标准系列配制

☞ (1) 低浓度标准系列：分别吸取 100ng/mL 汞标准使用液 0.25、0.50、1.00、2.00、2.50 mL 于 25 mL 容量瓶中，用硝酸溶液(1+9)稀释至刻度，混匀。各自相当于汞浓度 1.00、2.00、4.00、8.00、10.00ng/mL，此标准系列适用于一般试样测定。

❧ (2) 高浓度标准系列：分别吸取 500ng/mL 汞标准使用液 0.25、0.50、1.00、1.50、2.00 mL 于 25mL 容量瓶中，用硝酸溶液(1+9) 稀释至刻度，混匀。各自相当于汞浓度 5.00、10.00、20.00、30.00、40.00ng/mL。此标准系列适用于鱼及含汞量偏高的试样测定。

❖ 3. 测定

❧ (1) 仪器参考条件：

❖ 光电倍增管负高压：240 V；汞空心阴极灯电流：30 mA；原子化器：温度：300℃，高度 8.0mm；氩气流速：载气 500mL/min，屏蔽气 1000mL/min；测量方式：标准曲线法；读数方式：峰面积，读数延迟时间：1.0s；读数时间：10.0s；硼氢化钾溶液加液时间：8.0s；标液或样液加液体积：2mL。

❖ (2) 测定方法：

❧ ①浓度测定方式测量：

❖ 设定好仪器最佳条件，逐步将炉温升至所需温度后，稳定 10~20min 后开始测量。连续用硝酸溶液(1+9)进样，待读数稳定之后，转入标准系列测量，绘制标准曲线。转入试样测量，先用硝酸溶液(1+9)进样，使读数基本回零，再分别测定试样空白和试样消化液，每测不同的试样前都应清洗进样器。

❧ ②仪器自动计算结果方式测量：

❖ 设定好仪器最佳条件，在试样参数画面输入以下参数：试样质量(g 或 mL)，稀释体积(mL)，并选择结果的浓度单位，逐步将炉温升至所需温度，稳定后测量。连续用硝酸溶液(1+9)进样，待读数稳定之后，转入标准系列测量，绘制标准曲线。在转入试样测定之前，再进入空白值测量状态，用试样空白消化液进样，让仪器取其均值作为扣底的空白值。随后即可依法测定试样。

❖ 5. 试剂

❧ 30%过氧化氢、硫酸+硝酸+水(1+1+8)、硝酸溶液(1+9)、氢氧化钾溶液(5g/L)、硼氢化钾溶液(5g/L)、汞标准溶液。

❖ 6. 仪器

☞ 双道原子荧光光度计、高压消解罐(100 mL 容量)、微波消解炉。

❖ 四、相关知识

☞ 食品中汞含量测定——原子荧光光谱法原理。

❖ 试样经酸加热消解后，在酸性介质中，试样中汞被硼氢化钾(KBH₄)或硼氢化钠(NaBH₄)还原成原子态汞，由载气(氩气)带入原子化器中，在特制汞空心阴极灯照射下，基态汞原子被激发至高能态，在去活化回到基态时，发射出特征波长的荧光，其荧光强度与汞含量成正比，与标准系列比较定量。本法最低检出限量为 0.15 μg/kg，标准曲线最佳线性范围 0~60 μg/L。

❖ 本法摘自 GB 5009.17-2014，适用于各类食品中总汞的测定。

❖ 五、测定食品中汞及有机汞的方法

☞ (一) 食品中汞含量限量

☞ (二) 冷原子吸收光谱法简介

❖ (三) 食品中甲基汞的测定方法

☞ 食品中甲基汞测定的国家标准方法是液相色谱-原子荧光光谱法，摘自 GB 5009.17-2014。

☞ 食品中甲基汞经超声辅助 5mol/L 盐酸溶液提取后，使用 C18 反相色谱柱分离，色谱流出液进入在线紫外消解系统，在紫外光照射下与强氧化剂过硫酸钾反应，甲基汞转变为无机汞。在酸性环境下，无机汞与硼氢化钾在线反应生成汞蒸气，由原子荧光光谱仪测定，由保留时间定性，外标法峰面积定量。

❖ 1. 试样制备

❖ 2. 测定

❖ 3. 结果计算

❖ 4. 试剂

❖ 5. 仪器

❖ (四) 冷原子吸收法测定甲基汞简介

项目三：测定食品中的镉

❖ 一、案例

❖ 二、选用国家标准

☞ 现行有效：

☞ GB 5009.15-2014 食品中镉的测定——石墨炉原子吸收光谱法。

- ❖ 进入人体的镉，在体内形成镉硫蛋白，通过血液到达全身，并有选择性地蓄积于肾、肝中。肾脏可蓄积吸收量的 1/3，是镉中毒的靶器官。
- ❖ 此外，在脾、胰、甲状腺、睾丸和毛发也有一定的蓄积。镉的排泄途径主要通过粪便，也有少量从尿中排出。在正常人的血中，镉含量很低，接触镉后会升高，但停止接触后可迅速恢复正常。镉与含羟基、氨基、巯基的蛋白质分子结合，能使许多酶系统受到抑制，从而影响肝、肾器官中酶系统的正常功能。镉还会损伤肾小管，使人出现糖尿、蛋白尿和氨基酸尿等症状，并使尿钙和尿酸的排出量增加。肾功能不全又会影响维生素 D3 的活性，使骨骼的生长代谢受阻碍，从而造成骨骼疏松、萎缩、变形等。慢性镉中毒主要影响肾脏，最典型的例子是日本著名的公害病——痛痛病。慢性镉中毒还可引起贫血。
- ❖ 急性镉中毒，大多是由于在生产环境中一次吸入或摄入大量镉化物引起。
- ❖ 大剂量的镉是一种强的局部刺激剂。含镉气体通过呼吸道会引起呼吸道刺激症状，如出现肺炎、肺水肿、呼吸困难等。镉从消化道进入人体，则会出现呕吐、胃肠痉挛、腹痛、腹泻等症状，甚至可因肝肾综合症死亡。从动物实验和人群的流行病学调查中发现，镉还可使温血动物和人的染色体发生畸变。镉的致畸作用和致癌作用(主要致前列腺癌)，也经动物实验得到证实，但尚未得到人群流行病学调查材料的证实。
- ❖ 镉不像汞、铅那样为人熟知。镉是对人体有害的元素，在自然界中多以化合态存在，含量很低，大气中含镉量一般不超过 0.003 微克/米³，水中不超过 10 微克/升，每公斤土壤中不超过 0.5 毫克。这样低的浓度，不会影响人体健康。镉常与锌、铅等共生。环保专家介绍，从天上到地下，镉广泛地存在于环境中。环境受到镉污染后，镉可在生物体内富集，通过食物链富集在其它生物体内，进而通过食物、水、吸烟或其他途径，进入人体，当镉的浓度达到一定程度时，就会发生镉中毒。同时，镉又是一

种有益于人类的重金属，广泛应用于电镀工业、化工业、电子业和核工业等领域。

- ❖ 吸入大量氧化镉烟雾所致的急性中毒，其治疗与一般刺激性气体中毒的处理相同。关键在于防止肺水肿。应及早撤离出事现场、保持安静，卧床休息，吸入氧气，保持呼吸道畅通，可用 10%硅酮雾化吸入，以消除泡沫，肾上腺皮质激素能降低毛细血管通透性，宜早期定量使用。限制液体入量，给予抗生素防止继发感染，急性食入性镉中毒时主要采用对症治疗，给予大量补液、注射阿托品用来止吐和消除腹痛。慢性镉中毒引起肾脏损害者，膳食中应增加钙和磷酸盐的摄入，供给充足的锌和蛋白质，金属络合剂依地酸二钠钙(CaNa_2EDTA)可增加镉的排出，但可加重肾脏的损害。在急、慢性中毒时均不主张使用。有报导口服氮川三乙酸(NTA)能促使镉排出(主要经由粪便)，从而降低在体内的蓄积，而不损害肾脏功能。

❖ 三、测定方法

☞ 1. 试样预处理

- ❖ (1) 在采样和制备过程中，应注意不使试样污染。
- ❖ (2) 粮食、豆类去杂质后，磨碎，过 20 目筛，储于塑料瓶中，保存备用。
- ❖ (3) 蔬菜、水果、鱼类、肉类及蛋类等水分含量高的鲜样用食品加工机或匀浆机打成匀浆，储于塑料瓶中，保存备用。

☞ 2. 试样消解(可根据实验室条件选用以下任何一种方法消解)。

同项目一试样消解方法操作。

❖ 3. 测定

☞ (1) 仪器条件:

- ❖ 根据各自仪器性能调至最佳状态。参考条件为波长 228.8nm，狭缝 0.5~1.0nm，灯电流 8~10mA，干燥温度 120℃，20s；灰化温度 350℃，15~20s，原子化温度 1700~2300℃，4~5s，背景校正为氘灯或塞曼效应。

☞ (2) 标准曲线绘制:

☞ (3) 试样测定:

- ❖ 分别吸取样液和试剂空白液各 10 μL 注入石墨炉, 测得其吸光值, 代入标准系列的一元线性回归方程中求得样液中镉含量。
- ☞ (4) 基体改进剂的使用:
 - ❖ 对有干扰试样, 则注入适量的基体改进剂磷酸铁溶液 (20g/L) (一般为 $<5 \mu\text{L}$) 消除干扰。绘制镉标准曲线时也要加入与试样测定时等量的基体改进剂。
- ❖ 5. 试剂
 - ☞ 硫酸、过氧化氢 (30%)、硝酸 (1+1)、硝酸 (0.5mol/L)、盐酸 (1+1)、磷酸铵溶液 (20g/L)、硝酸+高氯酸 (4+1)、镉标准溶液。
- ❖ 6. 仪器
 - ☞ 原子吸收分光光度计、马弗炉、恒温干燥箱、瓷坩埚、压力消解器、压力消解罐或压力溶弹、可调式电热板可调式电炉。
- ❖ 四、相关知识
 - ☞ (一) 食品中镉含量测定——石墨炉原子吸收光谱法原理
 - ❖ 试样经灰化或酸消解后, 注入原子吸收分光光度计石墨炉中, 电热原子化后吸收 228.8nm 共振线, 在一定浓度范围, 其吸收值与镉含量成正比, 与标准系列比较定量。
 - ❖ 本法摘自 GB 5009.15-2014, 适用于各类食品中镉的测定, 最低检出限量为 0.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 标准曲线最佳线性范围为 0~50ng/mL。
 - ☞ (二) 注意事项
 - ❖ 所用玻璃仪器均需以硝酸 (1+5) 浸泡过夜, 用水反复冲洗, 最后用去离子水冲洗干净。
- ❖ 五、测定食品中镉的方法
 - ☞ (一) 食品中镉含量限量
 - ❖ 食品中镉测定方法包括石墨炉原子吸收光谱法、原子吸收光谱法 (碘化钾-4-甲基戊酮-2 法、二硫脲-乙酸丁酯法)、比色法、原子荧光法。
 - ☞ (二) 碘化钾-4-甲基戊酮-2 法简介

- ☞ (三) 二硫脲-乙酸丁酯法简介
- ☞ (四) 6-溴苯并噻唑偶氮萘酚比色法简介
- ☞ (五) 原子荧光法简介

项目四:测定食品中的铬

- ❖ 一、案例
- ❖ 二、选用国家标准
- ❖ 现行有效:
- ❖ GB5009.123-2014——石墨炉原子吸收光谱测定法
- ❖ 铬是人体的一种必需微量元素。正常人体内只含有 6-7 毫克,但对人体很重要。铬的过量摄入会造成中毒。铬的中毒主要是偶然吸入极限量的铬酸或铬酸盐后,引起肾脏、肝脏、神经系统和血液的广泛病变,导致死亡。也有铬酸钠经灼伤创面吸收引起中毒的事例。长期职业接触、空气污染或接触铬的灰尘,可引起皮肤过敏和溃疡,鼻腔的炎症、坏死,甚至肺癌。经口摄入,可引起胃肠道损伤,循环障碍、肾衰竭。治疗方法在于离开接触,采用螯合剂治疗,高糖摄入也使铬排泄量增多。
- ❖ 铬有 2 价、3 价和 6 价三种化合物。引起中毒主要是指 6 价铬而言,它具有强氧化性,易穿入生物膜而起作用;2 价、3 价铬在皮肤表层即与蛋白质结合,形成稳定的配合物,不会引起生物效应。
- ❖ 三、测定方法
 - ❖ 1. 试样消解
 - ❖ (1) 微波消解 称取试样 0.2~0.5g (精确至 0.001g),置于消解罐中,加 5mL 硝酸,按照微波消解设备标准步骤进行操作,冷却后取出消解罐,在电热板上于 140~160℃赶酸至 0.5~1.0mL,冷却后将消化液移至 10mL 容量瓶,用少量水洗涤消解罐 2~3 次,洗涤液合并于容量瓶中定容,混匀备用,同时做空白试验。
 - ❖ (2) 湿法消解 (略)
 - ❖ (3) 高压消解 (略)
 - ❖ (4) 干法灰化 (略)
 - ❖ 2. 标准曲线的制作
 - ❖ (1) 仪器测试条件 波长 357.9nm,狭缝 0.2nm,灯电流 5~7mA,

干燥温度 85~120℃/40~50s, 灰化温度 85~120℃/40~50s, 原子化温度 85~120℃/40~50s.

- ❖ (2) 标准曲线制作 将标准系列溶液工作液按浓度由高到低的顺序分别取 10 μL 注入石墨管, 原子化后测其吸光度值, 以浓度为横坐标, 吸光度值为纵坐标, 绘制标准曲线。

❖ 3. 试样测定

- ❖ 与标准溶液测定相同实验条件下, 将空白溶液和样品分别取 10 μL 注入石墨管, 原子化后测其吸光度值, 与标准系列溶液比较定量。

❖ 5. 试剂

- ❖ 铬标准储备液、铬标准使用液、硝酸、高氯酸、磷酸二氢铵。

❖ 6. 仪器

- ❖ 原子吸收光谱仪、微波消解仪

❖ 四、相关知识

❖ (一) 食品中铬含量测定——石墨炉原子吸收光谱法

- ❖ 试样经消解处理后, 采用石墨炉原子吸收光谱法, 在 357.9nm 处测定吸收值, 在一定浓度范围内其吸收值与标准系列溶液比较定量。本法摘自 GB5009.123-2014, 适用于各类食品中铬的测定, 最低检出限量为 1ng/mL。

❖ (二) 注意事项

- ❖ 1. 所用玻璃仪器及高压消解罐的聚四氟乙烯内筒均需在每次使用前用热盐酸(1+1)浸泡 1h, 用热的硝酸(1+1)浸泡 1h, 再用水冲洗干净后使用。
- ❖ 2. 铬标准储备液应贮存于聚乙烯瓶内, 冰箱内保存。

❖ 五、测定食品中铬的方法

❖ (一) 食品中铬含量限量

- ❖ 我国食品卫生标准中对铬的含量有严格的规定, 粮食、豆类、肉类、蛋类不超过 1.0mg/kg, 薯类、蔬菜、水果不超过 0.5mg/kg, 鱼贝类、奶粉不超过 2.0mg/kg。食品中铬测定的其他方法有示波极谱法等。

❖ (二) 示波极谱法简介

- ❖ 试样经硫酸-过氧化氢处理后，铬(VI)在氨-氯化铵缓冲液中，有 α ， α' -联吡啶和亚硝酸钠存在下，于-1.4V左右产生灵敏的极谱波，极谱波峰电流大小与铬含量成正比，与标准系列比较定量。

项目五:测定面制食品中的铝

- ❖ 一、案例
- ❖ 二、选用国家标准
 - ⌘ 已废止:
 - ⌘ GB/T 5009.182-2003 面制食品中铝的测定——分光光度法
 - ⌘ 现行有效:
 - ⌘ GB 5009.182-2017 食品安全国家标准 食品中铝的测定

GB 5009.182-2017 食品安全国家标准 食品中铝的测定

本标准代替GB/T 5009.182-2003 面制食品中铝的测定、GB/T 23374-2009 食品中铝的测定 电感耦合等离子体质谱法、GB/T 18932.11-2002 蜂蜜中钾、磷、铁、钙、锌、铝、钠、镁、硼、锰、铜、钡、钛、钒、镍、钴、铬含量的测定方法 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法、SN/T 2208-2008 水产品中钠、镁、铝、钙、铬、铁、镍、铜、锌、砷、镉、钼、镉、铅、汞、硒的测定 微波消解-电感耦合等离子体-质谱法中铝的测定方法。

本标准规定了食品中铝含量测定的分光光度法、电感耦合等离子体质谱法、电感耦合等离子体发射光谱法和石墨炉原子吸收光谱法。

本标准第一法适用于检测使用含铝食品添加剂的食品中的铝,第二法、第三法和第四法适用于检测食品中的铝。

相关公告:关于发布《食品安全国家标准 食品中铝的测定》(GB 5009.12-2017)等9项食品安全国家标准的公告(2017年第5号)

- ❖ 研究证实，脑组织对铝元素有亲和性，脑组织中的铝沉积过多，可使人记忆力减退、智力低下、行动迟钝、催人衰老。有资料报道：铝盐可能导致人的记忆力丧失。澳大利亚一个私营研究团体说：广泛使用铝盐净化水可能导致脑损伤，造成严重的记忆力丧失，这是早老性痴呆症特有的症状。

研究人员对老鼠的实验表明，混在饮水中的微量铝进入老鼠的脑中并在那里逐渐积累，给它们喝一杯经铝盐处理过的水后，它们脑中的含铝量就达到可测量的水平。有关医院检测发现，老年性痴呆症患者脑组织中铝含量超过正常人的5~30倍。

- ❖ 当铝在人体内含量超过正常人的5~10倍时，能抑制消化道对磷的吸收，使血清无机磷水平下降，引起骨骼软化、关节疼痛。而三氯化铝、氢氧

化铝、烷基铝和盐等药物，短期内就能使人产生毒副作用。可见人对铝元素的长期摄入，最终会危害人体的健康。

- ❖ 在日常生活中，我们该怎样预防铝元素的大量“侵入”呢？
 - ① 正确使用铝制炊具。由于铝制炊具，质轻软，易刮伤，能与糖、盐、酸、碱、酒等发生缓慢的化学反应而溢出较多的铝元素，从而增加了人们摄入铝元素的机会。因此用铝制炊具盛放盐、酸、碱类食物时间不要过久。不使用铝铲、铝勺等用具，因为它们在炒菜、盛饭的长期刮擦中，产生肉眼看不见的铝屑，这些铝屑可随饭菜入口进入人体。铝锅应用竹木勺或无毒塑料勺盛饭。
 - ② 建议有条件的家庭不使用铝制炊具，除使用铁锅、砂锅外，一律使用不锈钢制炊具。因为不锈钢制品金属性能稳定，而且对人体无害。
 - ③ 不食用含铝量多的食物。少吃或不吃使用含铝食品添加剂制作的油饼、油条、糕点、面包及饼干等食物。以吃油条为例，每根油条约含铝 10mg，每天吃两根，一个月就摄入铝 600mg，为正常人体中含铝量的 10 倍。自来水中的铝元素含量极微少，符合国家卫生安全标准，可以放心饮用。
 - ④ 常吃健脑食品和做健身活动。一方面可多食核桃仁、芝麻、绿豆等健脑食品；另一方面，为了预防老年性痴呆症，还应加强健脑锻炼，多看书报、多思考、常下棋、多与人交谈，多参加适合老年人的体育活动等等。

❖ 三、测定方法

☞ 1. 试样处理

- ❖ 将试样(不包括夹心、夹馅部分)粉碎均匀，取约 30g 置 85℃烘箱中干燥 4h，称取 1.000 ~2.000g，置于 100mL 锥形瓶中，加数粒玻璃珠，加 10~15mL 硝酸-高氯酸(5+1)混合液，盖好玻片盖，放置过夜，置电热板上缓缓加热至消化液无色透明，并出现大量高氯酸烟雾，取下锥形瓶，加入 0.5mL 硫酸，不加玻片盖，再置电热板上适当升高温度加热除去高氯酸，加 10~15mL 水，加热至沸，取下放冷后用水定容至 50mL，如果试样稀释倍数不同，应保证试样溶液中含 1%硫酸。同时做两个试剂空白。

❖ 2. 测定

☞ 吸取 0.0、0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、6.0mL 铝标准使用液(相当于含铝 0、0.5、1.0、2.0、4.0、6.0 μg)分别置于 25 mL 比色管中,依次向各管中加入 1mL1%硫酸溶液。吸取 1.0mL 消化好的试样液,置于 25mL 比色管中,向标准管、试样管、试剂空白管中依次加入 8.0mL 乙酸-乙酸钠缓冲液,1.0mL10g/L 抗坏血酸溶液,混匀,加 2.0mL0.2g/L 溴化十六烷基三甲胺溶液,混匀,再加 2.0mL0.5g/L 铬天青 S 溶液,摇匀后,用水稀释至刻度,室温放置 20min 后,用 1cm 比色杯,于分光光度计上,以零管调零点,于 640nm 波长处测其吸光度,绘制标准曲线比较定量。

❖ 4. 试剂

☞ 硫酸、6mol/L 盐酸、1%(体积分数)硫酸溶液、硝酸-高氯酸(5+1)、乙酸-乙酸钠溶液、0.5g/L 铬天青、0.2g/L 溴化十六烷基三甲胺溶液、10g/L 抗坏血酸溶液、铝标准溶液。

❖ 5. 仪器

☞ 分光光度计、食品粉碎机、电热板。

❖ 四、相关知识

☞ (一) 食品中铝含量测定——分光光度法原理

❖ 试样经处理后,三价铝离子在乙酸-乙酸钠缓冲介质中,与铬天青 S 及溴化十六烷基三甲胺反应形成蓝色三元络合物,于 640 nm 波长处测定吸光度并与标准比较定量。本法摘自 GB/T 5009.182-2003,适用于面制食品中铝的测定,最低检出限量为 0.5 μg 。

☞ (二) 注意事项

- ❖ 1. 铝标准储备液应贮存于聚乙烯瓶内,冰箱内保存。
- ❖ 2. 抗坏血酸溶液容易被氧化,应临用时现配。

☞ (三) 食品中铝含量限量

❖ 铝元素不是人体所需的微量元素,国家标准中规定食品中铝残留量不得超过 100mg/kg。

项目六:测定食品中的砷含量

❖ 一、案例

❖ 二、选用国家标准

☞ 现行有效:

☞ GB 5009.11-2014 食品中总砷及无机砷的测定——氢化物原子荧光光度法测定总砷。

❖ 三氧化二砷，俗称砒霜，分子式 As_2O_3 ，是最具商业价值的砷化合物及主要的砷化学开始物料。它也是最古老的毒物之一，无臭无味，外观为白色霜状粉末，故称砒霜。这是经某几种指定的矿物处理过程所产生的高毒性副产品，例如采金矿、高温蒸馏砷黄铁矿(毒砂)并冷凝其白烟等。

❖ 健康危害:主要影响神经系统和毛细血管通透性，对皮肤和粘膜有刺激作用。急性中毒:口服中毒出现恶心，呕吐，腹痛，大便有时混有血液，四肢痛性痉挛，少尿，无尿昏迷，抽搐，呼吸麻痹而死亡。可在急性中毒的1-3周内发生周围神经病。可发生中毒性心肌炎、肝炎。大量吸入亦可引起急性中毒，但消化道症状轻，指(趾)甲上出现 m 氏纹。慢性中毒:消化系统症状，肝肾损害，皮肤色素沉着、角化过度或疣状增生，以及多发性周围神经炎。可致肺癌、皮肤癌。

❖ 三、测定方法

☞ 1. 试样消解

❖ (1) 湿消解:

❖ 固体试样称样 1~2.5g，液体试样称样 5~10g (或 mL) (精确至 0.01g)，置入 50~100mL 锥形瓶中，同时做两份试剂空白，加硝酸 20~40mL，硫酸 1.25mL，摇匀后放置过夜，置于电热板上加热消解。若消解液处理至 10mL 左右时仍有未分解物质或色泽变深，取下放冷，补加硝酸 5~10mL，再消解至 10mL 左右观察，如此反复两三次，注意避免炭化，如仍不能消解完全，则加入高氯酸 1~2mL，继续加热至消解完全后，再持续蒸发至高氯酸的白烟散尽，硫酸的白烟开始冒出。冷却，加水 25mL，再蒸发至冒硫酸白烟，冷却，用水将内容物转入 25mL 容量瓶或比色管中，加入 50g/L 硫脲 2.5mL，补水至刻度并混匀，

备测。

❖ (2) 干法灰化:

❖ 2. 标准系列制备

☞ 取 25mL 容量瓶或比色管 6 支, 依次准确加入 $1 \mu\text{g/mL}$ 砷使用标准液 0.00、0.05、0.20、0.50、2.00、5.00mL (各相当于砷浓度 0、2.0、8.0、20.0、80.0、200.0ng/mL) 各加 (1+9) 硫酸 12.5mL, 50g/L 硫脲 2.5mL, 补加水至刻度, 混匀备测。

❖ 3. 测定

☞ (1) 仪器参考条件:

☞ (2) 浓度方式测量:

❖ 如直接测荧光强度, 则在开机并设定好仪器条件后, 预热稳定约 20min。按“B”键进入空白值测量状态, 连续用标准系列的“0”管进样, 待读数稳定后, 按空档键记录下空白值(即让仪器自动扣底)即可开始测量。先依次测标准系列(可不再测“0”管), 标准系列测完后应仔细清洗进样器(或更换一支), 并再用“0”管测试使读数基本回零后, 才能测试剂空白和试样, 每测不同的试样前都应清洗进样器, 记录(或打印)下测量数据。

☞ (3) 仪器自动方式:

❖ 5. 试剂

☞ 氢氧化钠溶液 (2g/L)、硼氢化钠 (NaBH_4) 溶液 (10g/L)、硫脲溶液 (50g/L)、硫酸溶液 (1+9)、氢氧化钠溶液 (100g/L)、砷标准溶液、湿消解试剂、干灰化试剂

❖ 6. 仪器

☞ 原子荧光光度计。

❖ 四、相关知识

☞ 食品中总砷含量测定——氢化物原子荧光光度法原理

❖ 食品试样经湿消解或干灰化后, 加入硫脲使五价砷预还原为三价砷, 再加入硼氢化钠或硼氢化钾使还原生成砷化氢, 由氩气载入石英原子化器中分解为原子态砷, 在特制砷空心阴

极灯的发射光激发下产生原子荧光,其荧光强度在固定条件下与被测液中的砷浓度成正比,与标准系列比较定量。

- ❖ 本法摘自 GB/T 5009.11-2003,适用于各类食品中总砷的测定,最低检出限量为 0.01mg/kg。

❖ 五、测定食品中总砷及无机砷的方法

❧ (一) 食品中砷含量限量

- ❖ 食品中总砷测定的方法包括电感耦合等离子体质谱法、氢化物原子荧光光度法、银盐法。
- ❖ 出自 GB 5009.11-2014,适用于各类食品砷的测定。

❧ (二) 银盐法测定总砷简介

❧ (三) 食品中无机砷的测定方法

项目七:测定食品中的氟

❖ 一、案例

❖ 二、选用国家标准

❧ 现行有效:

❧ GB/T 5009.18-2003 食品中氟的测定——扩散-氟试剂比色法。

- ❖ 氟对人体有伤害的。氟属于卤素的一价非金属元素,正常情况下氟气是一种浅黄绿色的、有强烈助燃性的、刺激性毒气,是已知的最强的氧化剂之一,元素符号 F。氟气为苍黄色气体,密度 1.69 克/升,熔点-219.62℃,沸点-188.14℃,化合价-1,氟的电负性最高,电离能为 17.422 电子伏特,是非金属中最活泼的元素,氧化能力很强,能与大多数含氢的化合物如水、氨和除氮、氟、氙外一切无论液态、固态、或气态的化学物质起反应。
- ❖ 氟气与水的反应很复杂,主要氟化氢和氧,以及少量的过氧化氢,二氟化氧和臭氧产生,也可在化合物中置换其他非金属元素。可以同所有的非金属和金属元素起猛烈的反应,生成氟化物,并发生燃烧。它有极强的腐蚀性和毒性,操作时应特别小心,切勿使它的液体或蒸气与皮肤和眼睛接触。
- ❖ 氟中毒是一种慢性全身性疾病,早期表现为疲乏无力、食欲不振、头晕、头痛、记忆力减退等症状。过量的氟进入人体后,主要沉积在牙齿和骨骼上,形成氟斑牙和氟骨症。氟斑牙在牙齿表面出现白色不透明的斑点,

斑点扩大后牙齿失去光泽，明显时呈黄色、黄褐色或黑褐色斑纹。严重者牙面出现浅窝或花样缺损，牙齿外形不完整，往往早期脱落。氟骨症表现为腰腿痛、关节僵硬、骨骼变形、下肢弯曲、驼背，甚至瘫痪。妇女因骨盆变形而造成难产。氟中毒没有特效药治疗。最好的防治措施是改水源。含氟量较高的水也可用化学药物（如硫酸铝、活性炭等）除氟。另外，可服氟宁片，每日2次，每次1片，30天为一疗程，有促进机体排氟作用。

❖ 三、测定方法

❖ 1. 试样处理

- ❖ (1) 谷类试样：稻谷去壳，其他粮食除去可见杂质，取有代表性试样50~100g，粉碎，过40目筛。
- ❖ (2) 蔬菜、水果：取可食部分，洗净、晾干、切碎、混匀，称取100~200g试样，80℃鼓风干燥粉碎，过40目筛，结果以鲜重表示，同时要测水分。
- ❖ (3) 特殊试样：称取研碎的试样1.00~2.00g于坩埚(镍、银、瓷等)内，加4mL硝酸镁溶液(100g/L)，加氢氧化钠溶液(100g/L)使呈碱性，混匀后浸泡0.5h，将试样中的氟固定，然后在水浴上挥干，再加热炭化至不冒烟，再于600℃马弗炉内灰化6h，待灰化完全，取出放冷，取灰分进行扩散。

❖ 2. 测定

- ❖ (1) 取塑料盒若干个，分别于盒盖中央加0.2mL氢氧化钠-无水乙醇溶液(40g/L)，在圈内均匀涂布，于55±1℃恒温箱中烘干，形成一层薄膜，取出备用，或把滤纸片贴于盒内。
- ❖ (2) 称取1.00~2.00g处理后的试样于塑料盒内，加4mL水，使试样均匀分布，不能结块，加4mL硫酸银-硫酸溶液(20g/L)，立即盖紧，轻轻摇匀。如试样经灰化处理，则先将灰分全部移入塑料盒内，用4mL水分数次将坩埚洗净，洗液均倒入塑料盒内，并使灰分均匀分散，如坩埚还未完全洗净，可加4mL硫酸银-硫酸溶液(20g/L)于坩埚内继续洗涤，将洗液倒入塑料盒内，立即盖紧，轻轻摇匀，

置 55 ± 1℃ 恒温箱内保温 20h。

- ❖ (3) 分别于塑料盒内加 0.0、0.2、0.4、0.8、1.2、1.6 mL 氟标准使用液(相当 0.0、1.0、2.0、4.0、6.0、8.0 μg 氟)，补加水至 4mL，各加 4mL 硫酸银-硫酸溶液(20g/L)，立即盖紧，轻轻摇匀(切勿将酸溅在盖上)，置恒温箱内保温 20h。
- ❖ (4) 将盒取出，取下盒盖，分别用 20mL 水，少量多次地将盒盖内氢氧化钠薄膜溶解，用滴管小心完全地移入 100mL 分液漏斗中。
- ❖ (5) 分别于分液漏斗中加 3 mL 茜素氨羧络合剂溶液，3.0mL 缓冲液，8.0mL 丙酮，3.0 mL 硝酸镧溶液，13.0mL 水，混匀，放置 10min，各加入 10.0mL 二乙基苯胺-异戊醇(5+100)溶液，振摇 2min，待分层后，弃去水层，分出有机层，并用滤纸过滤于 10mL 带塞比色管中。
- ❖ (6) 用 1cm 比色杯于 580nm 波长处以标准零管调节零点，测吸光值绘制标准曲线，试样吸光值与曲线比较求得含量。

❖ 4. 试剂

- ❖ 丙酮、硫酸银-硫酸溶液(20g/L)、氢氧化钠-无水乙醇溶液(40g/L)、乙酸溶液(1mol/L)、茜素氨羧络合剂溶液、乙酸钠溶液(250g/L)、硝酸镧溶液、缓冲液(pH4.7)、二乙基苯胺-异戊醇溶液(5+100)、硝酸镁溶液(100g/L)、氢氧化钠溶液(40g/L)、氟标准溶液。

❖ 5. 仪器

- ❖ 塑料扩散盒、恒温箱、可见分光光度计、酸度计、马弗炉。

❖ 四、相关知识

- ❖ (一) 食品中氟含量测定——扩散-氟试剂比色法原理
- ❖ 食品中氟化物在扩散盒内与酸作用，产生氟化氢气体，经扩散被氢氧化钠吸收。氟离子与镧(III)、氟试剂(茜素氨羧络合剂)在适宜 pH 下生成蓝色三元络合物，颜色随氟离子浓度的增大而加深，用或不用含胺类有机溶剂提取，与标准系列比较定量。本法摘自 GB/T 5009.18-2003，适用于各类食品中氟的测定，最低检出限量为 0.10mg/kg。
- ❖ (二) 注意事项
- ❖ 1. 本方法全部试剂贮存于聚乙烯塑料瓶中。

- ❖ 2. 茜素氨羧络合剂溶液、硝酸镧溶液、氟标准储备液、氟标准使用液应在冰箱中保存。
- ❖ 3. 被测溶液的 pH 值对氟离子活度和浓度有一定影响。通常在氟化物含量较低时，理想的 pH 范围为 5~6 之间。
- ❖ 4. 离子强度调节缓冲液的作用是：消除由于各离子浓度与活度之间的差异而引起的误差；防止 $[\text{OH}^-]$ 对测定的干扰；离子强度调节缓冲液中的柠檬酸盐，能络合被测溶液中的铝和铁，使氟离子从铁、铝的络合物中释放出来。
- ❖ 五、测定食品中氟的方法
 - ❖ （一）食品中氟的限量
 - ❖ 食品中氟测定方法包括扩散-氟试剂比色法、灰化蒸馏-氟试剂比色法、氟离子选择电极法，均出自 GB/T5009.18-2003，适用于各类食品中氟的测定。
 - ❖ （二）氟离子选择电极法简介
- ❖ 思考题
 - ❖ 1. 用二硫腈比色法测定食品中的铅时干扰因素有哪些，如何消除？
 - ❖ 2. 简述荧光光度法测定食品中汞的原理和操作要点。
 - ❖ 3. 试比较几种汞含量测定方法的异同点。
 - ❖ 4. 简述石墨炉原子吸收光谱法测定食品中镉含量的原理和操作要点。
 - ❖ 5. 简述示波极谱法测铬含量时，试样制备要点。
 - ❖ 6. 砷的测定主要有哪些方法？砷斑法的基本原理是什么？

授课日期	第十八周	教案编号	13
课程名称	食品分析	专业班级	分检技术 241/242/3+证书 241
教材名称	食品分析与检验技术		
授课题目	任务十三 测定食品中农药及药物残留		
授课学时	2节(√); 3节(); 其它()		
课 型	理论(√); 实验(); 见习(); 实训(); 其它()		
教学目的	<ul style="list-style-type: none"> ❖ 1. 了解农药及农药残留, 兽药及兽药残留在食品中允许残留标准。 ❖ 2. 明确食品中农药及药物残留检测原理。 		
教学重点	明确食品中农药及药物残留检测原理。		
教学难点	明确食品中农药及药物残留检测原理。		
教学方法	讲授(√); 讨论(√); 指导(); 示教(); 其它()		
电子教案	有(√)	Microsoft PowerPoint(); Author ware(); 其它()	
	无()		
教学资源	多媒体(√); 模型(); 标本(); 实物(); 音像(); 其它()		
教学过程 时间安排	项目一: 测定蔬菜和水果中有机磷类农药残留(15min) 项目二: 测定食品中有机氯和拟除虫菊酯农药残留(15min) 项目三: 测定植物性食物中氨基甲酸酯类农药残留(15min)		
思考题	1. 简述有机磷农药残留的测定原理、步骤。 2. 简述有机氯、拟除虫菊酯农药残留的测定原理、步骤。 3. 氨基甲酸酯类农药残留测定方法有哪些?		
作 业			
教学后记			

任务十三 测定食品中农药及药物残留

项目一：测定蔬菜和水果中有机磷类农药残留

❖ 一、案例

❖ 二、选用标准

☞ NY/T 761-2008 蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定。

❖ 三、测定方法

☞ 1. 试样制备

☞ 取不少于 1kg 蔬菜水果样品，取可食部分，用干净纱布轻轻擦去试样表面的附着物，经缩分后，将其切碎，充分混合放入食品加工器粉碎，制成待测样，放入分装容器中，于-20~-16℃条件下保存，备用。

☞ 提取与净化

❖ (1)提取:准确称取 25.0g 试样放入匀浆机中,加入 50.0mL 乙腈,在匀浆机中高速匀浆 2min 后用滤纸过滤,滤液收集到装有 5~7g 氯化钠的 100ml 具塞量筒中,收集滤液 40~50mL,盖上塞子,剧烈震荡 1min,在室温下静置 30min,使乙腈相和水分层。

❖ (2)净化:从具塞量筒中吸取 10.00mL 乙腈溶液,放入 150mL 烧杯中,将烧杯放在 80℃ 水浴锅上加热,杯内缓缓通入氮气或空气流,蒸发近干,加入 2.0mL 丙酮,盖上铝箔,备用。

❖ 将上述备用液完全转移至 15mL 刻度离心管中,再用约 3mL 丙酮分三次冲洗烧杯,并转移至离心管,最后定容至 5.0mL,在旋涡混合器上混匀,分别移入两个 2mL 自动进样瓶中,供色谱测定。如定容后的样品溶液过于浑浊,应用 0.2 μm 滤膜过滤后再进行测定。

❖ 4、结果表述

☞ (1) 定性分析

❖ 双柱测得样品溶液中未知组分的保留时间 (RT) 分别与标准溶液在同一色谱柱上的保留时间 (RT) 相比较,如果样品溶液中某组分的两组保留时间与标准溶液中某一农药的两组

保留时间相差都在士 0.05min 内的可认定为该农药。

❖ 5. 试剂

☞ 乙腈、丙酮、氯化钠、滤膜（0.2 μm，有机溶剂膜）、铝箔、农药标准品、单一农药标准溶液、农药混合标准液。

❖ 6. 仪器

☞ 气相色谱仪、食品加工器、旋涡混合器、匀浆机、氮吹仪、其他常用仪器设备。

❖ 四、相关知识

☞ 食品中有机磷农药残留测定——气相色谱法原理。

试样中有机磷类农药经乙腈提取，提取液经过滤、浓缩后，用丙酮定容，用双自动进样器同时注入气相色谱仪的两个进样口，农药组分经不同极性的两根毛细管柱分离，火焰光度检测器（FPD 磷滤光片）检测，用双柱的保留时间定性，外标法定量。本法摘自 NY/T 761-2008 蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定，适用于蔬菜和水果中甲胺磷等 54 种有机磷农药残留量的测定，最低检出限量为 0.01~0.3mg/kg

❖ 五、测定食品中有机磷的方法

☞ （一）食品中有机磷农药的限量

☞ （二）食品中有机磷农药检测方法

❖ 1. 色谱法：GB/T 5009.207-2008《糙米中 50 种有机磷农药残留量的测定》、GB/T5009.161-2003《动物性食品中有机磷农药多组分残留量的测定》、GB/T5009.145-2003《植物性食品中有机磷和氨基甲酸酯类农药多种残留的测定》。

❖ 2. 酶抑制法：GB/T5009.199-2003《蔬菜中有机磷和氨基甲酸酯类农药残留量的快速检测》，GB/T18626-2002《肉中有机磷及氨基甲酸酯农药残留量的简易检验方法》和 GB/T18625-2002《茶中有机磷及氨基甲酸酯农药残留量的简易检验方法》等。

项目二：测定食品中有机氯和拟除虫菊酯农药残留

❖ 一、案例

❖ 二、选用的国家标准

☞ GB/T 5009.146-2008 植物性食品中有机氯和拟除虫菊酯类农药多种残留量的测定——粮食、蔬菜中 16 种有机氯和拟除虫菊酯农药残留量的测定。

❖ 三、测定方法

☞ 1. 试样制备与提取

☞ 取粮食试样经粮食粉碎机粉碎，过 20 目筛制成粮食试样。

❖ (1) 蔬菜试样：擦净去掉非可食部分后备用。称取 20g 蔬菜试样。置于组织捣碎机中，加入 30mL 丙酮和 30mL 石油醚，于捣碎机上捣碎 2min，捣碎液经抽滤，滤液移入 250mL 分液漏斗中，加入 100mL 2% 硫酸钠水溶液，充分摇匀，静置分层，将下层溶液转移到另一 250mL 分液漏斗中，用 2×20mL 石油醚萃取，合并三次萃取的石油醚层，过无水硫酸钠，于旋转蒸发仪上浓缩至 10mL。

❖ (2) 粮食试样：称取 10g 粮食试样，置于 100mL 具塞三角瓶中，加入 20mL 石油醚，于振荡器上振摇 0.5h。

❖ 2. 净化与浓缩

☞ (1) 层析柱的制备：

❖ 玻璃层析柱中先加入 1cm 高无水硫酸钠，再加入 5g 5% 水脱活弗罗里硅土，最后加入 1cm 高无水硫酸钠，轻轻敲实，用 20mL 石油醚淋洗净化柱，弃去淋洗液，柱面要留有少量液体。

☞ (2) 净化与浓缩：

❖ 准确吸取试样提取液 2mL，加入已淋洗过的净化柱中，用 100mL 石油醚-乙酸乙酯 (95+5) 洗脱，收集洗脱液于蒸馏瓶中，于旋转蒸发仪上浓缩近干，用少量石油醚多次溶解残渣于刻度离心管中，最终定容至 1.0mL，供气相色谱分析。

❖ 3. 测定

☞ (1) 气相色谱参考条件

❖ ① 色谱柱：石英弹性毛细管柱，0.25mm (内径) × 15m，内涂有 OV-101 固定液。

- ❖ ②气体流速:氮气 40mL/min,尾吹气 60mL/min,分流比 1:50。
- ❖ ③温度:柱温自 180℃升至 230℃保持 30min;检测器、进样口温度 250℃。

☞ (2) 色谱分析

吸收 1 μL 试样注入气相色谱仪,记录色谱峰的保留时间和峰高,再吸收 1 μL 混合标准使用液进样,记录色谱峰的保留时间和峰高,根据组分在色谱上的出峰时间与标准组分比较定性,用外标法与标准组分比较定量。

❖ 5. 试剂

☞ 石油醚、苯、丙酮、乙酸乙酯、无水硫酸钠、弗罗里硅土、农药标准品

❖ 6. 仪器

☞ 气相色谱仪、电动振荡器、组织捣碎机、旋转蒸发仪、过滤器具、具塞三角瓶、分液漏斗、层析柱。

❖ 四、相关知识

☞ 植物性食品中有机氯和拟除虫菊酯类农药多种残留量的测定——气相色谱法原理。

- ❖ 试样中有机氯和拟除虫菊酯农药用石油醚、丙酮等有机溶剂提取,经液液分配及弗罗里硅土层析净化除去干扰物质,用附有电子捕获检测器的气相色谱仪检测,根据色谱峰的保留时间定性,外标法定量。本法摘自 GB/T 5009.146-2008 植物性食品中有机氯和拟除虫菊酯类农药多种残留量的测定,对粮食、蔬菜中 16 种有机氯和拟除虫菊酯农药残留量进行测定。

❖ 五、测定食品中有机氯农药的方法

☞ (一) 食品中有机氯农药的限量

☞ (二) 食品中有机氯农药和拟除虫菊酯农药残留的方法

- ❖ 1. GB/T 5009.19-2008《食品中有机氯农药多组分残留量的测定》
- ❖ 2. GB/T 5009.162—2008《动物性食品中有机氯农药和拟除虫菊酯农药多组分残留量的测定》

- ❖ 3. NYT761-2008《蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定》

项目三：测定植物性食物中氨基甲酸酯类农药残留

- ❖ 一、案例

- ❖ 二、选用国家标准

- ❖ GB/T5009.145-2003 植物性食品中有机磷和氨基甲酸酯类农药多种残留的测定。

- ❖ 三、测定方法

- ❖ 1. 试样制备

- ❖ 粮食经粉碎机粉碎，过 20 目筛即可，蔬菜擦去表层泥水，取可食部分匀浆即可。

- ❖ 2. 提取

- ❖ (1) 蔬菜

- ❖ 方法一：称取 10g 试样于三角瓶中，加入与试样含水量之和为 10g 的水和 20mL 丙酮，振荡 30min，抽滤，取 20mL 滤液于分液漏斗中。

- ❖ 方法二：称取 5g 试样（视试样中农药残留量而定），置于 50mL 离心管中，加入与试样含水量之和为 5g 的水和 10mL 丙酮，置于超声波清洗器中，超声提取 10min 在 5000r/min 离心转速下离心使蔬菜沉降，用移液管吸取上清液 10mL 于分液漏斗中。

- ❖ (2) 粮食：称取 20g 试样于三角瓶中，加入 5g 无水硫酸钠和 100mL 丙酮，振荡 30min 提取，过滤后取滤液 50mL 于分液漏斗中。

- ❖ 3. 净化

- ❖ 向方法一分液漏斗中加入 40mL 凝结液和 1g 助滤剂 celite545，或向方法二分液漏斗中加入 20mL 凝结液和 1g 助滤剂 celite545，轻摇后放置 5min，经两层滤布的布氏漏斗抽滤，并用少量凝结液洗涤分液漏斗和布氏漏斗，将滤液移至分液漏斗，加入 3g 氯化钠，依次用 50、50、30mL 二氯甲烷提取，合并三次提取液，

❖ 8. 仪器

☞ 组织捣碎机、离心机、超声波清洗器、旋转蒸发仪、气象色谱仪。

❖ 四、相关知识

☞ 植物性食品中有机磷和氨基甲酸酯类农药多种残留测定——气相色谱法原理。

❖ 试样中有机磷和氨基甲酸酯类农药用有机溶剂提取，再经液液分配，微型柱净化等步骤除去干扰物，用氮磷检测器(FTD)检测，根据色谱峰的保留时间定性，外标法定量。

☞ 本方法摘自 GB/T5009.145-2003，适用于使用过有机磷及氨基甲酸酯类农药的粮食、蔬菜等作物的残留量分析。

❖ 五、测定食品中氨基甲酸酯类农药的方法

☞ (一) 食品中氨基甲酸酯类农药限量

☞ (二) 测定氨基甲酸酯类农药残留的方法

❖ 1. NYT 1679-2009《植物性食品中氨基甲酸酯类农药残留的测定液相色谱-串联质谱法》。

❖ 2. SN/T2085-2008《进出口粮谷中多种氨基甲酸酯类农药残留量检测方法-液相色谱串联质谱法》。

❖ 3. GB/T21132-2007《烟草及烟草制品二硫代氨基甲酸酯农药残留量的测定-分子吸收光度法》。

❖ 4. GB/T18630-2002《蔬菜中有机磷及氨基甲酸酯农药残留量的简易检验方法-酶抑制法》

❖ 5. GB/T18626-2002《肉中有机磷及氨基甲酸酯农药残留量的简易检验方法-酶抑制法》。

❖ (三) 蔬菜中有机磷和氨基甲酸酯类农药残留的定性检测

☞ 胆碱酯酶可催化靛酚乙酸酯(红色)水解为乙酸与靛酚(蓝色)，有机磷或氨基甲酸酯类农药对胆碱酯酶有抑制作用，使催化、水解、变色的过程发生改变，由此判断出样品中是否有高剂量的有机磷或氨基甲酸酯类农药做定性检测。

☞ 本法摘自 GB/T5009.199-2003 蔬菜中有机磷和氨基甲酸酯类农药残留量的快速检测，适用于蔬菜中有机磷和氨基甲酸酯类农

药残留量的快速筛选测定。

❖ 1. 测定方法

☞ (1) 整体测定法：选取有代表性的蔬菜样品，擦去表面泥土，剪成 1cm 见方碎片，取 5g 放入带盖瓶中，加入 10mL 缓冲溶液，振荡 50 次，放置 2min 以上。

❖ 取一片速测卡，用白色药片沾取提取液，放置 10min 以上进行预反应，有条件时放在 37℃ 恒温装置中 10min，预反应后的药片表面必须保持湿润。将速测卡对折，用手捏 3min 或用恒温装置 3min，使红色药片与白色药片叠合发生反应。每批测定设一个缓冲液的空白对照卡。

☞ (2) 表面测定法（粗筛法）：擦去蔬菜表面泥土，滴 2~3 滴缓冲溶液在蔬菜表面，用另一片蔬菜在滴液处轻轻摩擦。取一片速测卡，将蔬菜上的液滴滴在白色药片上。放置 10min 以上进行预反应，有条件时放在 37℃ 恒温装置中 10min，预反应后的药片表面必须保持湿润。将速测卡对折，用手捏 3min 或用恒温装置 3min，使红色药片与白色药片叠合发生反应。每批测定设一个缓冲液的空白对照卡。

❖ 2. 结果判定

☞ 结果以酶被有机磷或氨基甲酸酯类农药抑制（为阳性），未抑制（为阴性）表示。白色药片不变色或略有浅蓝色为阳性结果。白色药片变为天蓝色或与空白对照卡相同，为阴性结果。阳性结果样品可以用其它方法进一步确定具体农药品种和含量。

❖ 3. 注意事项

☞ (1) 韭菜、生姜、葱、蒜、辣椒、胡萝卜等蔬菜中，含有破坏酶活性或使蓝色产物褪色的物质，处理这类样品时不要剪得太碎，浸提时间不要过长，必要时可用整株蔬菜浸提的方法。

☞ (2) 当温度低于 37℃，酶反应速度放慢，药片加液后放置反应的时间应相对延长，延长时间以空白对照卡用手捏 3min 时可变色为准。

☞ (3) 空白卡如果不变色原因一是由于药片表面缓冲溶液过少，药

片表面不够湿润，二是由于温度太低。

- ☞ (4) 白色和红色药片叠合时间以 3min 为准，3min 后蓝色会逐渐加深，24h 后颜色会逐渐褪去。

授课日期	第十七周	教案编号	14
课程名称	食品分析	专业班级	分检技术 241/242/3+证书 241
教材名称	食品分析与检验技术		
授课题目	任务十四 测定食品中毒素（天然毒素）和激素		
授课学时	2节（√）；3节（ ）；其它（ ）		
课 型	理论（√）；实验（ ）；见习（ ）；实训（ ）；其它（ ）		
教学目的	❖ 明确食品中毒素和激素的测定原理。		
教学重点	☞ 明确食品中毒素和激素的测定原理。		
教学难点	☞ 明确食品中毒素和激素的测定原理		
教学方法	讲授（√）；讨论（√）；指导（ ）；示教（ ）；其它（ ）		
电子教案	有（√）	Microsoft PowerPoint（ ）；Author ware（ ）；其它（ ）	
	无（ ）		
教学资源	多媒体（√）；模型（ ）；标本（ ）；实物（ ）；音像（ ）；其它（ ）		
教学过程 时间安排	项目一：测定贝类食品中麻痹性贝类毒素(10min) 项目二：测定食品中的黄曲霉毒素(10min) 项目三：测定食品中盐酸克伦特罗的含量(15min) 项目四：测定食品中的己烯雌酚(10min)		
思 考 题	1. 如何提取贝类产品中的贝类毒素？ 2. 简述生物法测定贝类产品中麻痹性贝类毒素原理。检测中是如何定量的？ 3. 简述薄层色谱法测定花生中黄曲霉毒素的提取过程。 4. 高效液相色谱法测定动物性食品中克伦特罗残留量原理方法是什么？ 5. 鸡肉中的己烯雌酚残留是如何提取和净化的？ 6. 动物食品中己烯雌酚残留采用什么方法测定？		
作 业			
教学后记			

任务十四 测定食品中毒素（天然毒素）和激素

项目一：测定贝类食品中麻痹性贝类毒素

❖ 一、案例

❖ 二、选用的国家标准

☞ GB/T5009.213-2008 贝类中麻痹性贝类毒素的测定。

❖ 三、测定方法

☞ 1. 试样制备

❖ (1) 牡蛎、蛤、贻贝、扇贝等：用清水洗净贝类外壳，切断闭壳肌，开壳，用清水淋洗内部，除去泥沙及其它外来杂质，仔细取出贝肉，勿割破肉体，开壳前不用麻醉剂或加热。收集约 200g 肉沥水 5min，避免贝肉堆积，捡出碎壳等杂物，贝肉均质。

❖ (2) 冷冻贝类：室温下将样品自然融化，其余操作同上。

❖ (3) 贝类罐头：将罐内所有内容物（包括贝肉和汁液）倒入均质器中均质，大容量罐头可以过滤贝肉，分别称重，然后将固形物和汁液按比例混匀，充分均质。

❖ (4) 干贝类：等体积 0.18mol/L 盐酸溶液浸泡 24~48h(4℃ 冷藏)，按照上法沥干，分别存放贝肉和酸液备用。

❖ 2. 保存

☞ 样品不能及时送检，可以取 200g 样品用 200mL 0.18mol/L 盐酸浸泡，4℃ 冷藏保存。

❖ 3. 麻痹性贝类毒素(PSP)标准品对照试验

❖ 4. 试样提取

☞ (1) 将 100g 处理后样品于 800mL 烧杯中，加 0.18mol/L HCl 溶液 100mL，充分搅拌，均质，调 pH 于 2.0~4.0，需要时可以用 5mol/L HCl 或 0.1mol/L NaOH 逐滴滴加，并不断搅拌，防止毒素破坏。

☞ (2) 混合物加热，徐徐煮沸 5min，室温冷却后倒入 200mL 量筒中，调 pH 于 2.0~4.0，pH 勿大于 4.5 稀释至 200mL。

☞ (3) 混合物倒回烧杯中，搅拌均匀，自然沉降至上清液半透明，

不阻塞针头为止，必要时可以用 3000r/min 离心上清液或混合物 5min。

❖ 5. 小鼠试验

- ❧ (1) 取 19.0~21.0g 健康雄性小鼠 6 只，称重并记录重量，分空白组和实验组，每组 3 只。
- ❧ (2) 对每只实验组小鼠腹腔注射 1mL 提取液，注射时若有一滴以上提取液逸出，须将该小鼠丢弃，并重新注射 1 只小鼠。
- ❧ (3) 记录注射完毕时间，仔细观察并用秒表记录小鼠停止呼吸时的死亡时间（到小鼠呼出最后一口气时）。
- ❧ (4) 若小鼠死亡时间小于 5min 则要稀释样品提取液后，注射另一组 3 只小鼠，得到 5~7min 的死亡时间，稀释提取液时，要逐滴加入 0.1mol/L 或 0.01mol/L HCl，调节 pH 至 2.0~4.0。注射样品后，有 1 只或 2 只小鼠的死亡时间大于 7min，则需要注射至少 3 只小鼠以确定样品的毒力。

❖ 6. 结果计算与判断

- ❧ (1) 待测样品校正鼠单位 (CMU) 确定：
 - ❖ 根据待测样品的小鼠死亡时间，在表 14-1PSP 死亡时间-鼠单位的关系，查出相应的鼠单位；再根据小鼠的质量，在表 14-2 小鼠体重校正表中查出质量校正系数，同一只小鼠的鼠单位 (MU) 与质量校正系数之积，即该小鼠的 CMU。受试组 3 只小鼠 CMU 的中位数受试组中位数。

❖ (2) PSP 的计算与结果陈述：

❧ ①PSP 结果计算：

$$❖ X = CMU_1 \times CF \times DF \times 200$$

❖ 式中

❖ X ——每 100g 样品中 PSP 的含量， $\mu\text{g}/100\text{g}$ ；

❖ CMU_1 ——检测样品受试组小鼠的中位数校正鼠单位

❖ CF ——毒素转换系数；

❖ DF ——稀释倍数；

❖ 200——样品提取液体积，mL。

☞ ②PSP 毒力结果表述：

❖ 若空白对照组小鼠正常，则报告待测样品中 PSP 含量为： $\times \times \times \mu\text{g}/100\text{g}$ 。

❖ (3) MU 毒力的计算与结果陈述：

☞ ①MU 毒力计算：

❖ $Y = \text{CMU}_1 \times \text{DF} \times 200$

❖ Y ——每 100g 样品的 MU 值，MU/100g；

❖ 其余同上式

☞ ②MU 毒力与结果表述：

❖ 空白组正常情况下表述如下：

❖ 若小鼠死亡时间大于 60min，则待测样品的鼠单位即小于 0.875MU/g。

❖ 若小鼠死亡时间小于 5min，则应对样品提取液稀释后，注射另一组 3 只小鼠，得到中位数死亡时间在 5~7min 为止，根据最后的稀释实验结果计算样品的鼠单位毒力，报告该样品的鼠单位为 $\times \times \times \text{MU}/100\text{g}$ 。

❖ 若实验组中位数死亡时间大于 7min，则直接计算确定样品鼠单位毒力，报告该样品的鼠单位为 $\times \times \times \text{MU}/100\text{g}$ 。

❖ 若实验组中所有小鼠在 15min 内无死亡，则报告该样品鼠单位小于 400 MU/100g。

❖ 7. 试剂

☞ (1) 0.18mol/L 盐酸：15mL 浓盐酸稀释至 1L。

☞ (2) 5mol/L 盐酸：41.7mL 浓盐酸稀释至 100mL。

☞ (3) 0.1mol/L 氢氧化钠溶液：4.0g 氢氧化钠溶于 1L 水。

☞ (4) PSP 毒素 (saxitoxin) 标准溶液 (10 $\mu\text{g}/\text{mL}$)：20%乙醇溶液，用 5mol/L 盐酸调节 pH 至 2.0~4.0 之间，用该液配制 PSP 标准溶液。

☞ (5) 小鼠：体重在 19~21g 雄性小鼠。

☞ (6) 蒸馏水 (pH 为 3)：用盐酸调。

❖ 8. 仪器

- ❧ (1) 均质器。
- ❧ (2) 离心机。
- ❧ (3) 天平。
- ❧ (4) 注射器。
- ❧ (5) 电炉。
- ❧ (6) 秒表。
- ❧ (7) 玻璃器皿。

❖ 四、相关知识

❧ (一) 贝类中麻痹性贝类毒素的测定——生物法原理

- ❖ 根据小鼠注射贝类提取液后死亡的时间，查出鼠单位，并按小鼠体重，查表校正鼠单位，计算确定每 100g 贝类肉内的 PSP 含量，所测结果代表存在于该贝肉内各种化学结构的 PSP 总量。
- ❖ 本法摘自 GB/T5009.213-2008，适用于贝类及其制品中 PSP 检测。

❧ (二) 注意事项

- ❖ 1. 鼠单位 (MU)：对体重 20g 的雄性小鼠腹腔注射 1mL 麻痹性贝类毒素提取液，使其在 15min 内死亡所需最小毒素量。
- ❖ 2. 毒素对人体有害，应该在有保护情况下进行操作，所用玻璃实验室仪器应该用 5%次氯酸钠溶液浸泡 1h，使毒素分解；废弃提取液也需用 5%次氯酸钠处理。
- ❖ 3. PSP 死亡时间与 MU 的关系表

❖ 五、测定食品中麻痹性贝类毒素的方法

❧ (一) 进出口贝类中麻痹性贝类毒素检测方法

- ❖ 本法摘 SN/T1773-2006 酶联免疫吸附试验法测定贝类中麻痹性贝类毒素，适用于双壳类贝肉、贝柱和其他可食用部分麻痹性贝类毒素的筛选检测。

❧ (二) 高效液相色谱法测定贝类产品中麻痹性贝类毒素

- ❖ 本法摘自 SN/T1735-2006 进出口贝类产品中麻痹性贝类毒素检验方法，适用于贝类产品中麻痹性贝类毒素的检验。

项目二 测定食品中的黄曲霉毒素

❖ 一、案例

❖ 二、选用国家标准

☞ GB/T 5009.22-2003 食品中黄曲霉毒素 B1 的测定——薄层色谱法。

❖ 三、测定方法

☞ 1. 取样

- ❖ 试样中污染黄曲霉毒素 B1 高的霉粒一粒左右可以测定结果。由于有毒霉粒的比例小，且分布不均匀，为避免取样带来的误差，应大量取样，并将该大量试样粉碎，混合均匀，才有可能得到确能代表一批试样的相对可靠的结果，因此采样应注意以下几点：

- ❖ (1) 根据规定采取有代表性试样。
- ❖ (2) 对局部发霉变质的试样检验时，应单独取样。
- ❖ (3) 每份分析测定用的试样应从大样经粗碎与连续多次用四分法缩减至 0.5~1kg，然后全部粉碎。

❖ 2. 提取

☞ (1) 玉米、大米、麦类、面粉、薯干、豆类、花生、花生酱等。

- ❖ 甲法：称取 20.00g 粉碎过筛试样（面粉、花生酱不需粉碎），置于 250mL 具塞锥形瓶中，加 30mL 正己烷或石油醚和 100mL 甲醇水溶液，在瓶塞上涂上一层水，盖严防漏。振荡 30min，静置片刻，以叠成折叠式的快速定性滤纸过滤于分液漏斗中，待下层甲醇水溶液分清后，放出甲醇水溶液于另一具塞锥形瓶内。取 20.00mL 甲醇水溶液（相当于 4g 试样）置于另一 125mL 分液漏斗中，加 20mL 三氯甲烷，振摇 2min，静置分层，如出现乳化现象可滴加甲醇促使分层。放出三氯甲烷层，经盛有约 10g 预先用三氯甲烷润湿的无水硫酸钠的定量慢速滤纸过滤于 50mL 蒸发皿中，再加 5mL 三氯甲烷于分液漏斗中，重复振摇提取，三氯甲烷层一并滤于蒸发皿中，

最后用少量洗过滤器，洗液并于蒸发皿中。将蒸发皿放在通风柜于 65℃ 水浴上通风挥干，然后放在冰盒上冷却 2~3min 后，准确加入 1mL 苯-乙腈混合液（或将三氯甲烷用浓缩蒸馏器减压吹气蒸干后，准确加入 1mL 苯-乙腈混合液）。用带橡胶皮头的滴定管的管尖将残渣充分混合，若有苯的结晶析出，将蒸发皿从冰盒上取出，继续溶解、混合，晶体即消失，再用此滴管吸取上清液转移于 2mL 具塞试管中。

❖ 乙法（限于玉米、大米、小麦及其制品）：

- ❧ (2) 花生油、香油、菜油等：
- ❧ (3) 酱油、醋。
- ❧ (4) 干酱类（包括豆豉、腐乳制品）。
- ❧ (5) 发酵酒类：

❖ 3. 测定

❧ (1) 单向展开法

❖ ①薄层板的制备：称取约 3g 硅胶 G，加相当于硅胶量 2~3 倍左右的水，用力研磨 1~2min 至成糊状后立即倒于涂布器内，推成 5cm×20cm，厚度约为 0.25mm 的薄层板三块。在空气中干燥约 15min 后，在 100℃ 活化 2h，取出，放干燥器中保存。一般可保存 2 天~3 天，若放置时间较长，可再活化后使用。

❖ ②点样：

❧ 将薄层板边缘附着的吸附剂刮净，在距薄层板下端 3cm 的基线上用微量注射器或血色素吸管滴加样液。一块板可滴加 4 个点，点距边缘和点间距约为 1cm，点直径约为 3mm。在同一块板上滴加的大小应一致，滴加时可用吹风机用冷风边吹边加。滴加样式如下：

- ❧ 第一点：10 μ L 黄曲霉毒素 B1 标准使用液（0.04 μ g/mL）。
- ❧ 第二点：20 μ L 样液。
- ❧ 第三点：20 μ L 样液+10 μ L 0.04 μ g/mL 黄曲霉毒素 B1 标准使用液。
- ❧ 第四点：20 μ L 样液+10 μ L 0.2 μ g/mL 黄曲霉毒素 B1 标准使用液。

❖ ③展开与观察：

- ☞ 在展开槽内加 10mL 无水乙醚，预展 12cm，取出挥干。再于另一展开槽内加 10mL 丙酮-三氯甲烷（8+92），展开 10~12cm，取出。在紫外光下观察结果，方法如下。
- ☞ 由于样液点上加滴黄曲霉毒素 B1 标准使用液，可使黄曲霉毒素 B1 标准点与样液中的黄曲霉毒素 B1 荧光点重叠。如样液为阴性，薄层板上的第三点中黄曲霉毒素 B1 为 $0.0004 \mu\text{g}$ ，可用作检查在样液内黄曲霉毒素 B1 最低检出量是否正常出现；如为阳性，则起定性作用。薄层板上的第四点中黄曲霉毒素 B1 为 $0.002 \mu\text{g}$ ，主要起定位作用。
- ☞ 若第二点在与黄曲霉毒素标准点的相应位置上无蓝紫色荧光点，表示试样中黄曲霉毒素 B1 含量在 $5 \mu\text{g}/\text{kg}$ 以下；如在相应位置上有蓝紫色荧光点，则需进行确证试验。

❖ ④确证试验：

- ☞ 为了证实薄层板上样液荧光系由黄曲霉毒素 B1 产生的，加滴三氟乙酸，产生黄曲霉毒素 B1 的衍生物，展开后此衍生物的比移值约在 0.1 左右。于薄层板左边依次滴加两个点。
- ☞ 第一点： $0.04 \mu\text{g}/\text{mL}$ 黄曲霉毒素 B1 标准使用液 $10 \mu\text{L}$ 。
- ☞ 第二点： $20 \mu\text{L}$ 样液。
- ☞ 于以上两点各加一小滴三氟乙酸盖于其上，反应 5min 后，用吹风机吹热风 2min 后，使热风吹到薄层板上的温度不高于 40°C ，再于薄层板上滴加以下两个点。
- ☞ 第三点： $0.04 \mu\text{g}/\text{mL}$ 黄曲霉毒素 B1 标准使用液 $10 \mu\text{L}$ 。
- ☞ 第四点： $20 \mu\text{L}$ 样液。
- ☞ 再展开，在紫外光灯下观察样液是否产生与黄曲霉毒素 B1 标准点相同的衍生物。未加三氟乙酸的三四两点，可依次作为样液与标准的衍生物空白对照。

❖ ⑤稀释定量：

- ☞ 样液中的黄曲霉毒素 B1 荧光点的荧光强度如与黄曲霉毒素 B1 标准点的最低检出量（ $0.0004 \mu\text{g}$ ）的荧光强度一致，则试样中黄曲霉毒素 B1 含量即为 $5 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。如样液中荧光强度比最低检出量强，

则根据其强度估计减少滴加微升数或将样液稀释后再滴加不同微升数，直至样液点的荧光强度与最低检出量的荧光强度一致为止。

滴加式样如下：

- ☞ 第一点：10 μL 黄曲霉毒素 B1 标准使用液（0.04 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）。
- ☞ 第二点：根据情况滴加 10 μL 样液。
- ☞ 第三点：根据情况滴加 15 μL 样液。
- ☞ 第四点：根据情况滴加 20 μL 样液。

❖ 四、相关知识

- ☞ 食品中黄曲霉毒素 B1 测定——薄层色谱法原理
- ☞ 试样中黄曲霉毒素 B1 经提取、浓缩、薄层分离后，在波长 365nm 紫外光下产生蓝紫色荧光，根据其在薄层上显示荧光的最低检出量来测定含量。
- ☞ 本法摘自 GB/T 5009.22-2003，适用于粮食、花生及其制品、薯类、豆类、发酵食品及酒类等各种食品中黄曲霉毒素 B1 的测定。本法黄曲霉毒素 B1 的最低检出量为 0.0004 μg ，检出限为 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

❖ 五、测定食品中黄曲霉毒素的方法

- ☞ （一）食品黄曲霉毒素的限量
- ☞ （二）食品黄曲霉毒素测定方法
 - ❖ 测定食品中黄曲霉毒素的其它方法包括薄层色谱法、酶联免疫吸附剂法、高效液相色谱法、微柱筛选法等，出自 GB/T 5009.22-2003，GB/T 5009.23-2003，GB/T 5009.24-2003。
 - ❖ 1. 酶联免疫吸附剂法测定食品中黄曲霉毒素 B1 原理
 - ❖ 2. 高效液相色谱法测定食品中黄曲霉毒素。。
 - ❖ 3. GB/T 23212-2008《牛奶和奶粉中黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2、M1、M2 的测定》——液相色谱-荧光检测法。

项目三：测定食品中盐酸克伦特罗的含量

- ❖ 一、案例
- ❖ 二、选用国家标准
 - ☞ GB/T5009.192-2003 动物性食品中克伦特罗残留量的测定——高效液相色谱法。

❖ 三、测定方法

☞ 1. 提取

- ❖ (1) 肌肉、肝脏、肾脏试样：称取肌肉、肝脏或肾脏试样 10g(精确 0.01g)，用 20mL 0.1mol/L 高氯酸溶液匀浆，置于磨口玻璃离心管中；然后置于超声波清洗器中超声 20min，取出置于 80℃ 水浴中加热 30min，取出冷却后 4500r/min 离心 15min。倾出上清液，沉淀用 5mL 0.1mol/L 高氯酸溶液洗涤，再离心，将两次的上清液合并。用 1mol/L 氢氧化钠溶液调 pH 值至 9.5，若有沉淀产生，再以 4500r/min 离心 10min，将上清液转移至磨口玻璃离心管中，加入 8g 氯化钠，混匀，加入 25mL 异丙醇+乙酸乙酯(40+60)，置于振荡器上振荡提取 20min。提取完毕，放置 5min(若有乳化层稍离心一下)。用吸管小心将上层有机相移至旋转蒸发瓶中，用 20mL 异丙醇+乙酸乙酯(40+60)再重复萃取一次，合并有机相，于 60℃ 在旋转蒸发器上浓缩至近干。用 1mL 0.1mol/L 磷酸二氢钠缓冲液(pH6.0)充分溶解残留物，经针筒式微孔过滤膜过滤，洗涤三次后完全转移至 5mL 玻璃离心管中，用 0.1mol/L 磷酸二氢钠缓冲液(pH6.0)定容至刻度。
- ❖ (2) 尿液试样：
- ❖ (3) 血液试样：

❖ 2. 净化

- ☞ 依次用 10mL 乙醇、3mL 水、3mL 0.1mol/L 磷酸二氢钠缓冲液(pH6.0)，3mL 水冲洗弱阳离子交换柱，取适量上述提取液至弱阳离子交换柱上，弃去流出液，分别用 4mL 水和 4mL 乙醇冲洗柱子，弃去流出液，用 6mL 乙醇+浓氨水(98+2)冲洗柱子，收集流出液。将流出液在 N2-蒸发器上浓缩至干。

❖ 3. 试样测定前的准备

- ☞ 于净化、吹干的试样残渣中加入 100~500 μ L 流动相，在涡漩式混合器上充分振摇，使残渣溶解，液体浑浊时用 0.45 μ m 的针筒式微孔过滤膜过滤，上清液待进行液相色谱测定。

❖ 4. 测定

☞ (1) 液相色谱测定参考条件

- ❖ 色谱柱: BDS 或 ODS 柱, 250mm×4.6mm, 5 μm。
- ❖ 流动相: 甲醇+水(45+55)。
- ❖ 流速: 1mL/min。
- ❖ 进样量: 20~50 μL。
- ❖ 柱箱温度: 25℃。
- ❖ 紫外检测器: 244nm。

☞ (2) 测定

- ❖ 吸取 20~50 μL 标准校正溶液及试样液注入液相色谱仪, 以保留时间定性, 用外标法单点或多点校准法定量。

❖ 5. 结果计算

$$X = \frac{A \times f}{m}$$

❖ 式中

- ❖ X ——试样中克伦特罗的含量, μg/kg 或 μg/L ;
- ❖ A ——试样色谱峰与标准色谱峰的峰面积比值对应的克伦特罗的质量, ng;
- ❖ f ——试样稀释倍数;
- ❖ m ——试样的取样量, g 或 mL 。

❖ 6. 试剂

☞ 氯化钠、高氯酸溶液(0.1mol/L)、氢氧化钠溶液(1mol/L)、磷酸二氢钠缓冲液(0.1mol/L, pH6.0)、异丙醇+乙酸乙酯(40+60)、乙醇+浓氨水(98+2)、甲醇+水(45+55)、克伦特罗标准溶液、弱阳离子交换柱(LC-WCX)(3mL)。

❖ 7. 仪器

☞ 水浴超声清洗器、磨口玻璃离心管、5mL 玻璃离心管、酸度计、离心机、振荡器、旋转蒸发器、涡漩式混合器、针筒式微孔过滤膜(0.45 μm, 水相)、N2-蒸发器、匀浆器、高效液相色谱仪。

❖ 四、相关知识

☞ 动物性食品中克伦特罗残留量测定——高效液相色谱法原理。

- ❖ 固体试样剪碎，用高氯酸溶液匀浆，液体试样加入高氯酸溶液，进行超声加热提取后，用异丙醇+乙酸乙酯(40+60) 萃取，有机相浓缩，经弱阳离子交换柱进行分离，用乙醇+氨(98+2) 溶液洗脱，洗脱液经浓缩，流动相定容后在高效液相色谱仪上进行测定，外标法定量。
- ❖ 本法摘自 GB/T 5009.108-2003，适用于新鲜或冷冻的畜、禽肉与内脏及其制品中克伦特罗残留的测定，也适用于生物材料(人或动物血液、尿液)中克伦特罗的测定。检出限量 $0.5 \mu\text{g}/\text{kg}$ ；线性范围 $0.5\sim 4\text{ng}$ 。
- ❖ 五、测定食品中盐酸克伦特罗的方法
 - ❖ (一) 气相色谱-质谱法测定动物性食品中克伦特罗残留
 - ❖ (二) 酶联免疫法测定动物性食品中克伦特罗残留

(三) 动物组织中盐酸克伦特罗的测定

项目四：测定食品中的己烯雌酚

- ❖ 一、案例
- ❖ 二、选用国家标准
 - ☞ GB/T5009.108-2003 畜禽肉中己烯雌酚的测定。
- ❖ 三、测定方法
 - ☞ 1. 提取及净化
 - ❖ 精确称取 5.0g 绞碎肉试样，放入 50mL 具塞离心管中，加 10.00mL 甲醇，充分搅拌，振荡 20min，于 3000r/min 离心 10min，将上清液移出，残渣中加 10.00mL 甲醇，混匀后振荡 20min，于 3000r/min 离心 10min，合并上清液，此时如出现浑浊，需再离心 10min，取上清液过 $0.5 \mu\text{mFH}$ 滤膜，备用。
 - ☞ 2. 色谱条件
 - ❖ (1) 紫外线检测器：检测波长 230nm。
 - ❖ (2) 灵敏度：0.04AUFs。
 - ❖ (3) 流动相：甲醇+0.043mol/L 磷酸二氢钠 (70+30)，用磷酸调 pH 至 5。

- ❖ (4) 流速：1mL/min。
- ❖ (5) 进样量：20 μ L。
- ❖ (6) 色谱柱：CLC-ODS-C18 (5 μ m) 6.2mm \times 150mm 不锈钢柱。
- ❖ (7) 柱温：室温。

❖ 3. 标准曲线绘制

☞ 精确称取 5 份（每份 5.0g）绞碎的肉试样，放入 50mL 具塞离心管中，分别加入不同浓度的标准液 0.0、6.0、12.0、18.0、24.0 μ g/mL，其中甲醇总量为 20.00mL，使其测定浓度为 0.00、0.30、0.60、0.90、1.20 μ g/mL，按步骤一方法提取备用。

❖ 4. 测定

☞ 分别取样 20 μ L，注入 HPLC 柱中，可测得不同浓度 DES 标准溶液峰高，以 DES 浓度对峰高绘制工作曲线，同时取样液 20 μ L，注入 HPLC 中，测得的峰高从工作曲线图中查相应含量， $R_t=8.235$

❖ 5. 结果计算

$$X = \frac{A \times 1000}{m \times \frac{V_2}{V_1}} \times \frac{1000}{1000 \times 1000}$$

❖ 式中

- ❖ X ——试样中己烯雌酚含量，mg/kg；
- ❖ A ——进样体积中己烯雌酚含量，ng；
- ❖ m ——试样质量，g；
- ❖ V_i ——试样甲醇提取液总体积，mL；
- ❖ V_2 ——进样体积，mL。

❖ 6. 试剂

☞ 甲醇、0.043mol/L 磷酸二氢钠溶液、己烯雌酚（DES）标准溶液、磷酸。

❖ 7. 仪器

高效液相色谱、小型绞肉机、小型粉碎机、电动振荡器

❖ 四、相关知识

☞ 肉类中己烯雌酚测定——高效液相色谱法原理。

- ❖ 试样匀浆后经甲醇提取过滤，注入 HPLC 柱中，经紫外线检

测器鉴定，于波长 230nm 处测定吸光度，同条件下绘制工作曲线，己烯雌酚的含量与吸光值在一定浓度范围内成正比，试样与工作曲线比较定量。

- ❖ 本方法摘自 GB/T5009.108-2003，适用于新鲜鸡肉、牛肉、猪肉、羊肉中己烯雌酚残留量测定，检出限 0.25mg/kg。

❖ 五、测定食品中己烯雌酚的方法

☞ （一）气相色谱-质谱法检测己烯雌酚残留

- ❖ 本法摘自农业部 1031 号公告-4-2008 鸡肉和鸡肝中己烯雌酚残留检测气相色谱-质谱法。

☞ （二）肉及肉制品中己烯雌酚残留量检测方法

- ❖ 本法摘自 SN/T1956-2007，

❖ 思考题

- ☞ 1. 如何提取贝类产品中的贝类毒素？
- ☞ 2. 简述生物法测定贝类产品中麻痹性贝类毒素原理。检测中是如何定量的？
- ☞ 3. 简述薄层色谱法测定花生中黄曲霉毒素的提取过程。
- ☞ 4. 高效液相色谱法测定动物性食品中克伦特罗残留量原理方法是什么？
- ☞ 5. 鸡肉中的己烯雌酚残留是如何提取和净化的？
- ☞ 6. 动物食品中己烯雌酚残留采用什么方法测定？

授课日期

第十八周（第1节）

教案编号

15

课程名称	食品分析		专业班级	分检技术 241/242/3+证书 241
教材名称	食品分析与检验技术			
授课题目	任务十五 测定食品加工和包装中有害物质含量			
授课学时	2节（√）；3节（ ）；其它（ ）			
课 型	理论（√）；实验（ ）；见习（ ）；实训（ ）；其它（ ）			
教学目的	<ul style="list-style-type: none"> ☞ 1. 明确食品中三聚氰胺的测定原理。 ☞ 2. 明确食品苏丹红测定测定原理。 ☞ 3. 明确食品包装材料渗出物测定条件。 			
教学重点	☞ 明确食品包装材料渗出物测定条件。			
教学难点	☞ 明确食品包装材料渗出物测定条件。			
教学方法	讲授（√）；讨论（√）；指导（ ）；示教（ ）；其它（ ）			
电子教案	有（√）	Microsoft PowerPoint（ ）；Author ware（ ）；其它（ ）		
	无（ ）			
教学资源	多媒体（√）；模型（ ）；标本（ ）；实物（ ）；音像（ ）；其它（ ）			
教学过程 时间安排	项目一：测定食品中三聚氰胺(15min) 项目二：测定食品中苏丹红(15min) 项目三：测定食品包装材料及容器有害物质(15min)			
思 考 题	1. 如何处理检测三聚氰胺的样品？ 2. 如何制备苏丹红检测中的氧化铝层析柱？ 3. 食品包装材料检测中为什么要选用四种不同的浸泡液？ 4. 食品包装材料按照来源和功能分为哪些类型？			
作 业				
教学后记				

任务十五 测定食品加工和包装中有害物质含量

项目一：测定食品中三聚氰胺

❖ 一、案例

❖ 二、选用国家标准

☞ GB/T22388-2008 原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法——高效液相色谱法。

❖ 三、测定方法

☞ 1. 样品处理

❖ (1) 液态奶、奶粉、酸奶等乳制品：精确称取样品 2.00g 置于 50mL 具塞塑料离心管，分别加 15mL 三氯乙酸溶液和 5mL 乙腈，超声提取 10min，再振荡提取 10min 后，大于 4000r/min 离心 10min，取上清液经三氯乙酸溶液润湿的滤纸过滤，用三氯乙酸溶液定容至 25mL，移取 5mL 滤液，加 5mL 水混匀用于待净化液。

❖ (2) 奶酪、奶油和巧克力等制品：精确称取样品 2.00g 置于研钵中，加入试样质量 4~6 倍海砂研磨成粉状，转移至 50mL 具塞塑料离心管中，同时用 15mL 三氯乙酸溶液数次清洗研钵，将清洗液转入离心管中，离心管中加入 5mL 乙腈，其余同上操作，制备待净化液。

❖ 2. 样品净化

☞ 将待净化液转移至固相萃取柱中（固相萃取柱制备方法：混合型阳离子交换固相萃取柱，基质为苯磺酸化的聚苯乙烯-二乙烯基苯高聚物，60mg，3mL，或相当者。）使用前依次用 3mL 甲醇、5 mL 水活化，抽至近干，用 6mL 氨化甲醇溶液洗脱，流速不超过 1mL/min，洗脱液于 50℃ 下用氮气吹干，残留物（相当于 0.4g 样品）用 1mL 流动相定容，涡旋混合 1min，过 0.2 μm 微孔滤膜后，得净化可测定样品。

❖ 3. 测定

☞ (1) 高效液相色谱参考条件

❖ 色谱柱:

- ❖ C8 柱, 250 mm×4.6 mm (i. d.), 5 μm, 或相当者
- ❖ C18 柱, 250 mm×4.6 mm (i. d.), 5 μm, 或相当者。

❖ 流动相:

- ❖ C8 柱, 离子对试剂缓冲液-乙腈 (85+15, 体积比), 混匀。
- ❖ C18 柱, 离子对试剂缓冲液-乙腈 (90+10, 体积比), 混匀。

❖ 流速: 1.0mL/min。

❖ 柱温: 40℃。

❖ 波长: 240nm。

❖ 进样量: 20 μL。

☞ (2) 标准曲线的绘制

- ❖ 用流动相将三聚氰胺标准储备液稀释得浓度为 0.8、2、20、40、80 μg/mL 的标准工作液, 由低到高浓度进样检测, 做标准曲线。

☞ (3) 定量测定: 将待测液按要求进样检测。

❖ 4. 结果计算

$$X = \frac{A \times c \times V \times 1000}{A_s \times m \times 1000}$$

❖ 式中

- ❖ X ——试样中三聚氰胺的含量, mg/kg;
- ❖ A ——样液中三聚氰胺的峰面积;
- ❖ c ——标准溶液中三聚氰胺的浓度, μg/mL;
- ❖ V ——样液最终定容体积, mL;
- ❖ A_s ——标准溶液中三聚氰胺的峰面积;
- ❖ m ——试样的质量, g;
- ❖ f ——稀释倍数。

❖ 5. 试剂

☞ 5%氨化甲醇溶液、乙腈、离子对试剂缓冲液、1%三氯乙酸、甲醇水

溶液、三聚氰胺标准储备液、海砂、氮气。

❖ 6. 仪器

☞ 高效液相色谱（HPLC）仪、分析天平、离心机、超声波水浴、固相萃取装置、氮气吹干仪、涡旋混合器、具塞塑料离心管、研钵。

❖ 四、相关知识

☞ （一）食品中三聚氰胺测定——高效液相色谱法原理

❖ 试样用三氯乙酸溶液-乙腈提取，经阳离子交换固相萃取柱净化后，用高效液相色谱测定，外标法定量。

❖ 本法摘自 GB/T22388-2008，适用于原料乳、乳制品以及含乳制品中三聚氰胺的定量测定。

☞ （二）注意事项

❖ 1. 本试验中所用试剂除甲醇、乙腈、辛酸磺酸钠为色谱纯外，其余均为分析纯。

❖ 2. 本试验用水为 GB/T6682 规定的一级水。

❖ 3. 待测样液中三聚氰胺的响应值应在标准曲线线性范围内，超过线性范围则应稀释后再进样分析。

❖ 五、测定食品中三聚氰胺的方法

☞ 乳及乳制品中三聚氰胺的国家标准检测法高效液相色谱法、液相色谱-质谱/质谱法（LC-MS/MS），气相色谱-质谱联用法（GC-MS 和 GC-MS/MS）等，均适合于乳及乳制品中三聚氰胺的定性确定。

项目二：测定食品中苏丹红

❖ 一、案例

❖ 二、选用国家标准

☞ GB/T 19681—2005 食品中苏丹红染料的检测方法——高效液相色谱法。

❖ 三、测定方法

☞ 1. 样品处理

❖ （1）粉状样品（如辣椒粉等）：准确称取样品 1.000~5.000g 于三角瓶中，加入 10~30mL 正己烷，超声过滤 5min，再用 10mL 正己烷洗涤残渣数次，至洗出液无色，合并正己烷液，

用旋转蒸发仪浓缩至 5mL 以下，慢慢加入氧化铝层析柱中（氧化铝层析柱制备方法，在层析柱管底部塞入一薄层脱脂棉，干法装入处理过的氧化铝 3cm 高，轻敲实后加一薄层脱脂棉，用 10mL 正己烷预淋洗，洗净柱中杂质后，备用），为保证层析效果，在柱中保持正己烷液面为 2mm 左右时上样，在层析过程保持柱的湿润，用正己烷少量多次淋洗浓缩瓶，一并注入层析柱；控制氧化铝表层吸附的色素带宽宜小于 0.5cm，待样液完全流出后，视样品中含油类杂质的多少用 10~30mL 正己烷洗柱，直至流出液无色，弃去全部正己烷淋洗液，用含 5%丙酮的正己烷液 60mL 洗脱，收集、浓缩后，用丙酮转移并定容至 5mL，经 0.45 μ m 有机滤膜过滤后待测。

- ❖ （2）油状样品（如红辣椒油、火锅料、奶油等）：。
- ❖ （3）含水量较多样品（如辣椒酱、番茄沙司等）：。
- ❖ （4）肉制品（如香肠等）：。

❖ 2. 样品测定

☞ （1）色谱条件

- ❖ 色谱柱：Zorbax SB-C18 3.5 μ m, 4.6mm \times 150mm（或相当型号色谱柱）。
- ❖ 流动相：溶剂 A（0.1%甲酸的水溶液:乙腈=85:15）；溶剂 B（0.1%甲酸的乙腈溶液:丙酮=80:20）。
- ❖ 流速：1mL/min。
- ❖ 柱温：30 $^{\circ}$ C。
- ❖ 检测波长：苏丹红 I 478nm；苏丹红 II、苏丹红 III、苏丹红 IV 520nm，于苏丹红 I 出峰后切换。
- ❖ 进样量：10 μ L。

☞ （3）标准曲线制作

- ☞ （4）样品测定，依色谱要求条件，进样操作，测得结果，代入公式计算。

❖ 3. 结果计算

$$R = C \times \frac{V}{m} \quad -160-$$

- ❖ 式中
 - ❖ R ——样品中苏丹红含量, mg/kg;
 - ❖ C ——由标准曲线得出的样液中苏丹红的浓度, $\mu\text{g/mL}$;
 - ❖ V ——样液定容体积, mL;
 - ❖ m ——样品质量, g。
- ❖ 4. 试剂
- ☞ 乙腈、丙酮、甲酸、乙醚、正己烷、无水硫酸钠、层析柱管(1cm(内径)×5cm(高)的注射器管)、层析用氧化铝(中性100~200目)、5%丙酮的正己烷液、标准贮备液
- ❖ 5. 仪器
- ☞ 高效液相色谱仪、分析天平、旋转蒸发仪、均质机、离心机、0.45 μm 有机滤膜。
- ☞ 四、相关知识
- ❖ (一) 食品中苏丹红测定——高效液相色谱法原理
 - ❖ 样品经溶剂提取、固相萃取净化后,用反相高效液相色谱-紫外可见光检测器进行色谱分析,采用外标法定量。
 - ❖ 本法摘自 GB/T19681-2005,适用于食品中苏丹红染料的检测。
- ☞ (二) 注意事项
- ❖ 不同厂家和不同批号氧化铝的活度有差异。

项目三：测定食品包装材料及容器有害物质

- ❖ 一、案例
- ❖ 二、选用国家标准
 - ☞ GB/T5009.60-2003 食品包装用聚乙烯、聚苯乙烯、聚丙烯成型品卫生标准的分析方法。
- ❖ 三、测定方法
 - ☞ 1. 取样方法

- ❖ 每批按 0.1%取试样，小批时取样不少于 10 只（以 500mL 容积/只计，少于 500mL/只时，试样加倍取样），样品一半供检测用，一半供仲裁用。

☞ 2. 浸泡条件

- ❖ (1) 水：60℃，浸泡 2h。
- ❖ (2) 4%乙酸：60℃，浸泡 2h。
- ❖ (3) 65%乙醇：室温，浸泡 2h。
- ❖ (4) 正己烷：室温，浸泡 2h。
- ❖ 要求浸泡液按接触面积每平方厘米加 2mL，在容器中则加入浸泡液至 2/3~4/5 容积为准。浸泡溶剂的选择以食品容器、包装材料接触的食品种类而定，中性食品时选用水作溶剂；酸性食品时选用 4%乙酸作溶剂；碱性食品时用碳酸氢钠作溶剂；油脂食品时选用正己烷作溶剂；含酒精食品用乙醇作溶剂

❖ 3. 有机物含量测定——高锰酸钾消耗量

☞ 试样浸泡液用高锰酸钾滴定，其消耗量表示可溶出有机物的含量。

☞ (1) 测定方法

☞ 取 100mL 水，放入 250mL 锥形瓶中，加入 5mL 硫酸(1+2)、5mL 高锰酸钾溶液，煮沸 5min 倒去，用水冲洗备用。

☞ 准确吸取 100mL 水浸泡液于上述处理过的 250mL 锥形瓶中，加硫酸 5mL 硫酸（1+2）及 10.0mL 0.01mol/L 高锰酸钾标准滴定溶液，再加 2 粒玻璃珠，准确煮沸 5min 后，趁热加入 10.0mL 0.01mol/L 草酸标准滴定溶液，再以高锰酸钾标准液滴定至微红色，记录高锰酸钾溶液滴定量。同时做空白试验。

❖ (2) 结果计算

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times C \times 31.6 \times 1000}{100}$$

❖ 式中

❖ X ——试样中高锰酸钾消耗量，mg/L；

❖ V_1 ——试样浸泡液滴定时消耗高锰酸钾溶液的体积，

mL;

❖ V_2 ——试样空白滴定时消耗高锰酸钾溶液的体积，

mL;

❖ c ——高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度，mol/L;

❖ 31.6——与 1.0mL 的高锰酸钾标准滴定溶液相当的高锰酸钾质量，mg。

❖ (3) 试剂

☞ ①硫酸 (1+2)。

☞ ②0.01mol/L 高锰酸钾标准滴定溶液。

☞ ③0.01mol/L 草酸标准滴定溶液。

❖ 4. 残渣含量测定

☞ 将试样用四种不同浸泡液模拟接触水、酸、酒、油等不同性质食品后，浸泡液进行蒸发所得残渣表示在不同浸泡液中的各物质的溶出量。

☞ (1) 测定方法

❖ 取 200mL 浸泡液于预先恒量的 50mL 玻璃蒸发皿或小瓶浓缩器中，在水浴上蒸干，于 $100 \pm 5^\circ\text{C}$ 干燥 2h，在干燥器内冷却 0.5h 后称量，再于 $100 \pm 5^\circ\text{C}$ 干燥 1h，在干燥器内冷却 0.5h 称量，同时做空白试验。

☞ (2) 结果计算

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times 1000}{200}$$

❖ 式中

❖ X ——试样浸泡液 (不同浸泡液) 蒸发残渣，mg/L;

❖ m_1 ——试样浸泡液蒸发残渣质量，mg;

❖ m_2 ——空白浸泡液的质量，mg。

❖ 5. 重金属含量

❖ 浸泡液中重金属 (以铅计) 与硫化钠作用，在酸性溶液中形成黄棕色硫化铅，与标准比较不得更深，则表示重金属含量

符合标准。

☞ (1) 测定方法

- ❖ 吸取 20.0mL 4% 乙酸浸泡液于 50mL 比色管中，加水至刻度，另取 2mL 铅标准使用液于 50mL 比色管，加 20mL 4% 乙酸溶液，加水至刻度混匀，两比色管各加硫化钠溶液 2 滴，混匀后，放置 5min，以白色为背景，从上方或侧面观察，试样呈色不能比标准溶液更深。

☞ (2) 结果表述

- ❖ 呈色大于标准试样，重金属（以 Pb 计）报告值 > 1。

☞ (3) 试剂

- ❖ 硫化钠溶液、铅标准溶液、铅标准使用液

❖ 6. 脱色试验

- ☞ 取洗净待测食具，用沾有冷餐油、65% 乙醇的棉花，在接触食品的部位小面积内，用力擦拭 100 次，棉花不得染有颜色。四种浸泡液亦不得染有颜色。

❖ 四、相关知识

☞ (一) 包装材料卫生标准

☞ (二) 食品包装的意义

- ❖ 食品包装是食品工业过程中的主要工程之一，是食品商品的组成部分，它可以保护食品，使食品在离开工厂到消费者手中的流通过程中，防止生物性、化学性、物理性外来因素的危害，保持食品本身稳定质量的功能，方便食品的食用。同时，食品包装又具有首先表现食品外观，吸引消费的形象的效果，具有物质成本以外的价值。

❖ 思考题：

- ☞ 1. 如何处理检测三聚氰胺的样品？
- ☞ 2. 如何制备苏丹红检测中的氧化铝层析柱？
- ☞ 3. 食品包装材料检测中为什么要选用四种不同的浸泡液？
- ☞ 4. 食品包装材料按照来源和功能分为哪些类型？

授课日期

第3周

教案编号

1

课程名称	食品分析		专业班级	分检技术 241/242/3+证书 241
教材名称	食品分析与检验技术			
授课题目	实验一：彩虹糖的感官检验及净含量			
授课学时	2节（ ）；3节（ <input checked="" type="checkbox"/> ）；其它（ ）			
课 型	理论（ ）；实验（ <input checked="" type="checkbox"/> ）；见习（ ）；实训（ ）；其它（ ）			
教学目的	1. 掌握彩虹糖感官检验及净含量测定的方法。 2. 能正确判定感官、净含量的合格与否。			
教学重点	掌握彩虹糖感官检验标准、净含量标准的查找、解读			
教学难点	掌握彩虹糖感官检验标准、净含量标准的查找、解读			
教学方法	讲授（ <input checked="" type="checkbox"/> ）；实验（ <input checked="" type="checkbox"/> ）；指导（ ）；示教（ ）；其它（ ）			
电子教案	有（ <input checked="" type="checkbox"/> ）	Microsoft PowerPoint（ ）；Author ware（ ）；其它（ ）		
	无（ ）			
教学资源	多媒体（ ）；模型（ ）；标本（ ）；实物（ ）；音像（ ）；其它（ <input checked="" type="checkbox"/> ）			
教学过程 时间安排	第一节 感官检验和净含量的标准解读和判定(45min) 第二节 学生独立完成实验（90min）			
思考题				
作 业	完成实验报告。			
教学后记	第一次实验引入思政案例一：“小数点”背后的千钧重担，保证同学们在接下来的所有实验报告中注意实验数据的真实性，科学性。			

实验一：彩虹糖的感官检验及净含量

思政案例一：“小数点”背后的千钧重担

一、案例背景与导入

场景设置：在《食品分析》课程第一次实验课中引入本案例。

故事叙述：“同学们，假设大家现在都是一名食品检验员。某知名乳品企业送来一批畅销酸奶的样本进行出厂检验。你们小组负责蛋白质含量的测定（使用凯氏定氮法）。经过严谨的操作，你们得到了一系列数据。计算后，蛋白质含量为2.85%（国标最低要求为2.9%）。”

“此时，企业生产负责人打来电话，语气焦急：‘小王啊，这批货是紧急订单，明天一早必须发货，仓库里价值百万的货都在等着这份报告呢。你们的初步结果我听到了，是不是仪器有点误差？2.85%和2.9%就差一点点，你看这个小数点能不能灵活处理一下？后续我们还有合作。’”

提出问题：“面对这个‘小数点’，你会怎么做？这不仅仅是一个数字，更是一场考验。”

二、思政映射与核心讨论（“四重思考”）

引导学生从以下四个层面进行小组讨论和思考，将思政元素自然融入专业教学：

1. 职业道德与诚信底线（个人层面）

- 讨论点：“灵活处理”意味着什么？伪造数据的性质有多严重？
- 思政融入：
 - 诚信是立业之本：食品检验员的第一品德就是诚实守信。数据真实性是检验工作的生命线，不容任何篡改和捏造。一个虚假的数据，可能导致企业决策失误，甚至危害公众健康。
 - 坚守底线：教育学生面对压力、诱惑时，要坚守职业底线，做到“不出假报告”，成为一名“数据诚实”的守护者。

2. 法律法规与责任担当（社会与法律层面）

- 讨论点：如果出具了虚假的合格报告，可能承担怎样的法律后果？

- 思政融入：

- 学习《食品安全法》：结合《中华人民共和国食品安全法》第八十五条，明确指出“食品检验机构、食品检验人员出具虚假检验报告的”，将面临吊销资质、罚款乃至追究刑事责任的严重法律后果。

- 责任重于泰山：我们的笔尖下，是企业的生死存亡，是亿万消费者的健康安全。每一个签名的报告，都是一份沉甸甸的法律和社会责任。

3. 科学精神与严谨作风（科学层面）

- 讨论点：除了故意造假，还有什么可能造成这 0.05% 的误差？我们该如何做？

- 思政融入：

- 弘扬科学精神：不迷信、不盲从，追求真理。遇到可疑数据，第一反应应是科学溯源：试剂是否过期？仪器是否校准？操作步骤是否有误？样品是否具有代表性？立即进行重复实验，用科学的方法排除偶然误差。

- 培养工匠精神：鼓励学生精益求精，追求数据的精确而非“差不多”。这 0.05% 的差距，正是锤炼我们严谨、细致、负责的工匠精神的磨刀石。

4. 沟通艺术与团队协作（能力层面）

- 讨论点：如何有理、有据、有节地回复那位企业负责人？

- 思政融入：

- 提升职业素养：拒绝不等于生硬地对抗。可以这样沟通：“X 总，我非常理解您焦急的心情。为了对贵公司品牌和消费者负责，我们必须对数据的准确性负责。我们已经启动了复检程序，会尽快排查所有可能环节，以最快速度给您一个确切的答复。请您理解和支持我们的工作。”

- 团队协作：在复检过程中，需要团队成员分工合作，有人复查仪器，有人重新配制试剂，有人进行平行实验，这体现了现代职场中团队协作的重要性。

三、 教学实施建议

1. 时机： 在第一次实验前，学生进入实验操作前进行此案例教学效果最佳。

2. 形式： 采用“案例导入 -> 小组讨论（4-5 人/组）-> 代表发言 -> 教师总结升华”的模式。

3. 教师总结要点：

- 肯定同学们在讨论中展现出的正确价值观。

- 重申食品检验工作的神圣使命：“我们是食品安全的哨兵，是人民群众健

康的守护者”。

- 总结“一个核心，两种精神”：以诚信为核心，恪守科学精神和工匠精神。
- 强调未来无论在哪个岗位，今天关于“小数点”的思考，都将是指引他们

职业道路的明灯。

四、预期效果

通过这个案例，学生能够：

- 深刻理解食品检验工作远超出技术操作本身的重大意义。
- 将职业道德、法律法规内化为个人的职业信仰和行为准则。
- 激发学习专业技能的内在动力，明白学好技术是为了更好地履行责任。
- 提升在复杂情境下分析问题、解决问题和有效沟通的能力。

一、实验目的

- 1.掌握彩虹糖感官检验及净含量测定的方法。
- 2.能正确判定感官、净含量的合格与否。

二、实验原理

利用自身的感官器官对食品进行色香味和外观形态综合性的鉴别、评价。检验依据和判别依据：SB/T 10104-2017 糖果 充气糖果

利用天平对食品进行净含量测定并判定其是否合格。检验依据和判别依据：JJF 1070-2005 定量包装商品净含量计量检验规则

三、器材与耗材

耗材：请准备至少同个牌子同个批号的彩虹糖 55 包或瓶(最小规格即可) (由于实验室天平最大称量值多为 200g，请准备净含量小于 200g 的商品)；

仪器：感量为 0.1g 的天平 8 台、一次性塑料碗（或食品实验室的碗）33 个、尺子 8 把；

环境要求：干净、无毒、可信。

四、实验步骤：

1、通过眼看、鼻子嗅、用口品尝和用手触摸等方式对样品的色、香、味和外观形态综合性的鉴别、评价。

2、用感量为 0.1g 的天平称其质量并评价。

四、结果分析讨论

范例：

产品品名：彩虹糖

制造商：广东农夫山庄食品工业有限公司

地址：广东省揭西县凤江镇工业区

产地：广东省揭阳市

产品标准代号：GB/T10782

产品类型：话化类

食品生产许可证编号：QS445217010019

表 1：彩虹糖感官检验原始记录

检验日期：2014.6.22

项目	标准要求 GB/T10782-2006 蜜饯通则	检验结果
色泽	具有该品种应有的色泽，同一色泽大体一致。	呈黄色、同一色泽大体一致。
气 味 及 滋 味	具有该品种特有的气味和滋味，甘、甜、咸、酸适口，无异味	有彩虹糖特有的味气味和滋味，酸甜甘带咸，口味适中，无异味
组 织 形态	同一品种大小或厚薄大体一致，无霉变。	同一品种大小或厚薄大体一致，无霉变。
杂质	应无肉眼可见的外来杂质	无肉眼可见的外来杂质
结论：合格		

检验员:余勇、杨俊杰

审核员：杨永源

表 2: 农夫山庄九制彩虹糖净含量原始记录表

检验日期:2014.6.22

标准要求: JJF1070—2005 定量包装商品净含量计量检验规则					检验 结果
样品 编号	总 重 g	皮 重 g	净含 量 g	质量或体积定量包装商品标注净含量 (Q_n) (g 或 ml) 0~50 允许短缺量(T) ^a (g 或 ml) $< Q_n * 9\%$	
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					
9					
10					
备注	样品包装标注:				
结论:					

检验员:余勇、杨俊杰

审核员: 杨永源

授课日期	第 4 周	教案编号	2
课程名称	食品分析	专业班级	分检技术 241/242/3+证书 241
教材名称	食品分析与检验技术		
授课题目	实验二：物理法检测食品的浓度及相对密度		
授课学时	2 节 ()；3 节 (<input checked="" type="checkbox"/>)；其它 ()		
课 型	理论 ()；实验 (<input checked="" type="checkbox"/>)；见习 ()；实训 ()；其它 ()		
教学目的	1. 明确密度计法测定食品的密度、相对密度的原理和方法。 2. 掌握波美计、酒精计、糖锤计、乳稠计测定食品密度、相对密度的具体操作方法。		
教学重点	掌握波美计、酒精计、糖锤计、乳稠计测定食品密度、相对密度的具体含义和操作方法		
教学难点	掌握波美计、酒精计、糖锤计、乳稠计测定食品密度、相对密度的具体含义和操作方法		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>)；实验 (<input checked="" type="checkbox"/>)；指导 ()；示教 ()；其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint ()；Author ware ()；其它 ()	
	无 ()		
教学资源	多媒体 ()；模型 ()；标本 ()；实物 ()；音像 ()；其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
教学过程 时间安排	第一节 波美计、酒精计、糖锤计、乳稠计的含义 (45min) 第二节 学生独立完成实验 (90min)		
思 考 题			
作 业	完成实验报告。		
教学后记			

实验二：物理法检测食品的浓度及相对密度

一、实验目的

- 1.明确密度计法测定食品的密度、相对密度的原理和方法。
- 2.掌握波美计、酒精计、糖锤计、乳稠计测定食品密度、相对密度的具体操作方法。

二、实验原理与仪器

原理：

比重计利用了阿基米德原理，将待测液体倒入一个较高的容器，再将比重计放入液体中。比重计下沉到一定高度后呈漂浮状态。此时液面的位置在玻璃管上所对应的刻度就是该液体的密度。测得试样和水的密度的比值即为相对密度。

❖ 密度：指物质在一定温度下单位体积的质量，以符合 ρ 表示，其单位是 g/cm^3 。

❖ 相对密度：指某一温度下物质的质量与同体积某一温度下水的质量之比，以 $d_{t_2}^{t_1}$ 表示， T_1 表示物质的温度， T_2 表示水的温度。相对密度是物质重要的物理常数，是无因次量（没有单位）。工业上为方便起见，常用液体在 20°C 的质量与同体积的水在 4°C 时的质量之比来表示物质的相

对密度，用表示：

$$d_4^{20}$$

仪器和设备：

比重计：上部细管中有刻度标签，表示密度读数。

本次实验备有波美计、酒精计、糖锤计、乳稠计。

三、实验步骤

将比重计洗净擦干，缓缓放入盛有待测液体试样的适当量筒中，勿使其碰及容器四周及底部，保持试样温度在 20°C ，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，即为试样的密度。分别测试试样和水的密度，两者比值即为试样相对密度。

四、数据记录与处理

精密度：在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 5%。

授课日期	第 5 周	教案编号	3
课程名称	食品分析	专业班级	分检技术 241/242/3+证书 241
教材名称	食品分析与检验技术		
授课题目	实验三：香辛料的水分测定（蒸馏法）		
授课学时	2 节（ ）；3 节（ <input checked="" type="checkbox"/> ）；其它（ ）		
课 型	理论（ ）；实验（ <input checked="" type="checkbox"/> ）；见习（ ）；实训（ ）；其它（ ）		
教学目的	1. 掌握香辛料水分测定的方法——蒸馏法。 2. 能正确判定水分项目的合格与否。		
教学重点	掌握香辛料水分测定的方法——蒸馏法具体操作方法		
教学难点	掌握香辛料水分测定的方法——蒸馏法具体操作方法		
教学方法	讲授（ <input checked="" type="checkbox"/> ）；实验（ <input checked="" type="checkbox"/> ）；指导（ ）；示教（ ）；其它（ ）		
电子教案	有（ <input checked="" type="checkbox"/> ）	Microsoft PowerPoint（ ）；Author ware（ ）；其它（ ）	
	无（ ）		
教学资源	多媒体（ ）；模型（ ）；标本（ ）；实物（ ）；音像（ ）；其它（ <input checked="" type="checkbox"/> ）		
教学过程 时间安排	第一节 蒸馏法的原理讲解、装置搭置演示（45min） 第二节 学生独立完成实验（90min）		
思 考 题			
作 业	完成实验报告。		
教学后记			

实验三：香辛料的水分测定（蒸馏法）

一、实验目的

- 1.掌握香辛料水分测定的方法——蒸馏法。
- 2.能正确判定水分项目的合格与否。

二、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，如香辛料等。

三、试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T6682 规定的三级水。

14.1 试剂

甲苯(C_7H_8)或二甲苯(C_8H_{10})。总量>1L

耗材：胡椒粉或其他香辛料粉末 N 瓶，总质量>3.5 千克。

14.2 试剂配制

甲苯或二甲苯制备: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。

15 仪器和设备

15.1 水分测定器:如图 1 所示(带可调电热套)。12 套

其中水分接收管容量 5mL，最小刻度值 0.1mL，容量误差小于 0.1mL。

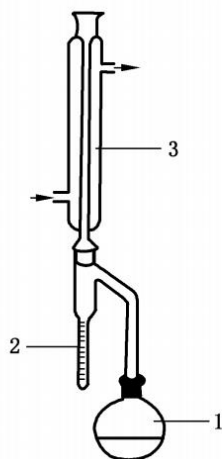


图 1 水分测定器

说明:

1——250mL 蒸馏瓶;

2——水分接收管, 有刻度;

3——冷凝管。

15.2 天平:感量为 0.1mg。

三、 分析步骤

准确称取适量试样(应使最终蒸出的水在 2mL~5mL, 但最多取样量不得超过蒸馏瓶的 2/3), 放入 250mL 蒸馏瓶中, 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。同时做甲苯(或二甲苯)的试剂空白。

加热慢慢蒸馏, 使每秒钟的馏出液为 2 滴, 待大部分水分蒸出后, 加速蒸馏约每秒钟 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。

1.7 分析结果的表述

试样中水分的含量, 按式(2)进行计算:

$$X = \frac{V - V_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X —— 试样中水分的含量, 单位为毫升每百克(mL/100g)(或按水在 20 °C 的相对密度 0.998, 20g/mL 计算质量);

V —— 接收管内水的体积, 单位为毫升(mL);

V₀ —— 做试剂空白时, 接收管内水的体积, 单位为毫升(mL);

m —— 试样的质量, 单位为克(g);

100 —— 单位换算系数。

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。

授课日期	第 6 周	教案编号	4
课程名称	食品分析	专业班级	分检技术 241/242/3+证书 241
教材名称	食品分析与检验技术		
授课题目	实验四：酱油中氨基酸态氮的测定（酸度计法）		
授课学时	2 节（ ）；3 节（ <input checked="" type="checkbox"/> ）；其它（ ）		
课 型	理论（ ）；实验（ <input checked="" type="checkbox"/> ）；见习（ ）；实训（ ）；其它（ ）		
教学目的	1. 巩固酸度计的使用方法。 2. 掌握酱油中氨基酸态氮的测定方法。 3. 能正确判定氨基酸态氮项目的合格与否。		
教学重点	掌握酱油中氨基酸态氮的测定方法并判定		
教学难点	掌握酱油中氨基酸态氮的测定方法并判定		
教学方法	讲授（ <input checked="" type="checkbox"/> ）；实验（ <input checked="" type="checkbox"/> ）；指导（ ）；示教（ ）；其它（ ）		
电子教案	有（ <input checked="" type="checkbox"/> ）	Microsoft PowerPoint（ ）；Author ware（ ）；其它（ ）	
	无（ ）		
教学资源	多媒体（ ）；模型（ ）；标本（ ）；实物（ ）；音像（ ）；其它（ <input checked="" type="checkbox"/> ）		
教学过程 时间安排	第一节 酱油中氨基酸态氮测定的原理讲解（25min） 第二节 学生独立完成实验（110min）		
思 考 题			
作 业	完成实验报告。		
教学后记			

实验四：酱油中氨基酸态氮的测定

（酸度计法）

一、实验目的

1. 巩固酸度计的使用方法。
2. 掌握酱油中氨基酸态氮的测定方法。
3. 能正确判定氨基酸态氮项目的合格与否。

二、原理

利用氨基酸的两性作用，加入甲醛以固定氨基的碱性，使羧基显示出酸性，用氢氧化钠标准溶液滴定后定量，以酸度计测定终点。

三、试剂和材料

2.1 试剂

甲醛(36%~38%):应不含有聚合物(没有沉淀且溶液不分层)、氢氧化钠(NaOH)、酚酞(C₂₀H₁₄O₄)、乙醇(CH₃CH₂OH)、邻苯二甲酸氢钾(HOOC-C₆H₄-COOH):基准物质。

2.2 试剂配制

氢氧化钠标准滴定溶液 [c(NaOH)=0.050mol/L]:经国家认证并授予标准物质证书的标准滴定溶液或配制方法如下:

- a) 酚酞指示液:称取酚酞 1g，溶于 95%的乙醇中，用 95%乙醇稀释至 100mL。
- b) 氢氧化钠溶液[氢氧化钠标准滴定溶液 c(NaOH) =0.05 mol/L]:称取 110g 氢氧化钠于 250mL 的烧杯中，加 100 mL 的水，振摇使之溶解成饱和溶液，冷却后置于聚乙烯的塑料瓶中，密塞，放置数日，澄清后备用。取上层清液 2.7mL，加适量新煮沸过的冷蒸馏水至 1000mL，摇匀。
- c) 氢氧化钠标准滴定溶液的标定:准确称取约 0.36g 在 105 °C~110 °C 干燥至恒重的基准邻苯二甲酸氢钾，加 80mL 新煮沸过的水，使之尽量溶解，加 2 滴酚酞指示液(10g/L)，用氢氧化钠溶液滴定至溶液呈微红色，30s 不褪色。记下耗用氢氧化钠溶液毫升数。同时做空白试验。
- d) 计算:氢氧化钠标准滴定溶液的浓度按式(1)计算:

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

式中:

c —— 氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

m —— 基准邻苯二甲酸氢钾的质量，单位为克(g)；

V₁ —— 氢氧化钠标准溶液的用量体积，单位为毫升(mL)；

V₂ —— 空白实验中氢氧化钠标准溶液的用量体积，单位为毫升(mL)；

0.2042 —— 与 1.00mL 氢氧化钠标准滴定溶液[c(NaOH)=1.000mol/L]相当的基准邻苯二甲酸氢钾的质量，单位为克(g)。

四、 分析步骤

称量 5.0g 酱油试样于 50mL 的烧杯中，用水分数次洗入 100mL 容量瓶中，加水至刻度，混匀后吸取 20.0mL 置于 200 mL 烧杯中，加 60 mL 水，开动磁力搅拌器，用氢氧化钠标准溶液 [c(NaOH) =0.050mol/L] 滴定至酸度计指示 pH 为 8.2，记下消耗氢氧化钠标准滴定溶液的毫升数，可计算总酸含量。加入 10.0mL 甲醛溶液，混匀。再用氢氧化钠标准滴定溶液继续滴定至 pH 为 9.2，记下消耗氢氧化钠标准滴定溶液的毫升数。同时取 80mL 水，先用氢氧化钠标准溶液[c(NaOH)=0.050mol/L]调节至 pH 为 8.2，再加入 10.0 mL 甲醛溶液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至 pH 为 9.2，做试剂空白试验。

五、 分析结果的表述

试样中氨基酸态氮的含量按式(2)进行计算:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 0.014}{m \times V_3/V_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X —— 试样中氨基酸态氮的含量，单位为克每百克(g/100g)；

V₁ —— 测定用试样稀释液加入甲醛后消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V₂ —— 试剂空白实验加入甲醛后消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

c —— 氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

0.014 —— 与 1.00mL 氢氧化钠标准滴定溶液[c(NaOH)=1.000mol/L]相当的氮的质量，单位为

克(g)；

m —— 称取试样的质量，单位为克(g)；

V_3 —— 试样稀释液的取用量，单位为毫升(mL)；

V_4 —— 试样稀释液的定容体积，单位为毫升(mL)；

100 —— 单位换算系数。

计算结果保留两位有效数字。

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

授课日期	第 7 周	教案编号	5
课程名称	食品分析	专业班级	分检技术 241/242/3+证书 241
教材名称	食品分析与检验技术		
授课题目	实验五：索氏抽提法测定方便面中脂肪含量		
授课学时	2 节 ()；3 节 ()；其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
课 型	理论 ()；实验 (<input checked="" type="checkbox"/>)；见习 ()；实训 ()；其它 ()		
教学目的	1. 掌握旋转蒸发仪的使用方法和巩固索氏提取器的使用方法。 2. 掌握方便面中脂肪含量的测定方法。 3. 能正确判定脂肪项目的合格与否。		
教学重点	掌握方便面中脂肪的测定方法并判定		
教学难点	掌握方便面中脂肪的测定方法并判定		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>)；实验 (<input checked="" type="checkbox"/>)；指导 ()；示教 ()；其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint ()；Author ware ()；其它 ()	
	无 ()		
教学资源	多媒体 ()；模型 ()；标本 ()；实物 ()；音像 ()；其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
教学过程 时间安排	第一节 方便面中脂肪的测定的原理讲解 (45min) 第二节 学生独立完成抽提实验 (135min) 第三节 学生独立完成旋转蒸发溶剂实验 (90min)		
思 考 题			
作 业	完成实验报告。		
教学后记			

实验五：索氏抽提法测定方便面中脂肪含量(3 学时)

一、实验目的

- 1.掌握旋转蒸发仪的使用方法和巩固索氏提取器的使用方法。
- 2.掌握方便面中脂肪含量的测定方法。
- 3.能正确判定脂肪项目的合格与否。

二、实验原理

脂肪易溶于有机溶剂。试样直接用无水乙醚或石油醚等溶剂抽提后，蒸发除去溶剂，干燥，得到游离态脂肪的含量。

三、器材与耗材

耗材：同个牌子同个批号的方便面 5 包；

仪器：索氏抽提器、HH-2 数显恒温水浴锅（力辰科技）、FA2004 电子天平（舜宇恒平仪器）、脱脂棉、旋转蒸发仪；

试剂：无水乙醚($C_4H_{10}O$)、石油醚(C_nH_{2n+2})。

四、实验步骤

1、试样处理

取适量方便面于研钵中研磨成粉末状，称取充分混匀后的试样 5g，准确至 0.001g，全部移入滤纸筒内。

2、抽提

将滤纸筒放入索氏抽提器的抽提筒内，连接已干燥至恒重的接收瓶，由抽提器冷凝管上端加入无水乙醚或石油醚至瓶内容积的三分之二处，于水浴上加热，使无水乙醚或石油醚不断回流抽提(6 次/h~8 次/h)，一般抽提 6h~10h。提取结束时，用磨砂玻璃棒接取 1 滴提取液，磨砂玻璃棒上无油斑表明提取完毕。

3、称量

取下接收瓶，回收无水乙醚或石油醚，接收瓶内溶剂在旋转蒸发仪上蒸干，然后称量。重复以上操作直至恒重(直至两次称量的差不超过 2mg)。

授课日期	第 8 周	教案编号	6
课程名称	食品分析	专业班级	分检技术 241/242/3+证书 241
教材名称	食品分析与检验技术		
授课题目	实验六：牛奶中脂质的测定		
授课学时	2 节 ()；3 节 ()；其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
课 型	理论 ()；实验 (<input checked="" type="checkbox"/>)；见习 ()；实训 ()；其它 ()		
教学目的	1.掌握从牛奶中分离提取脂质的原理及方法。 2.巩固结晶、减压抽滤等操作方法。 3.掌握毛氏脱脂瓶的使用。		
教学重点	掌握从牛奶中分离提取脂质的原理及操作方法		
教学难点	掌握从牛奶中分离提取脂质的原理及操作方法		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>)；实验 (<input checked="" type="checkbox"/>)；指导 ()；示教 ()；其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint ()；Author ware ()；其它 ()	
	无 ()		
教学资源	多媒体 ()；模型 ()；标本 ()；实物 ()；音像 ()；其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
教学过程 时间安排	第一节 从牛奶中分离提取脂质的原理讲解 (45min) 第二节 学生独立完成实验 (90min)		
思 考 题			
作 业	完成实验报告。		
教学后记			

实验六：牛奶中脂质的测定

一、实验目的

- 1.掌握从牛奶中分离提取酪蛋白的原理及方法。
- 2.巩固结晶、减压抽滤等操作方法

二、实验原理

用无水乙醚和石油醚抽提样品的碱(氨水)水解液,通过蒸馏或蒸发去除溶剂,测定溶于溶剂中的抽提物的质量。

三、器材与耗材

试剂

1. 氨水($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$):质量分数约 25%。注:可使用比此浓度更高的氨水。 1 瓶
2. 乙醇($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$):体积分数至少为 95%。 2 瓶
3. 石油醚($\text{C}_n\text{H}_{2n+2}$):沸程为 $30\text{ }^\circ\text{C}\sim 60\text{ }^\circ\text{C}$ 。 3 瓶
4. 刚果红($\text{C}_{32}\text{H}_{22}\text{N}_6\text{Na}_2\text{O}_6\text{S}_2$)。 1 瓶

仪器:

1. 量筒 50 毫升 6 个
2. 量筒 10 毫升 6 个
3. 水浴锅 6-8 个
4. 滴管 8 支(对本次实验很重要,假如没有好的乳胶头,请帮忙准备一次性滴管)
5. 天平 1-2 台

四、实验步骤

17.1.1 巴氏杀菌乳、灭菌乳、生乳、发酵乳、调制乳 称取充分混匀试样 10g(精确至 0.0001g)于抽脂瓶中。加入 2.0mL 氨水,充分混合后立即将抽脂瓶放入 $65\text{ }^\circ\text{C} \pm 5\text{ }^\circ\text{C}$ 的水浴中,加热 15min~20min,不时取出振荡。取出后,冷却至室温。静置 30s。

17.2 抽提

17.2.1 加入 10mL 乙醇,缓和但彻底地进行混合,避免液体太接近瓶颈。如果需要,可加入 2 滴刚果红溶液。

17.2.2 加入 25mL 石油醚,塞上瓶塞,将抽脂瓶保持在水平位置,小球的延伸部分朝上夹到摇混器上,按约 100 次/min 振荡 1min,也可采用手动振摇方式。但均应注意避免形成持久乳化液。抽脂瓶冷却后小心地打开塞子,用少量的混合溶剂冲洗塞子和瓶颈,使冲洗液流入抽脂瓶。17.2.3 加入 25mL 石油醚,塞上重新润湿的塞子,按 17.2.2 所述,轻轻振荡 30s。

17.2.4 将加塞的抽脂瓶放入离心机中,在 500r/min~600r/min 下离心 5min,否则将抽脂瓶

静置至少 30min,直到上层液澄清,并明显与水相分离。

17.2.5 小心地打开瓶塞,用少量的混合溶剂冲洗塞子和瓶颈内壁,使冲洗液流入抽脂瓶。如果两相界面低于小球与瓶身相接处,则沿瓶壁边缘慢慢地加入水,使液面高于小球和瓶身相接处 [见图 1a)],以便于倾倒。

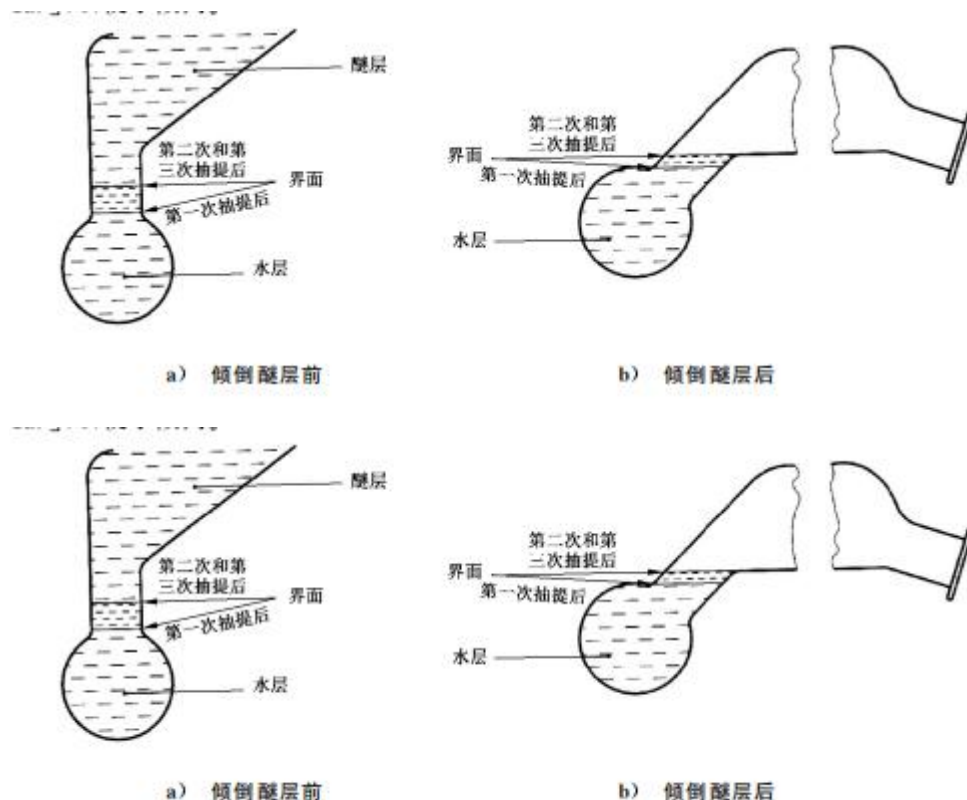


图 1 操作示意图

17.2.6 将上层液尽可能地倒入已准备好的加入沸石的脂肪收集瓶中,避免倒出水层[见图 1b)]。

17.2.7 用少量混合溶剂冲洗瓶颈外部,冲洗液收集在脂肪收集瓶中。应防止溶剂溅到抽脂瓶的外面。

17.2.8 向抽脂瓶中加入 5 mL 乙醇,用乙醇冲洗瓶颈内壁,按 17.2.1 所述进行混合。重复 17.2.2~ 17.2.7 操作,用 15mL 石油醚,进行第 2 次抽提。

17.2.9 重复 17.2.2~17.2.7 操作,用 15mL 石油醚,进行第 3 次抽提。

17.2.10 空白试验与样品检验同时进行,采用 10mL 水代替试样,使用相同步骤和相同试剂。 17.3 称量 合并所有提取液,既可采用蒸馏的方法除去脂肪收集瓶中的溶剂,也可于沸水浴上蒸发至干来除掉溶剂。蒸馏前用少量混合溶剂冲洗瓶颈内部。将脂肪收集瓶放入 $100^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中干燥 1h,取出 后置于干燥器内冷却 0.5h 后称量。重复以上操作直至恒重(直至两次称量的差不超过 2mg)。

18 分析结果的表述 试样中脂肪的含量按下式计算:

$$X = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m} \times 100$$

式中:

X——试样中脂肪的含量,单位为克每百克(g/100g);

m₁ ——恒重后脂肪收集瓶和脂肪的质量,单位为克(g);

m₂ ——脂肪收集瓶的质量,单位为克(g);

m₃ ——空白试验中,恒重后脂肪收集瓶和抽提物的质量,单位为克(g);

m₄ ——空白试验中脂肪收集瓶的质量,单位为克(g);

m ——样品的质量,单位为克(g);

100——换算系数。

结果保留 3 位有效数字。

19 精密度

当样品中脂肪含量 $\geq 15\%$ 时,两次独立测定结果之差 $\leq 0.3\text{g}/100\text{g}$;

当样品中脂肪含量在 5%~15%时,两次独立测定结果之差 $\leq 0.2\text{g}/100\text{g}$;

当样品中脂肪含量 $\leq 5\%$ 时,两次独立测定结果之差 $\leq 0.1\text{g}/100\text{g}$

授课日期	第9周	教案编号	7
课程名称	食品分析	专业班级	分检技术 241/242/3+证书 241
教材名称	食品分析与检验技术		
授课题目	实验七：啤酒中总酸的测定		
授课学时	2节（ ）；3节（ ）；其它（ <input checked="" type="checkbox"/> ）		
课 型	理论（ ）；实验（ <input checked="" type="checkbox"/> ）；见习（ ）；实训（ ）；其它（ ）		
教学目的	1.掌握国标 GB/T 4928-2008 啤酒分析方法中总酸的测定。 2.学习啤酒的样品前处理方法。		
教学重点	掌握啤酒中总酸的测定方法并判定		
教学难点	掌握啤酒中总酸的测定方法并判定		
教学方法	讲授（ <input checked="" type="checkbox"/> ）；实验（ <input checked="" type="checkbox"/> ）；指导（ ）；示教（ ）；其它（ ）		
电子教案	有（ <input checked="" type="checkbox"/> ）	Microsoft PowerPoint（ ）；Author ware（ ）；其它（ ）	
	无（ ）		
教学资源	多媒体（ ）；模型（ ）；标本（ ）；实物（ ）；音像（ ）；其它（ <input checked="" type="checkbox"/> ）		
教学过程 时间安排	第一节 啤酒中总酸测定的原理讲解（20min） 第二节 学生独立完成实验（115min）		
思 考 题			
作 业	完成实验报告。		
教学后记			

实验七：啤酒中总酸的测定

一、实验目的

- 1.掌握国标 GB/T 4928-2008 啤酒分析方法中总酸的测定。
- 2.学习啤酒的样品前处理方法。

二、实验原理

酸碱中和原理：用氢氧化钠标准溶液直接滴定啤酒试样中的总酸，以 $\text{pH}=8.2$ 为电位滴定终点，根据消耗氢氧化钠标准溶液的体积计算出啤酒中总酸的含量。

三、器材与耗材

耗材：同个牌子同个批号的啤酒 10 瓶；

仪器：1000mL 锥形瓶+橡胶塞（与锥形瓶的瓶口大小配套） 8 套；

HH-2 数显恒温水浴锅 8 台；

酸度计（配标准缓冲溶液） 8 台；

磁力搅拌器（配磁子） 8 台；

碱式滴定管 10mL 8 支；

漏斗（配套大小的滤纸） 8 套；

试剂：氢氧化钠 一瓶；

四、实验步骤

1、试样处理（GB/T 4927-2008 的第一法）

（1）将恒温至 $15-20^{\circ}\text{C}$ 的酒样约 300ml 倒入 1000ml 具塞的锥形瓶中，盖塞（橡皮塞），在恒温室内轻轻摇动、开塞放气（开始有“砰砰”声），盖塞，反复操作，直至无气体逸出为止。用单层中速干滤纸（漏斗上面盖表面玻璃）过滤。

（2）取试样约 100mL 于 250mL 烧杯中，置于 $(40\pm 0.5)^{\circ}\text{C}$ 振荡水浴中恒温 30min，取出，冷却至室温。

2、滴定与计算

1)按仪器使用说明书安装与调试仪器。

2)用标准缓冲溶液校正自动电位滴定仪，用水清洗电极，并用滤纸吸干附着电极的液珠。

3)吸取试样 50.0mL 于烧杯中，插入电极，开启电磁搅拌器，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至 $\text{pH}=8.2$ 为其终点，记录消耗氢氧化钠标准溶液的体积。平行做两次实验

3、结果计算

试样的总酸含量{即 100mL 试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液 $[c(\text{NaOH})=0.1\text{mol/L}]$ 的毫升数}计算公式:

4、精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过算术平均值的 4%。

授课日期	第 10 周	教案编号	8
课程名称	食品分析	专业班级	分检技术 241/242/3+证书 241
教材名称	食品分析与检验技术		
授课题目	实验八：维生素 C 的测定		
授课学时	2 节 ()；3 节 ()；其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
课 型	理论 ()；实验 (<input checked="" type="checkbox"/>)；见习 ()；实训 ()；其它 ()		
教学目的	一、目的要求： 1、掌握定量测定维生素 C 的方法。 2、掌握新鲜水果的前处理方法。		
教学重点	掌握橙子中维生素 C 的测定方法并判定		
教学难点	掌握橙子中维生素 C 的测定方法并判定		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>)；实验 (<input checked="" type="checkbox"/>)；指导 ()；示教 ()；其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint ()；Author ware ()；其它 ()	
	无 ()		
教学资源	多媒体 ()；模型 ()；标本 ()；实物 ()；音像 ()；其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
教学过程 时间安排	第一节 橙子中维生素 C 测定的原理讲解 (20min) 第二节 学生独立完成实验 (115min)		
思 考 题			
作 业	完成实验报告。		
教学后记			

实验八：维生素 C 的测定

一、实验目的

1. 学习并掌握 GB5009.86-2016 食品中抗坏血酸的测定第三法 2, 6-二氯靛酚滴定法。
2. 掌握微量滴定法的基本操作技术。

二、实验原理

用蓝色的碱性染料 2,6-二氯靛酚标准溶液对含 L(+)-抗坏血酸的试样酸性浸出液进行氧化还原滴定, 2, 6-二氯靛酚被还原为无色, 当到达滴定终点时, 多余的 2, 6-二氯靛酚在酸性介质中显浅红色, 由 2, 6-二氯靛酚的消耗量计算样品中 L(+)-抗坏血酸的含量。

三、试剂和材料

除非另有说明, 本方法所用试剂均为分析纯, 水为 GB/T6682 规定的三级水。

18.1 试剂

18.1.2 草酸($C_2H_2O_4$)。一瓶

18.1.3 碳酸氢钠($NaHCO_3$)。一瓶

18.1.4 2, 6-二氯靛酚(2, 6-二氯靛酚钠盐, $C_{12}H_6Cl_2NNaO_2$)。一瓶

18.1.5 白陶土(或高岭土): 对抗坏血酸无吸附性。

18.1.6 标准品 L(+)-抗坏血酸标准品($C_6H_8O_6$): 纯度 $\geq 99\%$ 。

仪器:

- 1、锥形瓶 (50mL) 20 个
- 2、移液管 (1mL, 10mL) 各八根
- 3、容量瓶 (50mL) 8 个
- 4、滴定管 (25mL) 8 根
- 5、研钵 8 套
- 6、抽滤装置 8 套
- 7、循环水泵 两台
- 8、天平 两台

耗材: 橙子>2 斤

18.2 试剂的配制

18.2.2 草酸溶液(20g/L): 称取 20g 草酸, 用水溶解并定容至 1L。

18.2.3 2, 6-二氯靛酚(2, 6-二氯靛酚钠盐)溶液: 称取碳酸氢钠 52mg 溶解在 200mL 热蒸馏水中, 然后称取 2, 6-二氯靛酚 50mg 溶解在上述碳酸氢钠溶液中。冷却并用水定容至 250mL, 过滤至棕色瓶内, 于 4 °C~8 °C 环境中保存。每次使用前, 用标准抗坏血酸溶液标定其滴定度。

标定方法: 准确吸取 1mL 抗坏血酸标准溶液于 50mL 锥形瓶中, 加入 10mL 草酸溶液, 摇匀, 用 2, 6-二氯靛酚溶液滴定至粉红色, 保持 15s 不褪色为止。同时另取 10mL 草酸溶液做空白试验。2, 6-二氯靛酚溶液的滴定度按式(3)计算:

$$T = \frac{c \times V}{V_1 - V_0} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

T——2, 6-二氯靛酚溶液的滴定度, 即每毫升 2, 6-二氯靛酚溶液相当于抗坏血酸的毫克数, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

c——抗坏血酸标准溶液的质量浓度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

V——吸取抗坏血酸标准溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V₁——滴定抗坏血酸标准溶液所消耗 2, 6-二氯靛酚溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V₀——滴定空白所消耗 2, 6-二氯靛酚溶液的体积, 单位为毫升(mL)。

18.3 标准品

L(+)-抗坏血酸标准品(C₆H₈O₆): 纯度≥99%。

18.4 标准溶液的配制

L(+)-抗坏血酸标准溶液(1.000mg/mL): 称取 100mg(精确至 0.1mg)L(+)-抗坏血酸标准品, 溶于草酸溶液并定容至 100mL。该贮备液在 2 °C~8 °C 避光条件下可保存一周。

19 测定

整个检测过程应在避光条件下进行。

19.1 试液制备: 称取具有代表性样品的可食部分 5g, 放入粉碎机中, 加入 5g 草酸溶液, 迅速捣成匀浆。用草酸溶液将样品转移至 50mL 容量瓶, 并稀释至刻度, 摇匀后过滤。若滤液有颜色, 可按每克样品加 0.4g 白陶土脱色后再过滤。

19.2 滴定: 准确吸取 10mL 滤液于 50mL 锥形瓶中, 用标定过的 2, 6-二氯靛酚溶液滴定, 直至溶液呈粉红色 15s 不褪色为止。同时做空白试验。

20 结果计算

试样中 L(+)-抗坏血酸含量按式(4)计算:

$$X = \frac{(V - V_0) \times T \times A}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4) \quad \text{式中:}$$

X —— 试样中 L(+)-抗坏血酸含量, 单位为毫克每百克(mg/100g);

V —— 滴定试样所消耗 2, 6-二氯酚靛酚溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V₀ —— 滴定空白所消耗 2, 6-二氯酚靛酚溶液的体积, 单位为毫升(mL);

T —— 2, 6-二氯酚靛酚溶液的滴定度, 即每毫升 2, 6-二氯酚靛酚溶液相当于抗坏血酸的毫克数(mg/mL);

A —— 稀释倍数;

m —— 试样质量, 单位为克(g)。

计算结果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。

21 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值, 在 L(+)-抗坏血酸含量大于 20mg/100g 时不得超过算术平均值的 2%。在 L(+)-抗坏血酸含量小于或等于 20mg/100g 时不得超过算术平均值的 5%。

四、注意事项

- 1、滴定时速度要尽可能快, 因样品内一般都含有一些能将 2, 6-二氯酚靛酚还原的其它物质, 尽管它们还原比染料的能力一般较维生素 C 弱。
- 2、滴定所用染料要在 1~4ml 之间, 否则须增减样品量或将提取液适当稀释。
- 3、抗坏血酸易溶于水, 也极易被氯化, 故提取抗坏血酸时, 须抑制组织中氧化酶活性。2%草酸可抑制该酶, 1%草酸则不能, 三氯醋酸、偏磷酸、盐酸有同样功效。Fe²⁺能还原二氯酚靛酚, 如用醋酸(8%即可)则 Fe²⁺不会很快与染料起作用。
- 4、样品提取液应避免日光直射, 否则会加速抗坏血酸的氧化。
- 5、在生物组织内和组织提取物内, 抗坏血酸还能以脱氢抗坏血酸及结合抗坏血酸的形式存在。它们同样地具有维生素 C 的生理作用, 但不能将 2, 6-二氯酚靛酚还原脱色。

授课日期	第 11 周	教案编号	9
课程名称	食品分析	专业班级	分检技术 241/242/3+证书 241
教材名称	食品分析与检验技术		
授课题目	实验九：蜜枣中二氧化硫含量的测定		
授课学时	2 节 ()；3 节 ()；其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
课 型	理论 ()；实验 (<input checked="" type="checkbox"/>)；见习 ()；实训 ()；其它 ()		
教学目的	1. 掌握国标 GB5009. 34-2016 食品安全国家标准 食品中二氧化硫的测定的实验方法。 2. 学习全玻璃蒸馏器的使用。		
教学重点	掌握全玻璃蒸馏器的使用		
教学难点	掌握蜜枣中残留二氧化硫的测定方法并判定		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>)；实验 (<input checked="" type="checkbox"/>)；指导 ()；示教 ()；其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint ()；Author ware ()；其它 ()	
	无 ()		
教学资源	多媒体 ()；模型 ()；标本 ()；实物 ()；音像 ()；其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
教学过程 时间安排	第一节 蜜枣中残留二氧化硫测定的原理讲解 (20min) 第二节 学生独立完成实验 (115min)		
思 考 题			
作 业	完成实验报告。		
教学后记			

实验九：蜜枣中二氧化硫含量的测定

一、实验目的

- 1.掌握国标 GB5009.34-2016 食品安全国家标准 食品中二氧化硫的测定的实验方法。
- 2.学习全玻璃蒸馏器的使用。

二、实验原理

在密闭容器中对样品进行酸化、蒸馏，蒸馏物用乙酸铅溶液吸收。吸收后的溶液用盐酸酸化，碘标准溶液滴定，根据所消耗的碘标准溶液量计算出样品中的二氧化硫含量。

三、器材与耗材

耗材：同个牌子同个批号的蜜饯 100g；

仪器：全玻璃蒸馏器：500mL 8 套；

酸式滴定管：25mL 或 50mL 8 套；

电热套 8 台；

研钵和剪刀 各 8 套；

碘量瓶 8 个

试剂：乙酸铅、盐酸、可溶性淀粉、碘、碘化钾各一瓶；

试剂配制：

- 1) 乙酸铅溶液(20g/L)：称取 5g 乙酸铅，溶于少量水中并稀释至 250mL。
- 2) 盐酸溶液(1+1)：量取 100mL 盐酸，缓缓倾入 100mL 水中，边加边搅拌。
- 3) 淀粉指示液(10g/L)：称取 1g 可溶性淀粉，用少许水调成糊状，缓缓倾入 100mL 沸水中，边加边搅拌，煮沸 2min，放冷备用，临用现配。
- 4) 碘标准溶液 $[c(1/2I_2)=0.010\text{mol/L}]$ ：称取 1.3g 碘和 3.5g 碘化钾，加水约 500mL，溶解后加入 1 滴盐酸，用水稀释至 1000mL，过滤后转入棕色瓶。

四、实验步骤

4.1 样品制备

果脯、干菜、米粉类、粉条和食用菌适当剪成小块，再用剪切式粉碎机剪碎，搅均匀，备用。

4.2 样品蒸馏

称取 5g 均匀样品(精确至 0.001g, 取样量可视含量高低而定), 置于蒸馏烧瓶中。加入 250mL 水, 装上冷凝装置, 冷凝管下端插入预先备有 25mL 乙酸铅吸收液的碘量瓶的液面下, 然后在蒸馏瓶中加入 10mL 盐酸溶液, 立即盖塞, 加热蒸馏。当蒸馏液约 200mL 时, 使冷凝管下端离开液面, 再蒸馏 1min。用少量蒸馏水冲洗插入乙酸铅溶液的装置部分。同时做空白试验。

4.3 滴定

向取下的碘量瓶中依次加入 10mL 盐酸、1mL 淀粉指示液, 摇匀之后用碘标准溶液滴定至溶液颜色变蓝且 30s 内不褪色为止, 记录消耗的碘标准滴定溶液体积。

五、分析结果的表述

试样中二氧化硫的含量按式(1)计算:

$$X = \frac{(V - V_0) \times 0.032 \times c \times 1\,000}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X —— 试样中的二氧化硫总含量(以 SO₂ 计), 单位为克每千克(g/kg)或克每升(g/L);

V —— 滴定样品所用的碘标准溶液体积, 单位为毫升 (mL);

V₀ —— 空白试验所用的碘标准溶液体积, 单位为毫升(mL);

0.032 —— 1mL 碘标准溶液[c (1/2I₂)=1.0mol/L]相当于二氧化硫的质量, 单位为克(g);

c —— 碘标准溶液浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

m —— 试样质量或体积, 单位为克(g)或毫升(mL)。

计算结果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, 当二氧化硫含量 ≥1g/kg(L)时, 结果保留三位有效数字; 当二氧化硫含量 <1g/kg(L)时, 结果保留两位有效数字。

六、精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

七、其他

当取 5g 固体样品时, 方法的检出限(LOD)为 3.0mg/kg, 定量限为 10.0mg/kg; 当取 10mL 液体样品时, 方法的检出限(LOD)为 1.5mg/L, 定量限为 5.0mg/L。

授课日期	第 12 周	教案编号	10
课程名称	食品分析	专业班级	分检技术 241/242/3+证书 241
教材名称	食品分析与检验技术		
授课题目	实验十 食品接触材料及制品——一次性吸管、寿司盘的脱色试验		
授课学时	2 节 () ; 3 节 () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
课 型	理论 () ; 实验 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 见习 () ; 实训 () ; 其它 ()		
教学目的	1、掌握熟食包材浸出液残渣含量的测定方法和餐具脱色试验的方法。 2、能进行结果判定。		
教学重点	掌握熟食包材浸出液残渣含量的测定方法和餐具脱色试验的方法。		
教学难点	掌握熟食包材浸出液残渣含量的测定方法和餐具脱色试验的方法。		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 实验 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 () ; 示教 () ; 其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint () ; Author ware () ; 其它 ()	
	无 ()		
教学资源	多媒体 () ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 () ; 音像 () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
教学过程 时间安排	第一节 餐具检验内容讲解 (45min) 第二节 学生独立完成实验 (90min)		
思 考 题			
作 业	完成实验报告。		
教学后记			

实验十 食品接触材料及制品——一次性吸管、寿司盘的脱色试验

一、实验目的

- 1、掌握熟食包材浸出液残渣含量的测定方法和餐具脱色试验的方法。
- 2、能进行结果判定。

二、实验原理

试样经溶剂擦拭及浸泡液浸泡，观察颜色变化情况。

三、试剂和材料

- 2.1 无水乙醇(C_2H_6O)。
- 2.2 乙醇溶液(65+35):量取 65mL 无水乙醇，加 35mL 水，混匀。
- 2.3 植物油:无色或浅色植物油。
- 2.4 脱脂棉花 一包
- 2.5 无色或浅色植物油 一瓶
- 2.6 多颜色吸管 各颜色 50 支以上；寿司盘 25 各以上

四、分析步骤

- 3.1 取试样一个，用沾有植物油的脱脂棉，在接触食品部位的约 $4cm \times 2cm$ 小面积内，用力往返擦拭 100 次。
- 3.2 另取试样一个，用沾有无水乙醇或乙醇溶液(65+35) 的脱脂棉，在接触食品部位的约 $4cm \times 2cm$ 小面积内，用力往返擦拭 100 次。
- 3.3 观察浸泡液的颜色。

五、分析结果的表述

脱脂棉上未染有颜色，结果表述为阴性。

授课日期	第 13 周	教案编号	11
课程名称	食品分析	专业班级	分检技术 241/242/3+证书 241
教材名称	食品分析与检验技术		
授课题目	实验十一：常见的几种食品快筛试剂盒的使用		
授课学时	2 节 ()；3 节 ()；其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
课 型	理论 ()；实验 (<input checked="" type="checkbox"/>)；见习 ()；实训 ()；其它 ()		
教学目的	1、了解食品快筛技术的现状与发展。 2、掌握亚硝酸盐、吊白块、黄曲霉毒素 B1 快筛试剂盒的使用。		
教学重点	掌握亚硝酸盐、吊白块、黄曲霉毒素 B1 快筛试剂盒的使用		
教学难点	掌握亚硝酸盐、吊白块、黄曲霉毒素 B1 快筛试剂盒的使用		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>)；实验 (<input checked="" type="checkbox"/>)；指导 ()；示教 ()；其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint ()；Author ware ()；其它 ()	
	无 ()		
教学资源	多媒体 ()；模型 ()；标本 ()；实物 ()；音像 ()；其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
教学过程 时间安排	第一节 食品快筛技术的现状与发展的讲解 (45min) 第二节 学生独立完成实验 (90min)		
思 考 题			
作 业	完成实验报告。		
教学后记			

实验十一：常见的几种食品快筛试剂盒的使用

一、实验目的

- 1、了解食品快筛技术的现状与发展。
- 2、掌握亚硝酸盐、吊白块、黄曲霉毒素B1快筛试剂盒的使用。

二、实验原理

按照不同的快筛试剂盒使用说明书进行实验操作，并按照说明书进行判别。

三、实验过程

耗材：亚硝酸盐快筛试剂盒（24次以上）、榨菜、火腿肠、
吊白块快筛试剂盒（24次以上）、米线、腐竹、
三聚氰胺快筛试剂盒、乳酸菌饮品；
移液枪、一次性注射器、过滤头

一、吊白块的检测

1、实验概况：食品中的吊白块与检测盒中的显色剂反应生成有色物质，其浓度与颜色呈一定的正比关系；采用目视比色分析法，根据颜色深浅在色阶卡上读出食品中吊白块的含量。

2、试剂：粉丝和腐竹

3、仪器：2瓶吊白块检测试剂A、2瓶吊白块检测试剂B、1瓶吊白块检测试剂C、1张色阶卡、100支2ml离心管、1张说明书。

4、实验步骤：取2g剪碎样品于样品杯中，加纯净水或蒸馏水至20ml，浸泡10min，其间搅拌数次，待测。取待测液1ml于离心管中，依次加入2滴检测液A、2滴检测液B，盖上盖子后摇匀，反应2min后加入1滴检测液C，盖上盖子后摇匀，反应2min，观察颜色变化。

1、实验概况：亚硝酸盐主要指亚硝酸钠，亚硝酸钠为白色至淡黄色粉末或颗粒状，味微咸，易溶于水。外观及滋味都与食盐相似，并在工业、建筑业中广为使用，肉类制品中也允许作为发色剂限量使用。

2、试剂：火腿肠、榨菜

3、仪器：2瓶亚硝酸盐检测试剂、100支2ml离心管、1张比色卡、1张说明书。

4、实验步骤：取 10g 剪碎样品于比色管或烧杯中，加纯净水或蒸馏水至 100ml，充分振摇后浸泡 10min，待测；取澄清上清液 1ml，加入到检测管中，盖紧盖子充分摇匀，反应 2-3min 与标准比色板对比。

三、三聚氰胺的检测

1、实验概况：用于奶粉、液态奶、鸡蛋、饲料及饲料原料中三聚氰胺残留的检测，检测过程只需 5-15min，灵敏度为 100ng/ml（100ppb）。

2、试剂：乳酸菌饮品

3、仪器：10 条三聚氰胺快速检测卡、10 支一次滴管、1 瓶 2 倍样品稀释液、1 份说明书、10 个离心管、离心机、移液枪。

4、实验步骤：准确吸取 1ml 样品置于离心机中，5000g 离心 10min，分离样品中的脂肪，弃去上层脂肪，取 250ul 待检样品加入 750ul 稀释液，混匀，缓慢滴入 3-4 滴样本。